

3 Materiais e Métodos

Neste trabalho, amostras de aço P92 com e sem revestimento de alumina (Al_2O_3) foram oxidadas a $650\text{ }^\circ\text{C}$ por 2000 horas em atmosfera que simulava o ambiente encontrado no processo de oxidação. Amostras com riscos realizados propositalmente na superfície do revestimento de alumina foram oxidadas, na mesma atmosfera e temperatura, com o objetivo de estudar a consequência de falhas do revestimento durante a vida útil do equipamento.

A Figura 24 apresenta um resumo das condições de oxidação e imagens das amostras após os ensaios de oxidação. Os ensaios de oxidação foram realizados em uma atmosfera típica do processo de oxidação, como descrito na seção 3.1.1. O revestimento das amostras foi realizado utilizando a técnica de Sol-Gel, como descrito na seção 3.2.1.

Após os ensaios de oxidação as seções de topo e transversal das amostras foram analisadas por microscopia óptica (MO), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Dispersão de Raios-X (EDS).

A parte experimental desta tese foi desenvolvida no Bundesanstalt Für Materialforschung Und-Prüfung (BAM) Alemanha, na Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (PUC-Rio) e no Instituto Nacional de Tecnologia (INT). A oxidação das ligas foi realizada no BAM, enquanto que a caracterização das amostras oxidadas foi realizada na PUC-Rio e no INT.

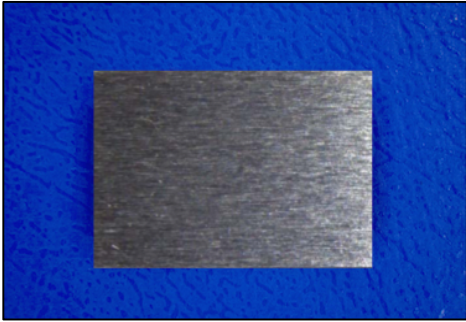

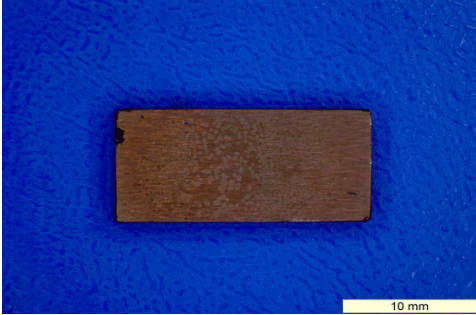
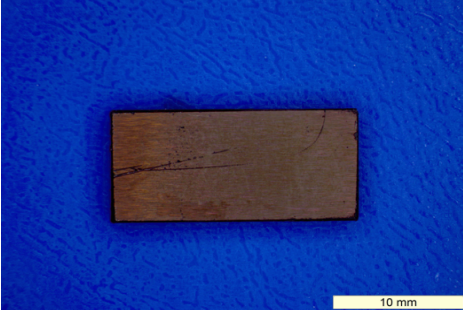
P1	P2
 <p data-bbox="233 629 667 663">Material como recebido (Liga P92)</p>	 <p data-bbox="775 645 1289 723">Liga P92 oxidada a 650°C durante 2000h.</p>
P3	P4
 <p data-bbox="233 1245 746 1323">Liga P92 oxidada a 650°C durante 2000h com revestimento de alumina</p>	 <p data-bbox="775 1193 1289 1462">Liga P92 oxidada a 650°C durante 2000h com revestimento de alumina. Nesta amostra foram realizados riscos no revestimento de alumina para avaliar a eficácia do revestimento e depois oxidada.</p>

Figura 24: Resumo das condições de oxidação e imagens das amostras após os ensaios de oxidação

3.1. Materiais e gases

A **Tabela 1** apresenta a composição química da liga ASTM A335 (P92), que é um aço Ferrítico-Martencítico com alta resistência à corrosão em altas temperaturas utilizada em trocadores de calor de plantas de geração de energia.

Tabela 1: Composição da liga P92 Ferrítico-Martensítico.[25]

Grau	%Cr	%Ni	%C	%P	%S	%Si	%Mn
P92	8,7	0,17	0,2	0,014	0,002	0,21	0,49
	%Mo	%V	%N	%W	%Nb	%B	%Al
	0,38	0,18	0,053	1,65	0,06	0,003	0,01

3.1.1. Gás de Oxidcombustão

Os testes de oxidação foram realizados em uma mistura gasosa conforme a **Figura 25**.

	%Volume
CO ₂	60
H ₂ O	30
O ₂	2
SO ₂	1
N ₂	7

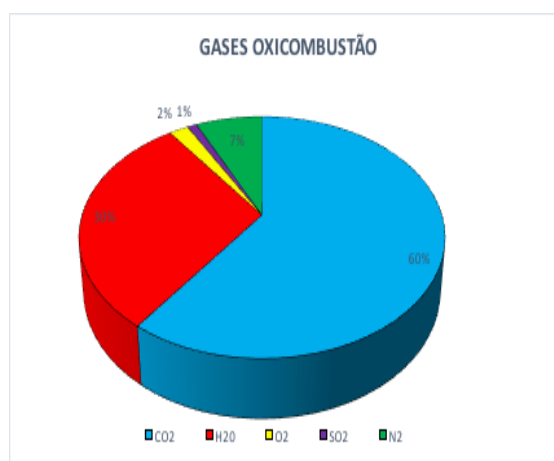


Figura 25: Composição em %Vol do gás Oxidcombustão [35].

3.2. Metodologia

Para os ensaios, foram utilizadas amostras retangulares de 3mm de espessura, 10 mm de largura e 20 mm. O tratamento de oxidação foi realizado com mistura de gás 60%CO₂, 30%H₂O, 7%N₂, 2%O₂, 1%SO₂.

As amostras foram oxidadas em um forno tubular horizontal (**Figura 26**) equipado com uma câmara de reação de alumina por 2000h a 650°C em uma atmosfera típica do processo de Oxicombustão, com um fluxo de 0,03m/s. Após os ensaios de oxidação as amostras foram resfriadas ao ar fora do forno.

O fluxo dos gases fluiu a uma pressão de 80 Bar na direção que é mostra na **Figura 27**.

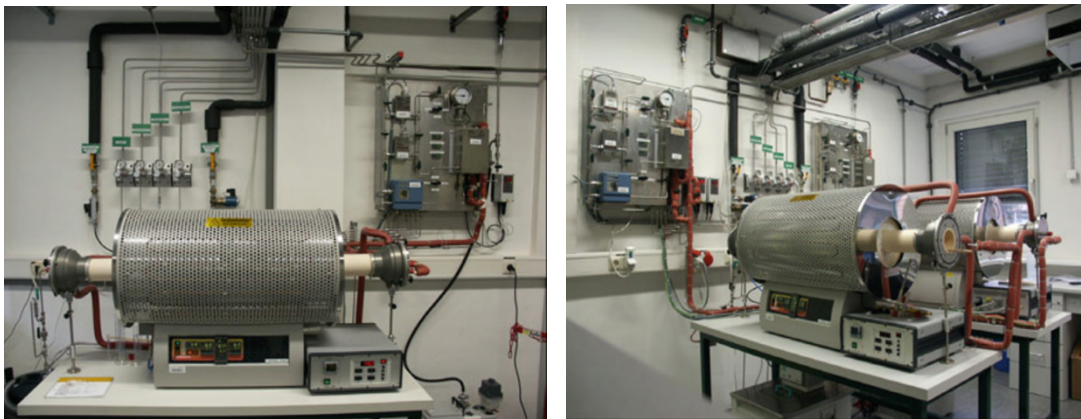


Figura 26: Fornos tubulares utilizados na oxidação das amostras P2, P3, P4 [8].

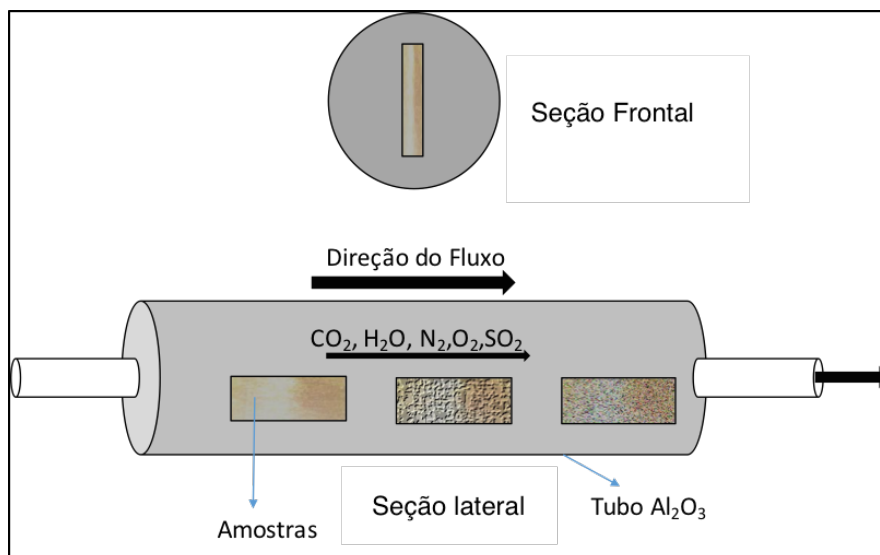


Figura 27: Desenho Esquemático dos ensaios de oxidação com o gás oxicombustão durante 2000h a 650°C. O experimento foi realizado numa pressão de 80 Bar.

Após oxidação, as seções topo e transversais das amostras foram analisadas usando um microscópio óptico (Olympus DP72), um Estereoscópio (Olympus DP25/SZX16) e um microscópio eletrônico de varredura (MEV/EDS ISPECT S50/ FEI, EDS: Edax software Genesis). A preparação metalográfica da seção transversal das amostras foi realizada por embutimento, lixamento e polimento, não houve corte da amostra.

3.2.1.Preparação do Sol Gel

Revestimentos utilizando o processo de sol gel tem sido empregado como um método de proteção contra a corrosão em altas temperaturas. Consiste na deposição de um revestimento de Boehmita (Hidróxido de Óxido de alumínio) ($\gamma - AlO(OH)$). A **figura 28** apresenta um esquema do processo de revestimento utilizando o processo sol gel.

O procedimento da preparação utilizado é descrito a seguir:

- Dispersão de boehmita (10 wt%) em pó em etanol por agitação por 20 min a temperatura ambiente.
- Adição de aglutinante Butvar (Polyvinylbutyral type PVB B76) e uma pequena quantidade de iso-propanol (1 wt%) no etanol para melhorar a dissolução e ter uma boa homogeneização e aderência do sol-gel. Este foi colocado durante 5-10 min em banho-maria e resfriado com gelo. A dissolução deste processo foi realizada por técnicas de ultrassom para melhores resultados de agitação. Após dissolução o sol-gel final fica com uma proporção de 15 wt% de Boehmita e 45mg de PVB por grama de sol.
- Limpeza da amostra com etanol e iso-propanol e secar ao ar.
- Imersão da amostra por 20s no sol-gel e retirada lentamente a velocidade de 170mm/min

- Aquecimento a 120°C por 5 min com fluxo de ar. Resfriamento da amostra em temperatura ambiente.
- Aquecimento no forno a 650°C com taxa de aquecimento de 10°C /min. Resfriamento da amostra no forno.

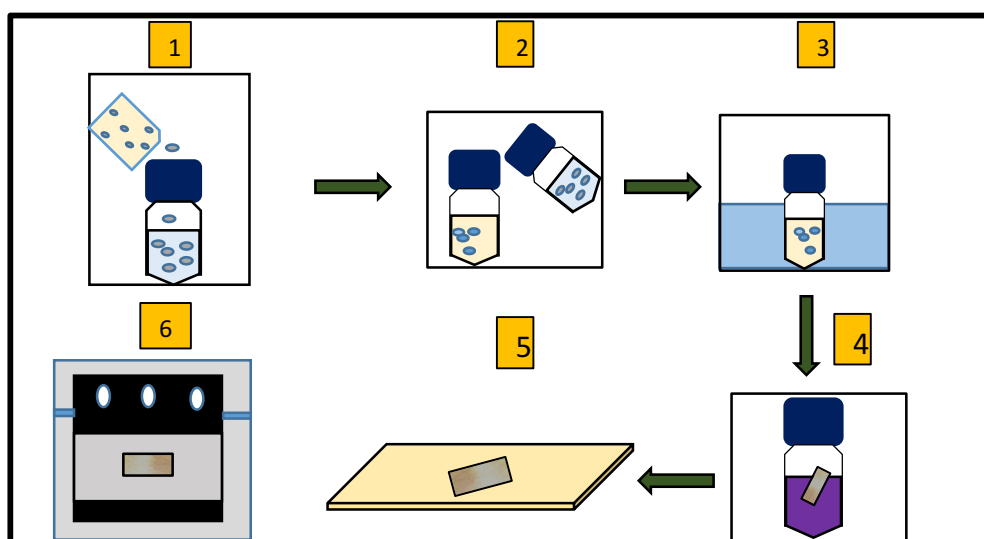


Figura 28: Representação do processo da preparação da técnica Sol-Gel por imersão para a adição do revestimento de Alumina 1) dispersão de boehmita em etanol. 2) adição de aglutinante PVB em sol. 3) dissolução ao banho-maria. 4) imersão da amostra no sol. 5) secar amostra a temperatura ambiente. 6) primeiro-segundo aquecimento num forno 120°C por 5 min e 650°C. Por 30 min.

3.2.2. Metalografia

A metalografia permite o estudo da microestrutural dos metais pela observação em um microscópio. Neste trabalho foram utilizadas técnicas de embutimento a frio e a quente, que serão descritas a seguir. As **Figuras 29 e 30** mostram os equipamentos e matérias utilizados nesse processo.

- Na preparação das amostras por embutimento a frio, foi utilizado resina epóxi AKA-RESIN e o correspondente aglomerante AKA-CURE, (fornecidos pela Akasel), misturadas numa relação 25:3 gramas. Após o corpo embutido foi lixado em uma politriz AROTEC operado a a 150 rpm, com fluxo de água contínuo utilizando lixas sucessivamente mais finas (número 120,220,320,400 e 600 respetivamente). Por ultimo, as amostras foram polidas a 250 rpm, utilizando panos de polimento DUR e NAP da marca Struers e pasta de diamante de 3 μ e 1 μ .
- Na preparação das amostras por embutimento a quente, foi utilizado resina de montagem baquelite STRUERS. O lixamento e polimento foi realizado o procedimento mencionado no parágrafo anterior.



Figura 29: Imagens dos materiais e equipamento utilizados no embutimento a frio das amostras.



Figura 30: Imagens dos materiais e equipamento utilizados no embutimento a quente das amostras.

3.2.3. Preparação das amostras no microscópio eletrônico de varredura MEV.

Na determinação da microestrutura e morfologia dos materiais, foi necessário realizar um estudo de caracterização por técnicas de microscopia de varredura (MEV) e de espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Se observou elementos macro-estruturais como poros, grãos, fases presentes e interfaces. Os elementos químicos presentes e fases foram analisados por (EDS).

A **Figura 31**, apresenta as amostras previamente instaladas no porta amostras do MEV

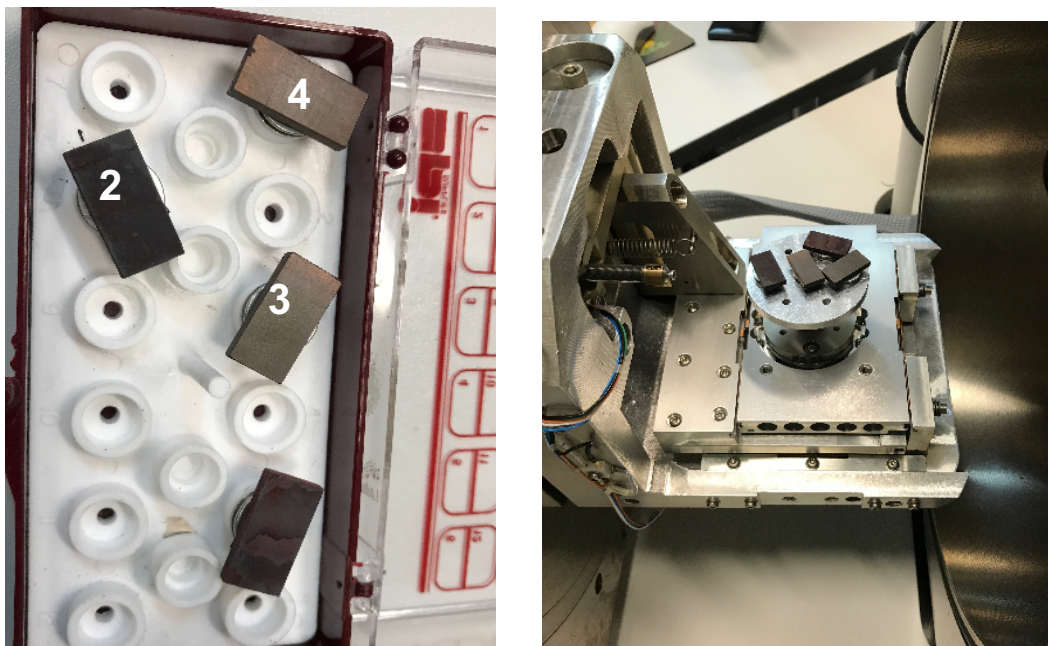


Figura 31: Colocação da amostras no microscópio eletrônico de varredura, os números correspondem às amostras da seguinte maneira: 1) P2, 2) P3, 3) P4.

3.2.4. Metalização

Na etapa de preparação das amostras por metalografia foi necessário realizar embutimentos a frio e a quente para a caracterização das seções transversais das amostras. O embutimento com resina não é condutor e dificulta a obtenção de imagens no MEV.

Por este motivo, foi necessário realizar uma metalização com prata nas amostras embutidas para a observação da seção transversal. A **Figura 32** mostra a metalização da amostra com platina. Amostra embutida, foi colocada num “Sputter Coater” da marca EMITECH de referencia K550x para deposição do filme fino por pulverização catódica por 2,5 min, em vácuo de 2×10^{-1} mbar.

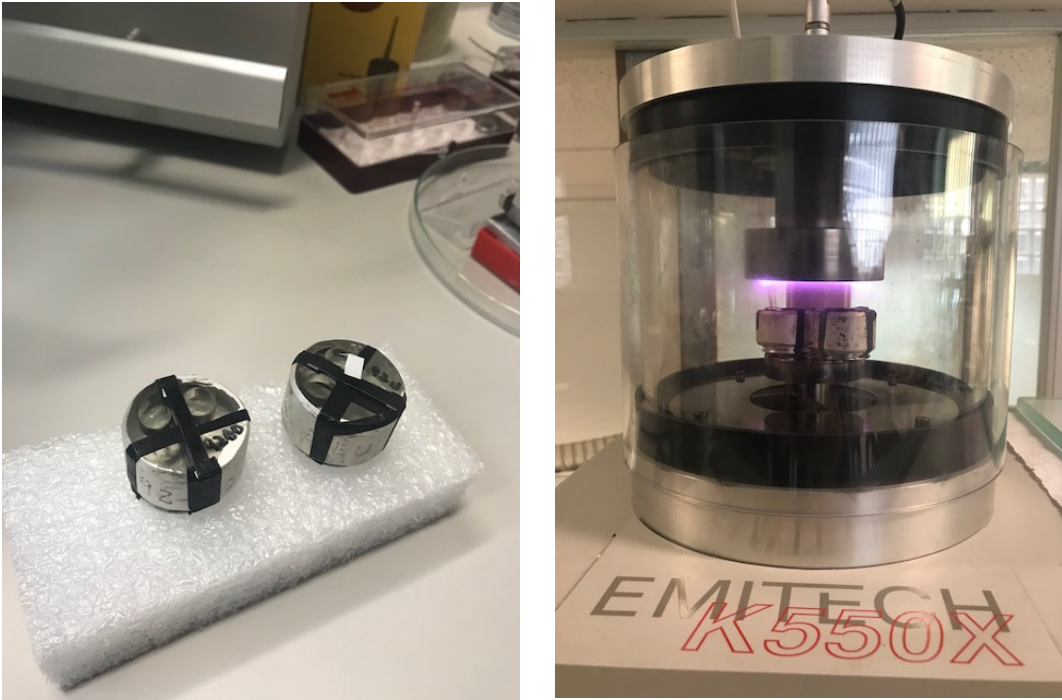


Figura 32: Processo de metalização das amostras com prata e fluxo de gás de argônio por 2,5 min.