


Dissertação apresentada à Pró-Reitoria de Pós-Graduação do Instituto Tecnológico de Aeronáutica, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciências no Programa de Pós-Graduação em Física, Área de Física de Plasmas

**Rodrigo de Siqueira Bicudo**

**DEPOSIÇÃO DE MoS<sub>2</sub> EM INCONEL 718 EMPREGANDO A  
TÉCNICA DE HIGH VELOCITY PLASMA SPRAY**

*Argemiro Soares da Silva*

Prof. Dr. Argemiro Soares da Silva Sobrinho  
Orientador

  
Prof. Dr. Felipe de Souza Miranda  
Coorientador

Campo Montenegro

São José dos Campos, SP – Brasil

2025

## Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP)

### Divisão de Informação e Documentação

Bicudo, Rodrigo de Siqueira  
Deposição de MoS<sub>2</sub> em Inconel 718 Empregando a Técnica de High Velocity Plasma Spray / Rodrigo de Siqueira Bicudo.

São José dos Campos, 2025.

100f.

Dissertação de mestrado – Programa de Pós-Graduação em Física, Área de Física de Plasmas – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, 2025. Orientadores: Prof. Dr. Argemiro Soares da Silva Sobrinho e Prof. Dr. Felipe de Souza Miranda.

1. Tocha de plasma 2. Recobrimento. 3. Velocity plasma spray. I. Instituto Tecnológico de Aeronáutica. II. Deposição de MoS<sub>2</sub> em Inconel 718 Empregando a Técnica de High Velocity Plasma Spray

## REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

BICUDO, Rodrigo de Siqueira. **Deposição de MoS<sub>2</sub> em Inconel 718 Empregando a Técnica de High Velocity Plasma Spray**. 2025. 100 f. Dissertação de mestrado em Física de Plasmas – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2025.

## CESSÃO DE DIREITOS

NOME DO AUTOR: Rodrigo de Siqueira Bicudo

TÍTULO DO TRABALHO: Deposição de MoS<sub>2</sub> em Inconel 718 Empregando a Técnica de High Velocity Plasma Spray

TIPO DO TRABALHO/ANO: Dissertação/2025

É concedida ao Instituto Tecnológico de Aeronáutica permissão para reproduzir cópias desta dissertação e para emprestar ou vender cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte desta dissertação ou tese pode ser reproduzida sem a sua autorização (do autor).

---

Rodrigo de Siqueira Bicudo  
Rua Bartolomeu Bueno da Silva, n° 250, ap 13  
CEP: 11662-300, Caraguatatuba - SP

# DEPOSIÇÃO DE $\text{MoS}_2$ EM INCONEL 718 EMPREGANDO A TÉCNICA DE HIGH VELOCITY PLASMA SPRAY

**Rodrigo de Siqueira Bicudo**

## Composição da Banca Examinadora

Prof. Dr. Douglas Marcel Gonçalves Leite	Presidente	-	ITA
Prof. Dr. Argemiro Soares da Silva Sobrinho	Orientador	-	ITA
Prof. Dr. Felipe de Souza Miranda	Coorientador	-	ITA
Prof. Dr. Gilberto Petraconi Filho	Interno	-	ITA
Prof. Dr. Magno Pinto Collares	Externo	-	FURG

**ITA**

Dedico este trabalho a meus três filhos: Victor, Raul e Isaac, que são a razão da minha busca por conhecimento e sabedoria, para ser um pai cada dia melhor para eles.

Dedico também ao meu pai, Leonel, e a minha mãe, Conceição, que me apoiaram nesses dois anos, me acolhendo em sua casa e me acompanhando por toda a vida.

Dedico essa conclusão de curso à minha esposa e companheira Lua, que me apoiou desde a minha graduação até o presente momento, compreendendo e não medindo sacrifícios para me ajudar a concluir essa jornada.

## Agradecimentos

Agradeço, especialmente, ao meu orientador, Prof. Dr. Argemiro Soares da Silva Sobrinho, e ao meu coorientador, Dr. Felipe de Souza Miranda, por me acolherem como orientando e me conduzirem com dedicação no estudo da ciência de plasmas, sempre esclarecendo dúvidas e orientando com paciência e rigor.

Aos professores Gilberto Petraconi, pelas valiosas conversas científicas; Rodrigo Pessoa, pelas aulas introdutórias sobre plasmas e seu compromisso com o ensino; Gilmar Thim, pelas aulas de termodinâmica e constante disponibilidade; André Luis, pelo apoio nas análises de DRX e pelo incentivo à participação no EFITA; e aos professores Douglas Leite e Marcelo Gomes, pela dedicação de ambos em desenvolver o sistema automatizado de suporte de amostras utilizado neste trabalho.

Ao pessoal do pós-doutorado, sempre disposto a ajudar: Pedro, Nilton, Evelyn, Isabella Grinberg, Isabela Horta e, claro, Felipe Miranda.

Agradeço às colegas de estudo, Thaís Macedo, Jade Helena, Michaela Shiotani, Helen, e também às colegas do laboratório NanoTec e do laboratório de Ozônio, por toda ajuda em diversos momentos de dificuldades, com dicas, ensinamentos, e disponibilidade, tanto em tarefas simples como nas mais complexas.

Também agradeço aos meus colegas Filipe Caldato, nosso querido técnico de laboratório, que sempre se mostrou disposto para realizar as análises que eu precisava fazer. Ao Roberson Silva, sempre atencioso e disposto a solucionar problemas. Aos colegas, Rafael Brock, Rafael Leal, Homerinho, Álvaro, Cláudio, Carlão, Eduardo, Matheus, Pedro, Lucas, Rodrigo e demais companheiros que contribuíram nesta jornada.

Registro também minha gratidão aos funcionários que colaboram com o laboratório e que estão sempre auxiliando todos os alunos e pesquisadores do LPP, especialmente a Dona Eliane, Seu Jorge Prado e Garufe.

Por fim, agradeço à agência de fomento CAPES, pelo seu apoio à pesquisa científica de qualidade e por ter me concedido suporte financeiro, sem o qual, não seria possível realizar esse trabalho.

*" O progresso material dos homens depende das pesquisas abstratas ou científicas do presente, e será aos homens de ciência que trabalham para fins puramente científicos, sem nenhum intuito de aplicação de suas doutrinas, que a humanidade ficará devedora em tempos futuros".*

(Malba Tahan, O Homem que Calculava, 1938)

## Resumo

Este trabalho investigou a deposição de bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ) em substratos de Inconel 718 por meio da técnica de *High Velocity Plasma Spray*, visando a formação de recobrimentos a partir de lubrificantes sólidos. O estudo iniciou-se com a caracterização do pó precursor de  $\text{MoS}_2$ , que apresentou morfologia lamelar, composição majoritária de molibdênio e enxofre, e estabilidade térmica até aproximadamente  $500\text{ }^\circ\text{C}$ , conforme evidenciado por TGA, DSC, DRX, EDS, MEV e espectroscopia Raman. Os substratos foram avaliados em diferentes condições, possibilitando a comparação do efeito da preparação superficial nos recobrimentos obtidos. Após a deposição, foram realizadas análises de rugosidade, porosidade, morfologia, composição química e estrutura cristalina dos recobrimentos. Ambos apresentaram porosidade inferior a 4%, morfologia anisotrópica compatível com a estrutura lamelar do precursor, e baixa incidência de regiões oxidadas, ainda que traços de  $\text{MoO}_3$  tenham sido detectados. Por meio dos resultados obtidos foi constatado que os recobrimentos apresentam concentração compatível com a do pó precursor de bissulfeto de molibdênio. A caracterização estrutural confirmou a preservação da estrutura cristalina do  $\text{MoS}_2$  após o processo térmico de aspensão, com bandas vibracionais características observadas nos espectros Raman e picos bem definidos no DRX. A análise integrada dos dados confirma que o processo HVPS é viável para aplicação de recobrimentos de  $\text{MoS}_2$  sobre Inconel 718, sendo a condição da superfície do substrato um fator de baixo impacto na condição final do recobrimento. O trabalho contribui com dados sobre a aplicação do método HVPS para deposição de lubrificantes sólidos e propõe parâmetros operacionais eficientes para essa aplicação. Recomenda-se, em estudos futuros, a realização de ensaios tribológicos e eletroquímicos para avaliação da performance funcional dos recobrimentos.

## Abstract

This work investigated the deposition of molybdenum disulfide ( $\text{MoS}_2$ ) on Inconel 718 substrates using the High Velocity Plasma Spray technique, aiming at the formation of coatings derived from solid lubricants. The study began with the characterization of the  $\text{MoS}_2$  precursor powder, which exhibited a lamellar morphology, a predominant composition of molybdenum and sulfur, and thermal stability up to approximately 500 °C, as evidenced by TGA, DSC, XRD, EDS, SEM, and Raman spectroscopy. Substrates were evaluated under different surface conditions, enabling the comparison of surface preparation effects on the resulting coatings. After deposition, analyses of roughness, porosity, morphology, chemical composition, and crystalline structure of the coatings were performed. Both coatings exhibited porosity below 4%, anisotropic morphology consistent with the lamellar structure of the precursor, and a low incidence of oxidized regions, although traces of  $\text{MoO}_3$  were detected. The results confirmed that the coatings maintain a composition compatible with that of the  $\text{MoS}_2$  precursor powder. Structural characterization verified the preservation of  $\text{MoS}_2$ 's crystalline structure after the thermal spray process, with characteristic vibrational bands observed in the Raman spectra and well-defined peaks in XRD. The integrated analysis of the data confirms that the HVPS process is a viable method for applying  $\text{MoS}_2$  coatings on Inconel 718, with substrate surface condition having a low impact on the final coating properties. This work contributes valuable data on the application of HVPS for the deposition of solid lubricants and proposes efficient operational parameters for this application. Future studies are recommended to include tribological and electrochemical testing to evaluate the functional performance of the coatings.

## Lista de Figuras

Figura 2.1. Categorias de lubrificantes sólidos com base na aderência e no comportamento tribológico. Onde: $\mu$ é o coeficiente de atrito, F representa a força normal aplicada e W é a carga exercida sobre a interface. Adaptado (LUDEMA; AJAYI, 2019). .....	26
Figura 2.2. Estrutura cristalina hexagonal de bissulfeto de molibdênio (BHUSHAN, 2013). .....	27
Figura 2.3. Funcionamento do plasma em função da pressão. Adaptado (ROTH, 1995). .....	33
Figura 2.4. Diagrama esquemático de uma tocha de plasma de (a) arco transferido e (b) arco não transferido. Adaptado de (LI; PFENDER; CHEN, 2003; MURPHY; UHRLANDT, 2018). .....	35
Figura 2.5. Esquema do processo de aspersão por plasma atmosférico (APS), mostrando as etapas desde a formação da pluma de plasma até a deposição das partículas sobre o substrato. .....	36
Figura 2.6. Diagrama de processos de Aspersão Térmica. Adaptado de (CRAWMER, 2013; FAUCHAIS; HEBERLEIN; BOULOS, 2014b). .....	29
Figura 2.7. Mapeamento de temperatura e velocidade mostrando a faixa de condições de aspersão predominantes em diferentes tecnologias de recobrimento por aspersão térmica. Adaptado (BOULOS et al., 2023). .....	31
Figura 3.1. Diagrama representativo do sistema HVPS: (1) painel de controle de operação, (2) sistema de controle e aquisição de dados, (3) sistema de exaustão, (4) ignitor de alta frequência, (5) fonte de energia CC, (6) tocha de plasma tipo tandem, (7) medidor de fluxo de refrigeração, (8) válvula agulha e medidor de fluxo da solução, (9) porta amostras, (10) pirômetro, (11) sistema de refrigeração, (12) sistema de controle de movimentação do porta amostras, (13) agitador magnético, (14) recipiente do precursor e (15) bomba peristáltica. ....	39
Figura 3.2. Representação gráfica mostrando os principais componentes da tocha de plasma térmico tipo Tandem de arco não transferido (CALIARI, 2016). .....	40
Figura 3.3. Corte longitudinal ilustrando a entrada do material precursor e o bocal de saída do jato de plasma com as partículas (CALIARI, 2016). .....	41
Figura 3.4. Ilustração da tocha mostrando a regulagem da distância do catodo (MIRANDA, 2018). .....	42
Figura 3.5. Imagem de dois substratos utilizados no experimento. ....	45
Figura 3.6. Diagrama de blocos da preparação da suspensão precursora de MoS <sub>2</sub> . ....	47

Figura 4.1. Mapa de distribuição dos elementos a partir da (a) micrografia com magnificação de 1.000x, evidenciando a presença de (b) molibdênio e (c) enxofre, obtidos pela análise EDS. .....	52
Figura 4.2. Curva termogravimétrica e calorimétrica do pó MoS <sub>2</sub> .....	53
Figura 4.3. Curva de DSC e da termogravimetria derivada (DTG).....	55
Figura 4.4. Espectro Raman do pó precursor de bissulfeto de molibdênio evidenciando os picos de maior intensidade com seus respectivos modos vibracionais. ....	56
Figura 4.5. Espectro Raman do pó precursor de bissulfeto de molibdênio após aquecido à temperatura de 1000 °C evidenciando os picos característicos do MoO <sub>3</sub> e seus respectivos modos vibracionais, evidenciando a oxidação completa do material. ....	57
Figura 4.6. (a) Fotografia do pó de MoS <sub>2</sub> fornecido pelo fabricante RadMax e as micrografias com magnificação de (b) 1000x, (c) 2000x, (d) 4000x, (e) 10000x e (f) 20000x, obtidas por MEV usando a técnica de elétrons retroespalhado. ....	58
Figura 4.7. Distribuição das partículas de MoS <sub>2</sub> obtida por análise de imagens baseada na contagem individual das unidades. ....	60
Figura 4.8. Distribuição das partículas de MoS <sub>2</sub> obtida por análise de imagens baseada no volume das unidades. ....	61
Figura 4.9. Difratoograma do pó de MoS <sub>2</sub> com os planos cristalográficos nos principais picos. .....	63
Figura 4.10. Mapa topográfico do substrato SUB-1, (a) e (b), e do substrato jateado SUB-2 (c) e (d). ....	64
Figura 4.11. Micrografia do substrato SUB-1, obtidos pela técnica de elétrons retroespalhados, com magnificações de (a) 500x, (b)1000x, (c) 2000x, (d) 4000x e (e)10000x. ....	66
Figura 4.12. Micrografia do substrato SUB-2, obtidos pela técnica de elétrons retroespalhados, com magnificações de (a) 500x, (b)1000x, (c) 2000x, (d) 4000x e (e)10000x. ....	67
Figura 4.13. Mapa composicional da amostra SUB-1, na magnificação de 1000x, destacando a presença e a localização relativa dos elementos esperados a serem encontrados, sendo (a) níquel, (b) cromo, (c) ferro, (d) molibdênio, (e) nióbio, (f) alumínio, (g) titânio, (h) silício e (i) fósforo. ....	70
Figura 4.14. Mapa composicional da amostra SUB-1, na magnificação de 1000x, destacando a presença e a localização relativa de elementos contaminantes (a) oxigênio, (b) potássio, (c) cloro e (d) cálcio. ....	71

Figura 4.15. Mapa composicional da amostra SUB-2, na magnificação de 1000x, destacando a presença e a localização relativa dos elementos esperados a serem encontrados, sendo (a) níquel, (b) cromo, (c) ferro, (d) molibdênio, (e) nióbio, (f) alumínio, (g) titânio e (h) silício.	72
Figura 4.16. Mapa composicional da amostra SUB-2, na magnificação de 1000x, destacando a presença e a localização relativa de elementos contaminantes (a) oxigênio, (b) potássio, (c) cloro e (d) cálcio. ....	73
Figura 4.17. Substratos de Inconel 718 com recobrimento de MoS <sub>2</sub> depositados pela técnica de HVPS, no (a) suporte das amostras e em (b) uma placa de Petri. ....	74
Figura 4.18. Mapa topográfico dos recobrimentos das amostras RE-1, (a) e (b), e RE-2 (c) e (d). ....	75
Figura 4.19. Parâmetros de rugosidade do substrato de Inconel 718 (SUB-1 e SUB-2) e dos respectivos recobrimentos com MoS <sub>2</sub> (RE-1 e RE2).....	76
Figura 4.20. Micrografia do recobrimento de MoS <sub>2</sub> das amostras RE-1 (a) e (c), e RE-2 (b) e (d), pela técnica de elétrons secundários, em ampliações de 500x e 1000x. ....	78
Figura 4.21. Micrografia dos recobrimentos das amostras (a) RE-1 e (b) RE-2 obtidas por MEV, pela técnica de elétrons secundários, com magnificação de 4000x. ....	79
Figura 4.22. Micrografias do recobrimento da amostra RE-1 obtidas por MEV no modo de elétrons secundários nas magnificações de (a) 500x e (c) 1000x, com suas respectivas imagens após limiarização em (b) e (d). ....	80
Figura 4.23. Micrografias do recobrimento da amostra RE-2 obtidas por MEV no modo de elétrons secundários nas magnificações de (a) 500x e (c) 1000x, com suas respectivas imagens após limiarização em (b) e (d). ....	81
Figura 4.24. Espectro Raman dos recobrimentos das amostras RE-1 e RE-2, evidenciando os picos de maior intensidade com seus respectivos modos vibracionais. ....	84
Figura 4.25. Mapa composicional do recobrimento da amostra RE-1, na magnificação de 1000x, destacando a presença e a localização relativa dos principais elementos encontrados, sendo (a) molibdênio, (b) enxofre, (c) silício, (d) oxigênio, (e) magnésio, (f) níquel, (g) cromo e (h) ferro. ....	86
Figura 4.26. Mapa composicional do recobrimento da amostra RE-2, na magnificação de 1000x, destacando a presença e a localização relativa dos principais elementos encontrados, sendo (a) molibdênio, (b) enxofre, (c) silício, (d) oxigênio, (e) magnésio, (f) níquel, (g) cromo e (h) ferro. ....	87

Figura 4.27. Difratoograma de raios-X dos recobrimentos RE-1 e RE-2 com os planos cristalográficos do pó precursor e do substrato. .... 88

## Lista de Tabelas

Tabela 2.1. Porcentagem da composição química dos elementos da liga Inconel 718. Adaptado (SPECIAL METALS CORPORATION, 2007).....	23
Tabela 2.2. Categorias de movimento superficial com lubrificantes gasoso, líquido e sólido. Adaptado de Myoshi (MIYOSHI, 2001).....	25
Tabela 2.3. Análise comparativa de diferentes tecnologias de aspersão térmica com base nas características do insumo, nos materiais processados e na fonte de energia. Adaptado (BOULOS et al., 2023).....	30
Tabela 3.1. Características do pó de bissulfeto de molibdênio .....	42
Tabela 3.2. Composição química da barra cilíndrica Inconel 718 fornecida pela Petrobras como material a ser utilizado como substrato. Os valores apresentam porcentagens em massa dos elementos e respectivas incertezas em valores absolutos. ....	44
Tabela 3.3. Massa e volume dos componentes utilizados na formulação da suspensão.....	46
Tabela 3.4. Parâmetros operacionais da tocha no processo de deposição. ....	47
Tabela 4.1. Composição química do pó de bissulfeto de molibdênio em porcentagens em massa dos elementos e respectivas incertezas em valores absolutos. ....	51
Tabela 4.2. Parâmetros estatísticos da distribuição dos diâmetros em função do número de partículas. ....	61
Tabela 4.3. Parâmetros estatísticos da distribuição dos diâmetros em função do volume.....	62
Tabela 4.4. Parâmetros de rugosidade dos substratos.....	65
Tabela 4.5. Composição química do substrato de Inconel 718, SUB-1 e SUB-2, em porcentagens em massa dos elementos e respectivas incertezas em valores absolutos.....	68
Tabela 4.6. Percentual de porosidade do recobrimento das amostras RE-1 e RE-2.....	81
Tabela 4.7. Medições da espessura do recobrimento realizadas por perfilometria de contato.	83
Tabela 4.8. Composição química dos recobrimentos das amostras RE-1 e RE-2, em porcentagens em massa dos elementos e respectivas incertezas em valores absolutos.....	83
Tabela 4.9. Números de picos com seus respectivos deslocamentos e planos cristalográficos para o recobrimento das amostras RE-1 e RE-2.....	89

## Lista de Abreviaturas e Siglas

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
APS	<i>Atmospheric Plasma Spraying</i>
BSE	<i>Backscattering Electrons</i>
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
D-Gun	Aspersão por detonação
DRX	Difração de raio X
DSC	<i>Differential Scanning Calorimetry</i>
DTG	<i>Derivate Thermogravimetry</i>
EDM	<i>Electrical Discharge Machining</i>
EB-PVD	<i>Electron Beam Physical Vapor Deposition</i>
EDS	<i>Energy Dispersive X-ray Spectrometer</i>
FS	<i>Flame Spraying</i>
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i>
HE-APS	<i>High Energy-APS</i>
HVOF	<i>High Velocity Oxygen Fuel</i>
HVPS	<i>High Velocity Plasma Spray</i>
IAE	Instituto de Aeronáutica e Espaço
IEAv	Instituto de Estudos Avançados
ITA	Instituto Tecnológico de Aeronáutica
LPP	Laboratório de Plasmas e Processos
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MoS <sub>2</sub>	Bissulfeto de molibdênio
PTA	<i>Plasma Transferred Arc</i>

PTFE	Politetrafluoretileno
PVA	Álcool polivinílico
RF-IPS	<i>Radio Frequency induction plasma spraying</i>
SI	Sistema Internacional de Unidades
TGA	<i>Thermogravimetric Analysis</i>
TFE	Tetrafluoretileno
VPS	<i>Vacuum Plasma Spraying</i>
WAS	<i>Wire-arc Spraying</i>

## Sumário

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>19</b>
1.1	Objetivo.....	21
1.2	Objetivos específicos .....	21
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>21</b>
2.1	Inconel 718 em aplicações no setor de petróleo e gás.....	21
2.2	Lubrificação .....	24
2.2.1	Tipos de lubrificantes .....	24
2.2.2	Bissulfeto de Molibdênio .....	26
2.3	Recobrimento obtido por aspensão térmica .....	28
2.4	Plasma térmico e não térmico.....	32
2.5	Tocha de Plasma .....	34
2.6	Precursores líquidos em Plasma Spray .....	37
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>38</b>
3.1	Aparato experimental.....	38
3.2	Tocha de plasma tipo Tandem .....	40
3.3	Propriedades físicas, químicas e granulometria do pó precursor .....	42
3.4	Análise química e preparação do substrato .....	43
3.4.1	Composição química da barra de liga Inconel.....	43
3.4.2	Corte da amostra .....	44
3.4.3	Jateamento abrasivo .....	45
3.5	Preparação da suspensão precursora.....	46
3.6	Parâmetros operacionais da tocha .....	47
3.7	Perfilometria de contato .....	48

<b>3.8</b>	<b>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raio X (EDS).....</b>	<b>48</b>
<b>3.9</b>	<b>Difração de raio X.....</b>	<b>49</b>
<b>3.10</b>	<b>Análise termogravimétrica e DSC.....</b>	<b>49</b>
<b>3.11</b>	<b>Espectroscopia de espalhamento Raman .....</b>	<b>50</b>
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>50</b>
<b>4.1</b>	<b>Caracterização do pó precursor .....</b>	<b>51</b>
4.1.1	Composição química.....	51
4.1.2	Mapa composicional .....	51
4.1.3	TGA e DSC .....	52
4.1.4	Raman do pó precursor de MoS <sub>2</sub> .....	55
4.1.5	Análise morfológica.....	58
4.1.6	Granulometria.....	59
4.1.7	Difração de Raio X .....	62
<b>4.2</b>	<b>Caracterização dos substratos.....</b>	<b>64</b>
4.2.1	Rugosidade superficial.....	64
4.2.2	Análise morfológica.....	65
4.2.3	Composição química.....	67
4.2.4	Mapa composicional .....	69
<b>4.3</b>	<b>Caracterização do recobrimento .....</b>	<b>74</b>
4.3.1	Rugosidade .....	75
4.3.2	Análise morfológica.....	77
4.3.3	Porosidade .....	79
4.3.4	Espessura .....	82
4.3.5	Composição química.....	83
4.3.6	Raman do recobrimento .....	84

4.3.7	Mapa composicional .....	85
4.3.8	Caracterização estrutural dos recobrimentos por difração de raios-X .....	87
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>89</b>
<b>6</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>90</b>
	<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>91</b>

# 1 Introdução

As ligas à base de níquel possuem uma ampla gama de aplicações, incluindo resistência à corrosão, elementos de aquecimento, ligas de expansão controlada e componentes de turbinas e motores a jato. Seu desenvolvimento começou por volta de 1930, inicialmente produzidas apenas como fundições, evoluindo posteriormente para versões forjadas, com melhorias contínuas ao longo do tempo. Essas ligas, antes restritas a aplicações críticas onde outros materiais falhavam, passaram a ser escolhidas com base no desempenho a longo prazo e na redução dos custos de manutenção. Em relação à resistência à corrosão, o níquel é mais nobre que o ferro e mais ativo que o cobre, apresentando maior resistência em ambientes redutores, especialmente quando combinado com molibdênio (EVERHART, 1971; SCHWEITZER, 2003).

As ligas à base de níquel, como a Inconel 718, são amplamente empregadas em aplicações de engenharia severas devido à sua elevada resistência mecânica, estabilidade térmica e excelente resistência à corrosão, especialmente em ambientes com presença de cloretos, gases ácidos e variações térmicas extremas. Estas propriedades tornam a liga 718 uma escolha preferencial em setores estratégicos como o aeroespacial, petroquímico e nuclear e tem sido utilizada desde, pelo menos, final da década de 1970 (BADRAK, 2014). No entanto, apesar de seu bom desempenho estrutural, o Inconel 718 apresenta limitações tribológicas, especialmente sob condições de deslizamento a seco e altas temperaturas, devido à ausência de óxidos lubrificantes estáveis na superfície durante o desgaste (SAIKAT et al., 2025).

Para superar essas limitações, recobrimentos com lubrificantes sólidos têm sido amplamente explorados, destacando-se o bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ) por sua estrutura cristalina lamelar e baixa resistência ao cisalhamento. O  $\text{MoS}_2$  favorece o deslizamento entre superfícies, mesmo em condições de vácuo e temperaturas moderadamente elevadas, reduzindo significativamente o coeficiente de atrito. No entanto, seu desempenho como lubrificante sólido é limitado em temperaturas acima de 400 °C devido à oxidação (GAUTAM et al., 2025).

A partir da década de 1990, o desenvolvimento de novos métodos de deposição de recobrimentos promoveu avanços significativos em propriedades fundamentais, como morfologia, composição, estrutura e adesão, superando as limitações inerentes às técnicas convencionais. Nesse contexto, as tecnologias baseadas em plasma, como aspersão por plasma,

consolidaram-se como alternativas promissoras, ao oferecerem soluções eficazes para desafios técnicos e operacionais historicamente relevantes. Entre esses desafios, destacam-se o fornecimento de energia em regimes de alta corrente e alta tensão, o controle refinado de parâmetros de processo, o aprimoramento de sistemas eletrônicos, a evolução das tecnologias de vácuo e o aprofundamento do conhecimento científico sobre os fenômenos físicos e químicos associados aos plasmas. Tais avanços contribuíram para a ampla disseminação e aplicabilidade dos processos assistidos por plasma em diversos setores industriais. (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).

Uma das vantagens significativas da aspersão por plasma é que a composição do pó precursor tende a ser mantida de forma bastante próxima na composição final do recobrimento, o que nem sempre é possível em outros métodos, como o a Deposição Física de Vapor por Feixe de Elétrons (EB-PVD), devido às diferentes taxas de evaporação dos elementos presentes na carga (REED, 2006). Além disso, a aspersão por plasma oferece elevada flexibilidade quanto ao tipo de material processado, poucas restrições geométricas quanto ao formato do substrato e permite altas taxas de deposição (FAUCHAIS, 2004).

No entanto, o processo convencional de aspersão por plasma em pressão atmosférica (APS) apresenta limitações que comprometem a qualidade dos recobrimentos obtidos, como elevada rugosidade superficial, presença de defeitos volumétricos, partículas parcialmente fundidas e oxidação durante a deposição. Tais restrições estão diretamente associadas à instabilidade do arco elétrico gerado na tocha de plasma e ao método radial de injeção da matéria-prima (CALIARI, 2016).

Com o intuito de superar essas limitações, este estudo emprega uma tocha de plasma do tipo tandem, capaz de operar com baixa oscilação da tensão de arco, injeção axial de pós ou líquidos e em regime de escoamento supersônico. Essa configuração promove maior eficiência na transferência de calor entre o jato de plasma e as partículas, além de permitir o processamento de precursores com granulometria fina. O sistema, denominado High Velocity Plasma Spray (HVPS), já foi empregado em estudos anteriores com resultados promissores na deposição de recobrimentos metálicos e cerâmicos (CALIARI, 2016; CALIARI et al., 2017; MIRANDA, 2018; MIRANDA et al., 2020a, 2020b; ULTRAMARI JUNIOR, 2024).

Nesse contexto, o presente trabalho investiga sobre o processo de deposição de recobrimentos autolubrificantes à base de bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ) em substratos de

Inconel 718, utilizando a técnica de aspersão térmica por plasma de alta velocidade (HVPS). A pesquisa concentra-se na análise das propriedades físico-químicas dos recobrimentos obtidos, bem como na caracterização do pó precursor e dos substratos utilizados.

## 1.1 Objetivo

Este estudo visa a deposição e caracterização de recobrimentos de bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ) aplicados em substratos de Inconel 718, empregando a técnica de plasma spray de alta velocidade.

## 1.2 Objetivos específicos

- Analisar a rugosidade da superfície dos substratos de Inconel 718 pela técnica de perfilometria.
- Analisar as características do pó precursor utilizando técnicas de termogravimetria (TGA), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), MEV, EDS, DRX e Raman.
- Determinar os parâmetros operacionais do sistema HVPS na deposição de  $\text{MoS}_2$ .
- Realizar a caracterização dos recobrimentos obtidos, considerando propriedades como morfologia e composição química, por meio das técnicas de espectroscopia Raman, DRX, MEV e EDS.

## 2 Revisão Bibliográfica

### 2.1 Inconel 718 em aplicações no setor de petróleo e gás

Em 24 de julho de 1962, Herbert Louis Eiselstein registrou a patente US3046108A, descrevendo uma liga maleável e endurecível por envelhecimento à base de níquel-cromo, desenvolvida para oferecer alta resistência mecânica e ductilidade em uma ampla faixa de temperaturas, de ambiente até aproximadamente  $700\text{ }^\circ\text{C}$ . A invenção superou as limitações das ligas de níquel anteriores, que apresentavam baixa ductilidade ou resistência ao escoamento insuficiente, ao incorporar teores controlados de nióbio, molibdênio, cromo, alumínio e titânio,

garantindo uma combinação otimizada de resistência e alongamento. Essa inovação resultou em um material com alta resistência à ruptura e longa vida útil sob tensões elevadas, sendo ideal para aplicações em ambientes de alta temperatura e estresse mecânico (EISELSTEIN, 1962).

Posteriormente denominada liga 718, essa nova superliga substituiu aços altamente ligados e outras superligas de níquel disponíveis na época. Demonstrou também grande versatilidade em termos de composição química, processos de fusão e técnicas de forjamento, resultando em mais de 2000 combinações possíveis dessas variáveis (KRACKE, 2010). A liga 718 destacou-se por apresentar alta resistência mecânica até aproximadamente 700 °C, excelente resistência à corrosão, ótima conformabilidade e soldabilidade superior, especialmente pela alta resistência a trincas. Essas propriedades possibilitaram sua ampla aplicação na fabricação de componentes para motores de turbinas aeronáuticas, peças estruturais de alta velocidade, como rodas, pás e espaçadores, parafusos e fixadores resistentes a altas temperaturas, além de tanques criogênicos, componentes para extração de petróleo e gás e elementos da engenharia nuclear (DAVIS, 2000).

Embora tenha sido desenvolvida inicialmente para motores de turbina a gás de aeronaves, a combinação de resistência mecânica e resistência à corrosão da liga 718 viabilizou sua utilização em diversas outras aplicações. Sua durabilidade em meios aquosos agressivos tornou-a ideal para fixadores, válvulas, ferramentas de perfuração e equipamentos de completação em campos petrolíferos (DEBARBADILLO; MANNAN, 2012).

Apesar de suas qualidades, o Inconel 718 apresenta desafios, como a suscetibilidade à fragilização por hidrogênio e à corrosão sob tensão mecânica, que podem comprometer seu desempenho em ambientes agressivos. No entanto, essas limitações podem ser mitigadas com a otimização de tratamentos térmicos e novas abordagens de fabricação, garantindo maior durabilidade e confiabilidade em aplicações críticas (BADRAK, 2014).

Além disso, ainda que o alto custo da liga seja um fator limitante para seu uso em larga escala, a análise de aspectos como vida útil dos equipamentos, produtividade e segurança operacional justifica sua aplicação. Quando utilizada de forma estratégica, especialmente em recobrimentos, a liga 718 oferece uma relação custo-benefício mais vantajosa (PESSOA, 2014).

A Tabela 2.1 apresenta os limites de composição química da liga Inconel 718, destacando os principais elementos de liga e suas respectivas faixas de concentração, conforme especificado pela fabricante *Special Metals Corporation* (2007).

Tabela 2.1. Porcentagem da composição química dos elementos da liga Inconel 718. Adaptado (SPECIAL METALS CORPORATION, 2007).

<b>Elemento</b>	<b>Composição Limite (%)</b>
Níquel (incluindo Cobalto)	50,00–55,00
Cromo	17,00–21,00
Ferro	Equilíbrio
Nióbio (incluindo Tântalo)	4,75–5,50
Molibdênio	2,80–3,30
Titânio	0,65–1,15
Alumínio	0,20–0,80
Cobalto	1,00 máx.
Carbono	0,08 máx.
Manganês	0,35 máx.
Silício	0,35 máx.
Fósforo	0,015 máx.
Enxofre	0,015 máx.
Boro	0,006 máx.
Cobre	0,30 máx.

De acordo com os resultados obtidos em estudo experimental por Xu et al. (2021), as propriedades de atrito da superliga Inconel 718 apresentam variações em função da temperatura de ensaio. Observou-se que o aumento da temperatura não implica, necessariamente, em um agravamento direto do desgaste, embora promova uma intensificação dos processos de oxidação na superfície de contato durante o atrito. Além disso, verificou-se que o aumento da carga de contato contribui simultaneamente para o espessamento da camada de óxido e para a intensificação do desgaste do material.

Diante desse contexto, estudos recentes têm se concentrado em aprimorar as propriedades tribológicas do Inconel 718 por meio da aplicação de recobrimentos com materiais que possuem propriedades às de lubrificantes sólidos (JAYANTH et al., 2024). Nesse sentido, o presente trabalho tem como objetivo realizar a deposição e a caracterização do recobrimento de bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ), um lubrificante sólido amplamente reconhecido, em substrato de Inconel 718 utilizando a técnica de plasma spray de alta velocidade.

## **2.2 Lubrificação**

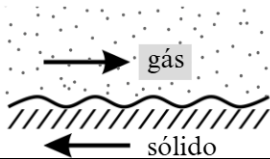
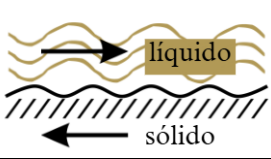
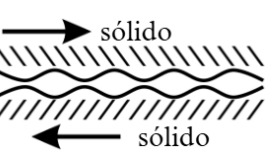
### **2.2.1 Tipos de lubrificantes**

A humanidade já fazia uso de óleos e graxas vegetais e animais há muitos anos, inclusive, o sebo já era utilizado para lubrificar rodas de carruagens há mais de 3400 anos (KHONSARI; BOOSER, 2017). No entanto, avanços significativos no desenvolvimento de lubrificantes ocorreram somente após o surgimento da indústria moderna do petróleo, no ano de 1859, no estado da Pensilvânia, localizada nos Estados Unidos. Quase um século depois, durante a metade da década de 1930, os óleos derivados de petróleo foram aprimorados por meio do uso de aditivos, que aumentaram a capacidade de suportar cargas, a lubricidade, a proteção contra corrosão e a estabilidade térmica e oxidativa dos óleos (CAMPBELL, 1972).

A melhor maneira de se reduzir o atrito e o desgaste entre duas superfícies deslizando é por meio de inserção de um filme lubrificante (terceiro corpo), que pode ser: filmes sólidos, filmes de fluidos e filmes finos. Quando óleos ou graxas não podem ser usados devido a determinados fatores como: dificuldade de aplicação, ambientes de alto vácuo, máquinas de processamento de alimentos, altas temperaturas ou ambientes criogênicos, por exemplo, a melhor solução é o uso de lubrificantes sólidos (MIYOSHI, 2001).

A Tabela 2.2 apresenta as três principais categorias de lubrificação, acompanhadas de exemplos de aplicação industrial, mecanismos típicos de falha e os materiais responsáveis pela interação tribológica entre as superfícies deslizando.

Tabela 2.2. Categorias de movimento superficial com lubrificantes gasoso, líquido e sólido.  
Adaptado de Myoshi (MIYOSHI, 2001).

Categoria	Representação esquemática de contato e movimento		
			
Lubrificação	<b>Gás ou filme de ar</b>	<b>Filme de fluido</b>	<b>Filme sólido</b>
Resistência ao movimento	Gás ou atrito de ar	Atrito viscoso	Atrito sólido
Mecanismo de falha	Erosão; corrosão	Erosão por cavitação; corrosão	Desgaste; erosão
Exemplos de aplicação	Turbina a gás; Turbina eólica	Motores automotivos; turbina hidráulica	Vedações; embreagens; freios; roda e trilhos

A eficácia de um lubrificante sólido varia consideravelmente com as condições de operação, e deve ser analisada dentro do contexto apropriado. Lubrificantes sólidos dos Grupos A e B da Figura 2.1 são frequentemente utilizados quando os lubrificantes líquidos são inadequados e existe uma possibilidade real de travamento de componentes. Entretanto, é comum que se atribua benefícios aos lubrificantes sólidos mesmo em situações em que seu uso não é necessário. Um exemplo recorrente ocorre quando o óleo de motor já apresenta desempenho satisfatório — com níveis de desgaste dentro do esperado — e, ainda assim, opta-se por adicionar grafite ou  $\text{MoS}_2$  na tentativa de reduzir ainda mais o desgaste. No entanto, esses aditivos possuem um custo adicional que, em muitos casos, pode ultrapassar a economia obtida com o eventual prolongamento da vida útil do motor. Em situações extremas, seu uso inadequado pode até acelerar o desgaste do motor, resultando em maiores prejuízos (LUDEMA; AJAYI, 2019).

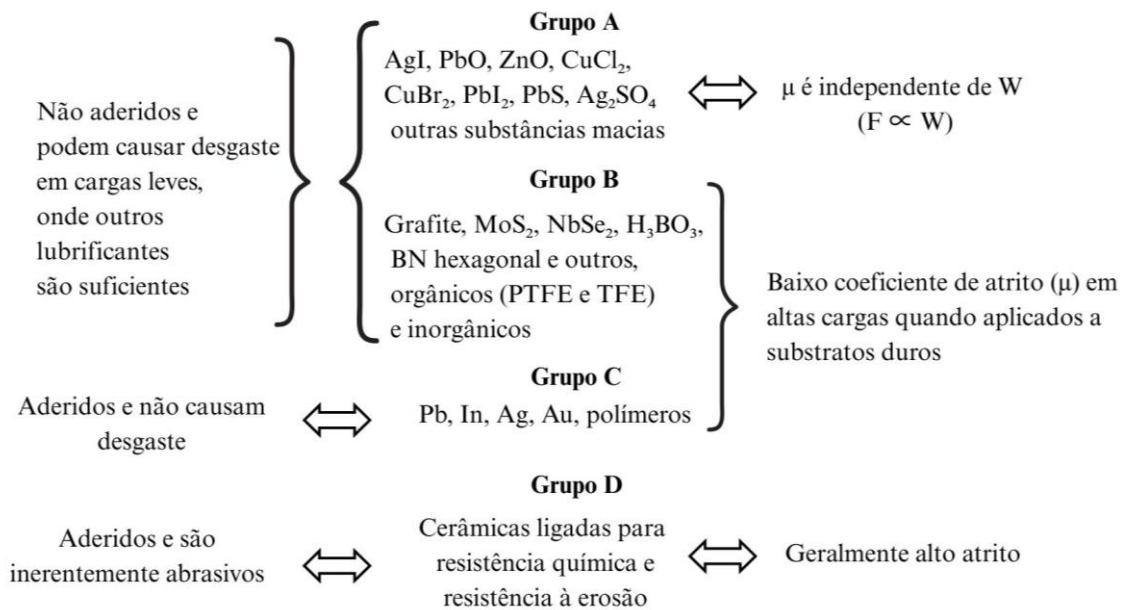


Figura 2.1. Categorias de lubrificantes sólidos com base na aderência e no comportamento tribológico. Onde:  $\mu$  é o coeficiente de atrito, F representa a força normal aplicada e W é a carga exercida sobre a interface. Adaptado (LUDEMA; AJAYI, 2019).

Os lubrificantes sólidos dos Grupos B e C se destacam por proporcionarem baixo atrito sob altas cargas, funcionando por meio de uma camada superficial macia com baixa resistência ao cisalhamento sustentada por um substrato rígido. Entre eles, o grafite e o MoS<sub>2</sub> possuem estrutura lamelar com fortes ligações dentro das camadas e fracas interações entre camadas, o que favorece o deslizamento e reduz o atrito entre superfícies (LUDEMA; AJAYI, 2019).

### 2.2.2 Bissulfeto de Molibdênio

O MoS<sub>2</sub> é um bissulfeto de metal composto por átomos de molibdênio e enxofre, de estrutura cristalina anisotrópica, formada por pilhas de finas camadas que possuem ligações químicas forte em sua composição e ligações fracas entre elas, o que facilita sua capacidade de se dividir ao longo dos planos cristalográficos, formando cristais em forma de placa, resultando em superfícies lisas e planas que deslizam facilmente uma sobre as outras (INGOLE, 2013; LINCE, 2013).

Os átomos de enxofre se ligam covalentemente aos átomos de molibdênio, formando camadas, que são unidas por fracas ligações de van der Waals, permitindo que deslizem

facilmente umas sobre as outras, o que confere ao  $\text{MoS}_2$  seu baixo coeficiente de atrito, sendo, por isso, utilizado como lubrificante sólido em ambientes de vácuo e gases inertes. Os recobrimentos de  $\text{MoS}_2$  podem ser produzidos em fase de vapor ou por pulverização. Quando obtidos por pulverização, os filmes multicamadas de  $\text{MoS}_2$  apresentam três regiões distintas: uma camada de formação densa, uma zona de transição equiaxial (três eixos iguais) e uma zona colunar em forma de fibra (SPALVINS, 1982).

Nos anos de 1950 a 1965, a indústria aeroespacial passou a intensificar as pesquisas com lubrificantes sólidos, incluindo metais, óxidos, sais de estrutura em camadas, pós soltos, tungstatos e molibdatos, como o  $\text{MoS}_2$ , que já era conhecido e utilizado em poucas quantidades desde o século XIX. De modo geral, as pesquisas revelaram que, para garantir a eficiência dos lubrificantes sólidos por um período razoável, é necessário que se tenha uma boa adesão em uma ou ambas as superfícies deslizantes (LUDEMA; AJAYI, 2019).

A Figura 2.2 mostra as ligações entre os átomos de Mo-S e entre os planos de enxofre, com suas respectivas distâncias. Cada camada de  $\text{MoS}_2$  possui uma estrutura hexagonal, onde cada átomo de molibdênio é rodeado por seis átomos de enxofre em um prisma trigonal.

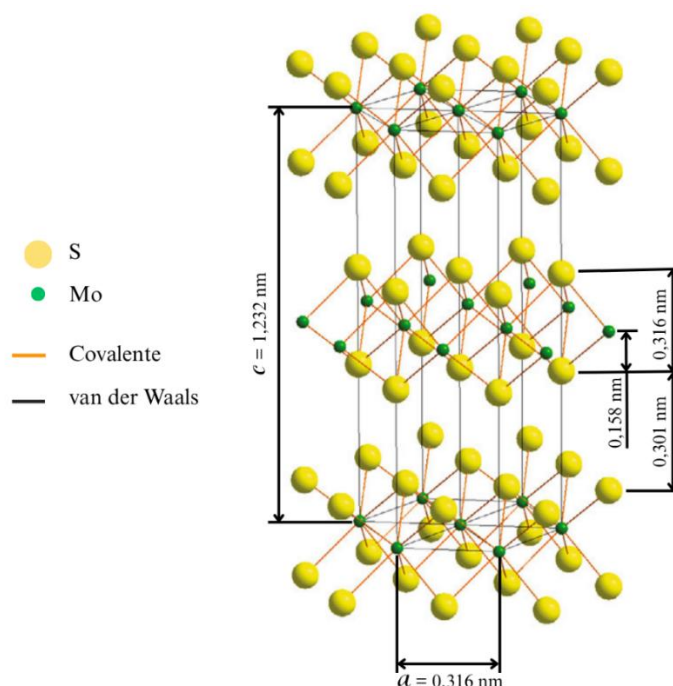


Figura 2.2. Estrutura cristalina hexagonal de bissulfeto de molibdênio.

A camada S:Mo:S é composta por dois planos de átomos de enxofre e um plano intermediário de molibdênio, com distâncias de 0,158 nm entre Mo e S, e 0,301 nm entre planos adjacentes de enxofre. As ligações Mo–S são covalentes ( $\sigma$ ), enquanto as interações entre átomos de enxofre são do tipo van der Waals ( $\pi$ ) (BHUSHAN, 2013).

A aplicação do MoS<sub>2</sub> como recobrimento de atrito ainda é limitada devido ao seu baixo desempenho em ambientes úmidos. Estudos realizados por Ingole (2013) demonstram que o atrito do MoS<sub>2</sub> é independente da umidade até um valor de 40%, sendo que, acima desse valor, o atrito aumenta consideravelmente. Nesse mesmo estudo, foi analisado o efeito da temperatura e umidade relativa no atrito do MoS<sub>2</sub>, demonstrando que o atrito a 100°C é três vezes menor que o medido à temperatura ambiente com 50% de umidade relativa. A 100°C, a água evapora, resultando em atrito reduzido. No entanto, o atrito aumenta em temperaturas mais altas devido à oxidação do MoS<sub>2</sub>.

### 2.3 Recobrimento obtido por aspersão térmica

Os estudos sobre tratamento de superfícies remetem a processos de síntese de filmes finos, que adicionam pouca ou quase nenhuma massa à superfície. Por outro lado, quando as investigações que objetivam obter recobrimentos, tipicamente referem-se à síntese de filmes espessos, com espessura superior a 10  $\mu\text{m}$ , os quais podem ser aplicados por técnicas como deposição química de vapor (CVD – *Chemical Vapor Deposition*), deposição física de vapor (PVD – *Physical Vapor Deposition*), eletrodeposição, soldagem, caldeamento e aspersão térmica (*thermal spray*) (LIMA; TREVISAN, 2007).

Entre essas técnicas de aplicação de recobrimento, destacam-se a aspersão térmica por processos físico-químicos (PVD ou CVD), amplamente utilizadas para mitigar o desgaste em superfícies, ainda que os coeficientes de atrito resultantes possam, em alguns casos, ultrapassar 1,0. Além disso, tratamentos de difusão, como nitretação, cementação, siliconização, boratação e aluminização, também são empregados com o objetivo de reduzir o desgaste, promovendo a penetração de elementos ativos em profundidades da ordem de 100  $\mu\text{m}$  ou superiores (BRUCE, 2012).

Os parâmetros que definem a qualidade dos recobrimentos produzidos por aspersão térmica são diversos e incluem: tipo de material, velocidade de fluxo, velocidade de solidificação, pressão e tipo do gás, assim como as características do substrato, que englobam

temperatura, rugosidade e limpeza. Essas têm sido as aperfeiçoadas, tradicionalmente, por tentativa e erro, ou seja, por meio da pesquisa de resultados empíricos de outros experimentos (LIMA; TREVISAN, 2007).

A aspersão térmica consiste em processos nos quais materiais metálicos ou não metálicos, em forma de pó, soluções, suspensões, fio, cordão ou vareta, são aquecidos até o estado semifundido ou fundido por meio de gases combustíveis ou arco elétrico e, então, acelerados por gás comprimido em direção a um substrato, onde as partículas impactam, se achatam e solidificam, formando um recobrimento, que, em geral, apresentam estrutura lamelar (AMERICAN WELDING SOCIETY, 1995).

Na Figura 2.3 é apresentado diagrama com os quatro principais processos de deposição de recobrimentos, organizados em dois grupos básicos de acordo com a fonte de geração de calor.

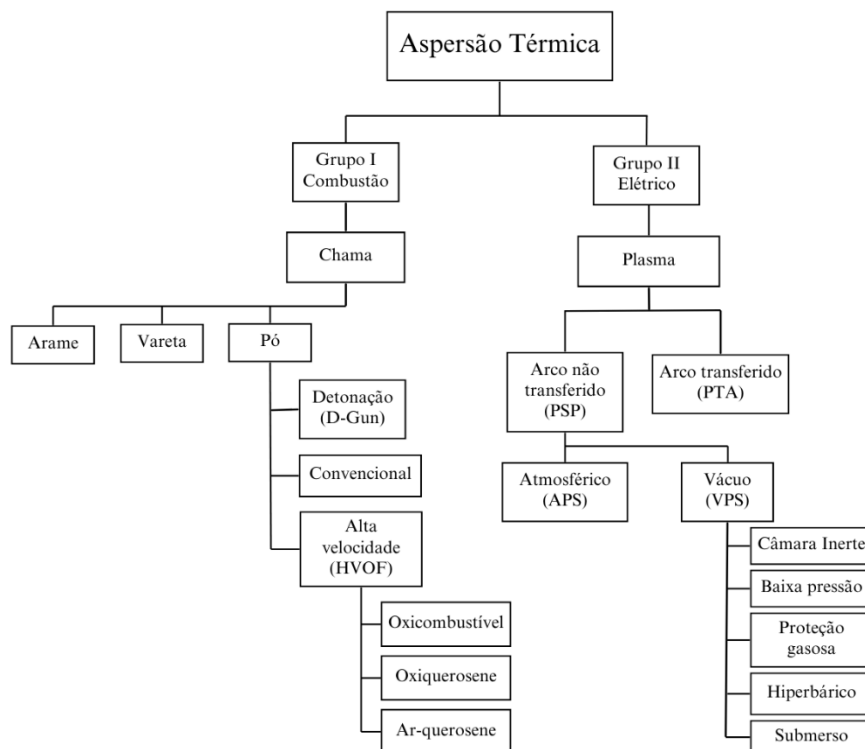


Figura 2.3. Diagrama de processos de Aspersão Térmica. Adaptado de (CRAWMER, 2013; FAUCHAIS; HEBERLEIN; BOULOS, 2014a).

O Grupo I utiliza gases combustíveis como fonte de calor, sendo que os consumíveis podem ser aplicados na forma de pó, arame ou vareta. O Grupo II emprega energia elétrica para a geração de calor (LIMA; TREVISAN, 2007).

No diagrama acima (Figura 2.3), o termo “Plasma” refere-se a um conjunto de processos de usinagem de metais que utilizam um arco elétrico confinado — geralmente forçado através de um orifício em um ânodo de cobre, refrigerado a água — com o objetivo de fornecer energia térmica de alta densidade. De maneira mais direta, conforme definição da American Welding Society (1995), trata-se de um gás aquecido por um arco elétrico até atingir, no mínimo, um estado parcialmente ionizado, tornando-se capaz de conduzir corrente elétrica.

Para melhor compreensão das diversas tecnologias de aspersão térmica, a Tabela 2.3 apresenta uma análise comparativa baseada nas características dos insumos utilizados, nos materiais processados e nas fontes de energia empregadas.

Tabela 2.3. Análise comparativa de diferentes tecnologias de aspersão térmica com base nas características do insumo, nos materiais processados e na fonte de energia. Adaptado (BOULOS et al., 2023).

		Combustão			Arco arame	Plasma Spray em CC			Plasma induzido
		FS	HVOF	D-gun	WAS	APS	HE-APS	VPS	RF-IPS
Tipo de Insumo	Pó	×	×	×		×	×	×	×
	Nano	×	×	×		×		×	×
	Solução	×				×			×
	Suspensão	×				×			×
	Arame	×			×				
	Vareta	×			×				
Material	Metal	×	×	×	×	×	×	×	×
	Cerâmica	×	×	×	×	×	×	×	×
	Metal-cerâmico	×		×	×	×	×	×	×
Energia	Gás comprimido								
	Gás combustível	×	×	×					
	Combustível líquido		×						
	Eletricidade				×	×	×	×	×

As tecnologias são classificadas conforme o tipo de insumo (pó, nanoestruturas, solução, suspensão, arame ou vareta), o material de recobrimento (metálico, cerâmico ou metal-cerâmico) e a fonte de energia (combustão ou eletricidade). Essa comparação possibilita visualizar rapidamente as possibilidades de aplicação de cada tecnologia, bem como entender as diferenças fundamentais entre os processos convencionais de aspersão térmica. As siglas presentes na tabela podem ser consultadas na lista de abreviaturas e siglas.

Na Figura 2.4, é apresentado um diagrama de temperatura e velocidade de saída do jato, evidenciando a ampla faixa de condições de processamento associada às diversas tecnologias de aspersão térmica. Essa diversidade destaca o quão desafiador é o desenvolvimento de processos de recobrimento por aspersão térmica.

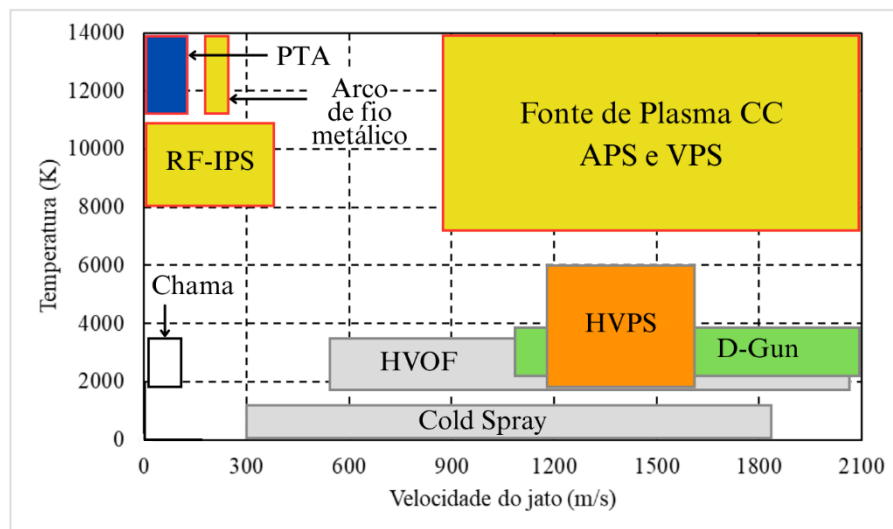


Figura 2.4. Mapeamento de temperatura e velocidade mostrando a faixa de condições de aspersão predominantes em diferentes tecnologias de recobrimento por aspersão térmica. Adaptado (BOULOS et al., 2023).

Por meio desse diagrama, é possível observar que as tecnologias baseadas em plasma, como WAS, APS, VPS, RF-IPS e PTA, localizam-se na região superior da figura, operando com temperaturas entre 8000 e 14.000 K e velocidades de até 2000 m/s. Já as tecnologias baseadas em combustão, com exceção do *cold spray*, atingem temperaturas inferiores a 4000 K, mas com velocidades igualmente elevadas. Como utilizam produtos de combustão como

meio de aspersão, podem gerar contaminação por óxidos ao aspergir metais reativos (BOULOS et al., 2023).

Dentre as tecnologias de aspersão térmica disponíveis, este trabalho destaca o processo de aspersão por plasma spray de alta velocidade (HVPS), utilizando uma tocha de plasma de arco não transferido como equipamento. Essa escolha se justifica por se tratar de uma tecnologia amplamente empregada em aplicações industriais, e adequada para a aspersão de suspensões, permitindo a obtenção de recobrimentos funcionais sobre diferentes tipos de substrato.

## 2.4 Plasma térmico e não térmico

Em 1928, Irving Langmuir observou que um gás ionizado contém elétrons e íons em quantidades aproximadamente iguais, exceto nas regiões próximas aos eletrodos. Considerando essa região onde as cargas estão equilibradas, ele achou apropriado denominá-la plasma, estabelecendo uma analogia com o plasma sanguíneo devido à sua função de transportar partículas suspensas (FRIDMAN, 2008).

Em outras palavras, podemos dizer que o termo plasma descreve o comportamento coletivo de uma variedade de substâncias macroscopicamente neutras, e que possui um grande número de elétrons livres e átomos ou moléculas ionizadas interagindo entre si devido às forças de Coulomb de longo alcance (BITTENCOURT, 2018; CHAPMAN, 1980). Essa força é a principal diferença entre um gás neutro e um plasma.

Nas aplicações industriais, os plasmas são geralmente classificados em dois grandes grupos: plasmas térmicos e não térmicos. Dentre eles, os plasmas térmicos são os mais amplamente utilizados na indústria (FRIDMAN; KENNEDY, 2004), com destaque para processos como metalurgia extrativa, fusão e refino de metais e ligas, síntese química em plasma, deposição química de vapor assistida por plasma (PECVD – *Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition*), pulverização por plasma e arco elétrico, destruição de resíduos e síntese de cerâmicas avançadas (BOULOS; FAUCHAIS; PFENDER, 1994)

A característica mais relevante para distinguir os regimes de operação de um plasma, entre térmico e não térmico, é a relação entre a temperatura cinética dos elétrons e a temperatura do gás. A análise de apenas um desses parâmetros, de forma isolada, não é suficiente para definir o regime, uma vez que plasmas não térmicos, de baixa intensidade, podem apresentar

temperaturas eletrônicas variando em pelo menos uma ordem de magnitude. Nos plasmas térmicos, de alta intensidade, a temperatura dos elétrons tende a ser da ordem de 1 eV em correntes próximas a 50 A, aumentando gradativamente com o acréscimo da potência aplicada, podendo atingir temperaturas cinéticas próximas a 10 eV (ROTH, 1995).

A Figura 2.5 apresenta um esquema das temperaturas cinéticas dos elétrons ( $T_e$ ) e do gás ( $T_g$ ) em função da pressão para uma descarga em argônio. O regime de operação do processo de aspersione térmica por plasma spray está na interseção da linha tracejada vermelha com a linha tracejada da pressão de 1 atm.

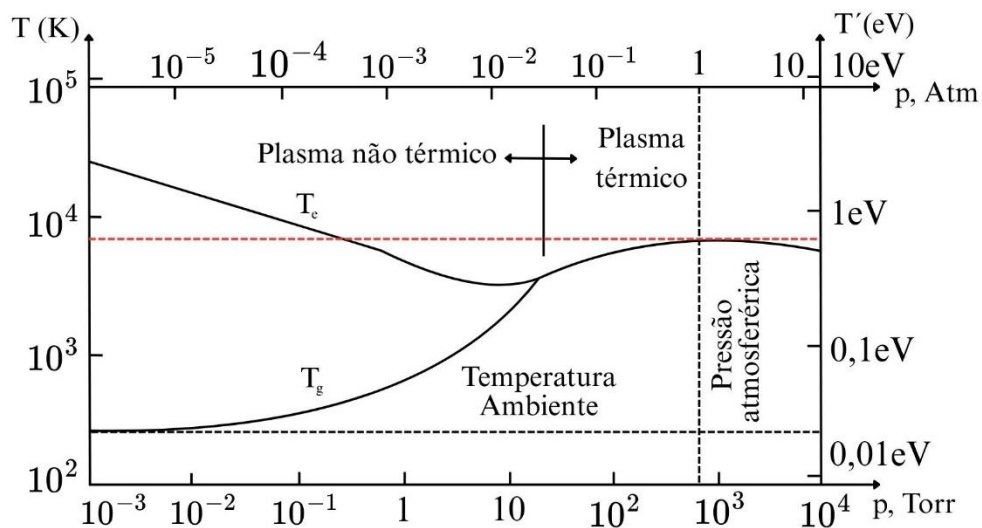


Figura 2.5. Funcionamento do plasma em função da pressão. Adaptado (ROTH, 1995).

Nos plasmas não térmicos, a temperatura dos elétrons é significativamente superior à temperatura do gás, resultado do desacoplamento progressivo entre as populações de elétrons e átomos neutros em baixas pressões, onde a frequência de colisões elétron-neutro é menor. No entanto, em pressões acima de algumas dezenas de torr, essas temperaturas tendem a se igualar, caracterizando o regime térmico.

## 2.5 Tocha de Plasma

O termo "tocha de plasma térmico" (ou *plasmatron*) refere-se a um dispositivo utilizado para converter energia elétrica em térmica (calor) gerando plasmas na faixa de temperatura entre 3.000 e 50.000 K (ZHUKOV; ZASYPKIN, 2007).

Plasma Spray refere-se a tochas de plasma, nas quais um arco elétrico é gerado entre um catodo e um anodo, tipicamente estabilizado por vórtice de gás ou campo magnético no interior da tocha. O gás de trabalho, que pode ou não ser um gás inerte, é superaquecido e ionizado pelo arco elétrico e expelido pelo bocal formando um jato de plasma de alta temperatura e alta velocidade (FAUCHAIS; HEBERLEIN; BOULOS, 2014b). O material de alimentação, na forma de pó ou líquido, é introduzido diretamente no jato de plasma, no caso de injeção radial, ou no interior da tocha, quando for injeção axial, sendo então aquecido e acelerado em direção ao substrato.

As temperaturas na região de aquecimento do pó podem variar de 2.000 e 15.000 °C, superando significativamente o ponto de fusão de qualquer material conhecido. Os processos convencionais de plasma spray são realizados em atmosfera aberta, sendo denominados como aspersão térmica por plasma de arco não transferido (APS), como mencionado anteriormente. O substrato deve ser preaquecido a temperaturas compatíveis com o tipo de material a ser depositado e com as características do próprio substrato, de modo a favorecer a adesão e a qualidade do recobrimento. Para manter essa temperatura dentro de uma faixa adequada durante o processo, podem ser adotadas estratégias como a aplicação de sistemas de resfriamento do substrato.

Sistemas comerciais de plasma spray operam em faixas de potência entre 20 e 200 kW, e as taxas de deposição variam consideravelmente conforme o projeto da tocha, a escolha dos gases, o método de injeção do pó e as propriedades das partículas, como distribuição de tamanho, ponto de fusão, morfologia e densidade aparente (TUCKER, 2013).

A Figura 2.6 ilustra o esquema de funcionamento de dois tipos de tochas: arco transferido e de arco não transferido.

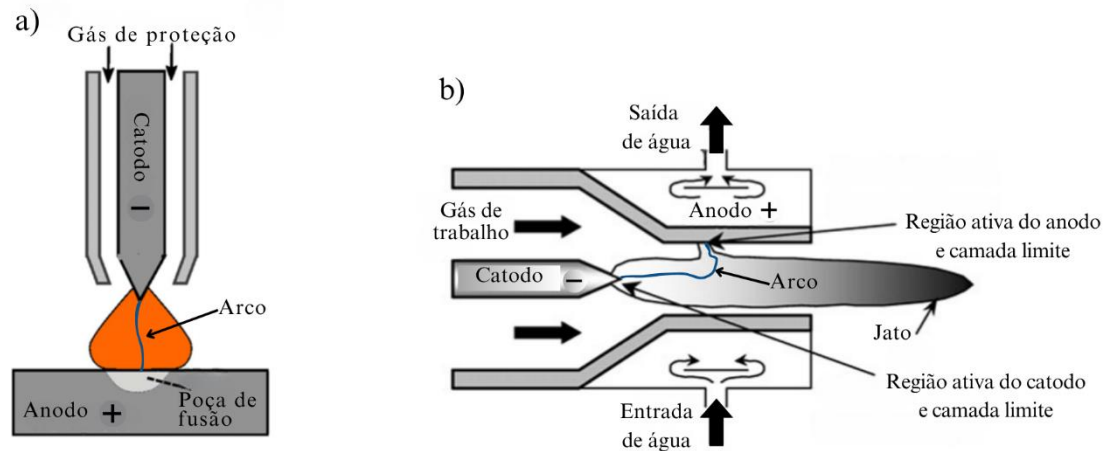


Figura 2.6. Diagrama esquemático de uma tocha de plasma de (a) arco transferido e (b) arco não transferido. Adaptado de (LI; PFENDER; CHEN, 2003; MURPHY; UHRLANDT, 2018).

O processo de arco transferido (Figura 2.4. (a)) baseia-se no estabelecimento de um arco elétrico direto entre o eletrodo e a peça de trabalho, que atua como segundo eletrodo da descarga. Esse arco, de alta densidade de energia, gera temperaturas que podem ultrapassar 20.000 K, promovendo a fusão rápida e localizada do material. O calor é transferido de forma extremamente eficiente para o substrato, com perdas mínimas, sendo principalmente por radiação. A estabilidade do arco é mantida por escoamentos internos do plasma, inicialmente impulsionados por convecção natural em baixas correntes e, em níveis mais altos, por forças eletromagnéticas associadas ao pinçamento do arco. Essa configuração permite um foco preciso da energia, sendo amplamente utilizada em processos como soldagem, corte a plasma, fusão de materiais e tratamento de resíduos (MURPHY; UHRLANDT, 2018).

O processo de arco transferido a plasma (PTA) pode ser empregado como técnica de aspersão térmica para a deposição de recobrimentos metálicos, utilizando pós como material precursor, com alta esfericidade e boa fluidez (ZHANG et al., 2023). A técnica permite a formação de camadas com forte aderência ao substrato, eficiente taxa de deposição, recobrimento com baixa porosidade e microestrutura fina com acabamento superficial liso. No entanto, apresenta algumas limitações, como a exigência de substrato metálico, elevada entrada de calor no substrato, limitações quanto a complexidade geométrica do substrato, à variedade e ao design dos pós utilizados como precursores (BOULOS; FAUCHAIS; PFENDER, 2023).

No caso do processo de arco não transferido, ilustrado na Figura 2.6(b), o processo de deposição do precursor no substrato ocorre da seguinte maneira: durante o aquecimento, o gás é ionizado parcialmente, produzindo um plasma; quando o jato é expelido pelo bocal, moléculas dissociadas de um gás diatômico liberam calor ao se recombinarem; o pó (ou suspensão) é introduzido no plasma, fundido e projetado para o substrato por meio de um fluxo de alta velocidade (LIMA; TREVISAN, 2007).

A Figura 2.7 ilustra um diagrama esquemático do processo de aspersão térmica por plasma atmosférico do tipo arco não transferido.

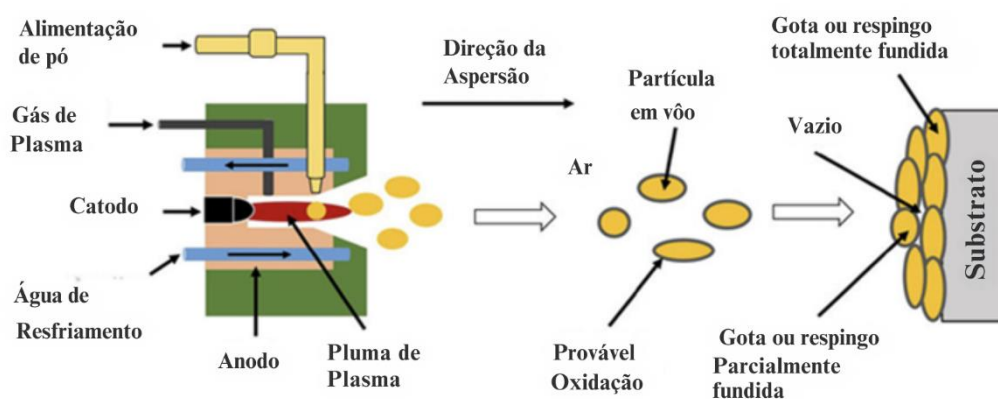


Figura 2.7. Esquema do processo de aspersão por plasma atmosférico (APS), mostrando as etapas desde a formação da pluma de plasma até a deposição das partículas sobre o substrato.

A geometria da parte interna da tocha de plasma, é projetada de tal forma que garanta a manutenção do arco voltaico que rapidamente aquece a mistura gasosa, convertendo-a numa pluma de plasma de alta temperatura. Tipicamente, o material na forma de pó a ser aspergido, é então injetado na pluma de plasma de alta temperatura e alta velocidade, sendo imediatamente fundido e impelido contra a superfície do substrato, gotícula a gotícula até formar a camada desejada do recobrimento (KUMAR et al., 2019).

Em sistemas de deposição por plasma spray, as condições operacionais e do substrato, como temperatura de pré-aquecimento, tempo de exposição e distância do jato de plasma em relação ao substrato, devem ser ajustadas para um melhor controle dos parâmetros de recobrimento, pois todos esses fatores influenciam diretamente nas propriedades a serem obtidas (MIRANDA, 2018). Outro critério fundamental para qualquer processo de aspersão

térmica, é a necessidade da fundição completa das partículas no jato, porém, sem atingir sua vaporização, para que permaneçam fundidas até atingir o substrato (LIMA, 1996).

Os estudos de Fleischauer e Lince (1999) afirmam que filmes de MoS<sub>2</sub> geralmente contêm até 20% de átomos de oxigênio substituindo o enxofre nas redes cristalinas individuais. Esse oxigênio contribui para a oxidação do MoS<sub>2</sub> e influencia o atrito. O oxigênio substitucional bloqueia ou penetra a superfície do plano basal, aumentando ainda mais o atrito, por conta de uma interação mais forte entre as camadas. No entanto, aumentar a porcentagem de oxigênio substitucional diminui o atrito durante o deslizamento, mas esse atrito é sempre maior em comparação com filmes puros de MoS<sub>2</sub>.

## 2.6 Precursores líquidos em Plasma Spray

Na aspersão térmica, a maioria das aplicações utiliza pós, porém, precursores em solução e suspensão passaram a serem empregados recentemente (BOULOS; FAUCHAIS; PFENDER, 2023).

Os pós podem ser injetados em um jato de plasma tanto como uma suspensão em gás transportador quanto em uma suspensão em um líquido, sendo este último, útil para se obter recobrimentos nanoestruturados, pois permite o processamento de partículas muito pequenas (PAWLOWSKI, 2008).

A utilização de uma suspensão coloidal em tocha de plasma já se mostrou eficaz para a formação de recobrimentos, demonstrando que o processo oferece um grande potencial de aplicação na preparação de pós em geral. Essa técnica permite a produção de pós e recobrimentos a partir de suspensões coloidais atomizadas em tochas de plasma. O controle da decomposição do material e a obtenção de recobrimentos de alta pureza e estabilidade são possíveis pela escolha adequada dos parâmetros do spray e da formulação da suspensão, como viscosidade, tensão superficial e razão sólido-líquido. (BOUYER; GITZHOFER; BOULOS, 1997).

No trabalho de Rampon, Filiatre e Bertrand (2008), foi utilizada uma suspensão aquosa como material precursor, ao invés de solventes orgânicos, como o etanol, em uma tocha de plasma do tipo APS. De acordo com os autores, o álcool polivinílico (PVA), adicionado à

suspensão aquosa de zircônia parcialmente estabilizada com ítria (YPSZ), ajustou a viscosidade, além de melhorar a dispersão e a estabilidade da suspensão.

Além da utilização de suspensão aquosa como material precursor, estudos anteriores também adotaram o conceito de precursor híbrido, no qual uma determinada concentração de carga sólida é dispersa em um meio líquido que, além de atuar como veículo de transporte das partículas, desempenha um papel ativo no processo de deposição, participando das reações que resultam na formação do revestimento final (MIRANDA et al., 2020a).

Nesse contexto, a contribuição desse trabalho se fundamenta na aplicação do bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ) como material precursor em suspensão aquosa, utilizando o álcool polivinílico (PVA) como dispersante, com deposição por meio do processo *High Velocity Plasma Spray* (HVPS). A contribuição dessa pesquisa está na combinação específica do precursor  $\text{MoS}_2$  com substrato de Inconel 718. Assim, utilizando métodos e materiais que já tenham sido empregados e estudados em outros contextos, a forma como são integrados neste trabalho contribui para ampliar o conhecimento sobre as condições que favorecem a integridade de recobrimentos à base de lubrificantes sólidos, aspergidos em suspensão aquosa, utilizando PVA como dispersante, empregando a técnica HVPS, sobre substrato de liga Inconel 718.

## **3 Materiais e Métodos**

### **3.1 Aparato experimental**

Os principais componentes do aparato experimental representados na Figura 3.1, permite visualizar a disposição dos equipamentos essenciais para a realização do experimento.

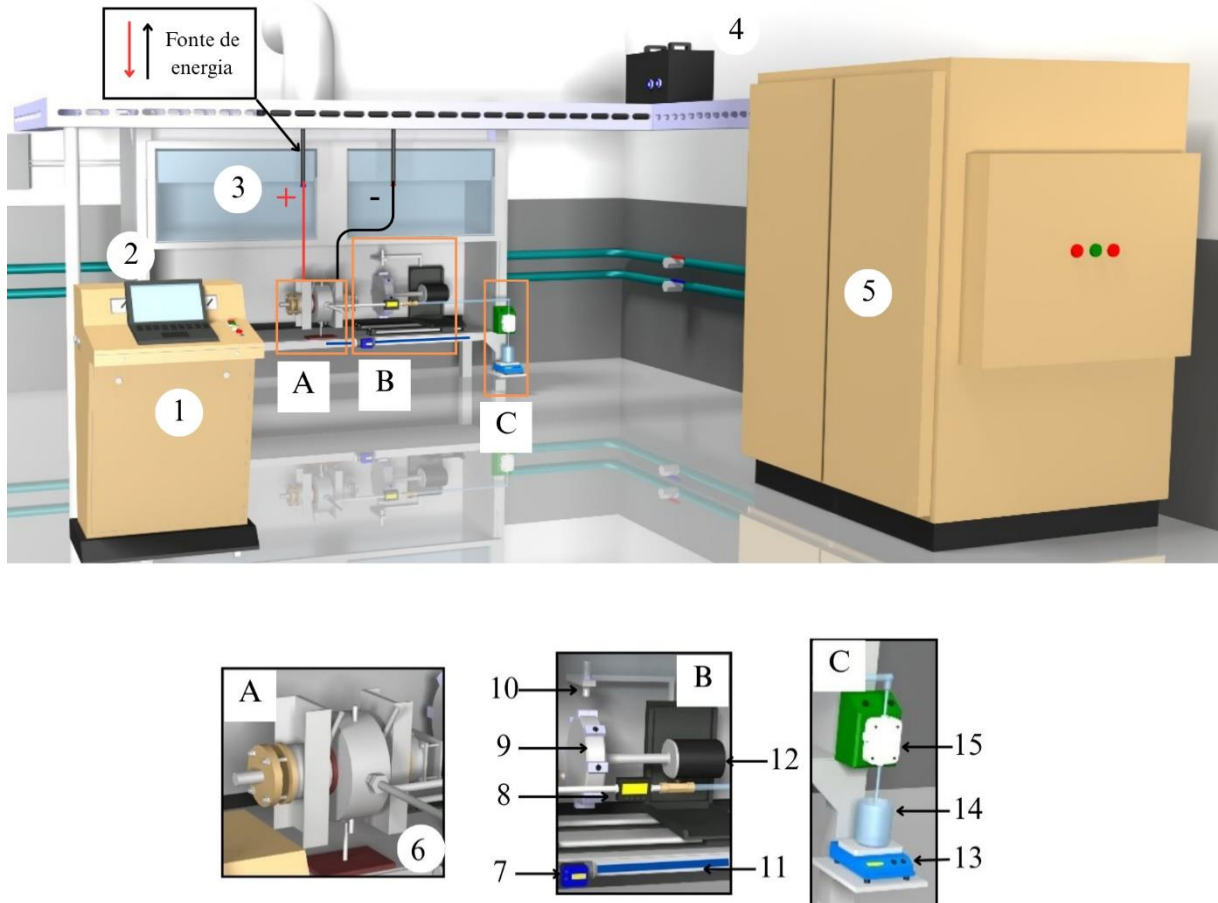


Figura 3.1. Diagrama representativo do sistema HVPS: (1) painel de controle de operação, (2) sistema de controle e aquisição de dados, (3) sistema de exaustão, (4) ignitor de alta frequência, (5) fonte de energia CC, (6) tocha de plasma tipo tandem, (7) medidor de fluxo de refrigeração, (8) válvula agulha e medidor de fluxo da solução, (9) porta amostras, (10) pirômetro, (11) sistema de refrigeração, (12) sistema de controle de movimentação do porta amostras, (13) agitador magnético, (14) recipiente do precursor e (15) bomba peristáltica.

A geração do jato de plasma e sua aplicação no processo de aspersão térmica dependem da integração e funcionamento coordenado dos componentes do sistema. Entre eles, a tocha de plasma desempenha papel central por criar as condições termodinâmicas necessárias para fundir e projetar o material precursor. A seguir, é apresentada a tocha utilizada neste trabalho, com foco em sua geometria, parâmetros operacionais e particularidades construtivas que influenciam diretamente o desempenho do recobrimento obtido.

### 3.2 Tocha de plasma tipo Tandem

A tocha de plasma térmico utilizada nesse trabalho é do tipo arco não transferido e foi desenvolvida no Laboratório de Plasmas e Processos, pertencente ao Departamento de Física do ITA.

A tocha opera utilizando nitrogênio como gás de trabalho em vazões que variam de 150 a 450 L/min. De acordo com trabalhos anteriores, o jato de plasma gerado atinge temperaturas na faixa de 2000 a 6000 K e apresenta velocidade supersônica na faixa de 1200 a 1600 m/s (CALIARI, 2016; MIRANDA, 2018). Durante a operação, a tocha funciona com correntes ajustáveis de 55 a 135 A e tensão entre 240 e 360 V, dependendo das condições do processo analisado. Diferente das tochas convencionais, essa configuração possui uma configuração não linear, no qual o arco elétrico entre os eletrodos se alinha perpendicularmente ao eixo de expansão do jato de plasma (MIRANDA, 2018).

A Figura 3.2 representa a estrutura geral da tocha de plasma, composta por três seções principais: parte central, catodo e anodo. A parte central abriga duas câmaras de vórtices separadas por uma câmara de mistura além de concentrar as entradas para o gás de trabalho, o material precursor e o bocal de saída do jato de plasma, como ilustrado na Figura 3.3.

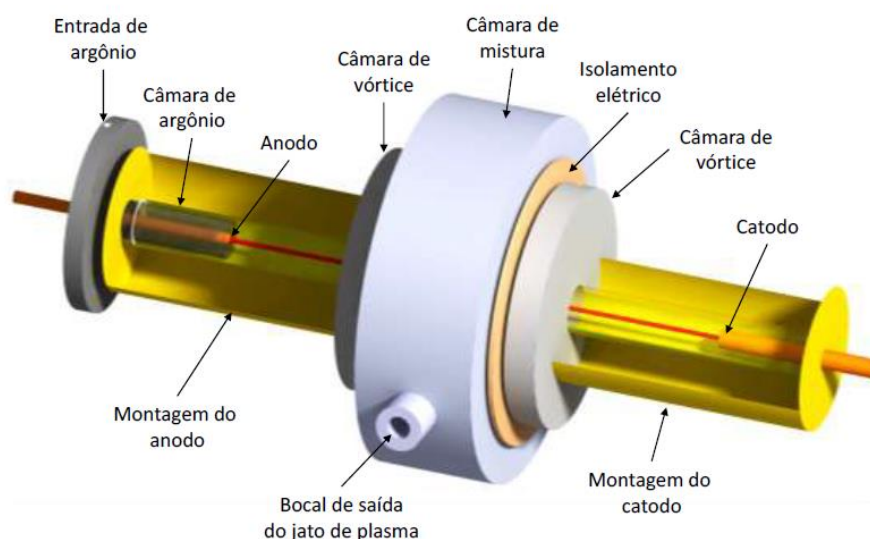


Figura 3.2. Representação gráfica mostrando os principais componentes da tocha de plasma térmico tipo Tandem de arco não transferido (CALIARI, 2016).

O anodo é constituído por um tarugo de cobre instalado em uma câmara de latão com atmosfera de argônio, cuja finalidade principal é minimizar a erosão do eletrodo, ou seja, funciona como um gás de proteção.

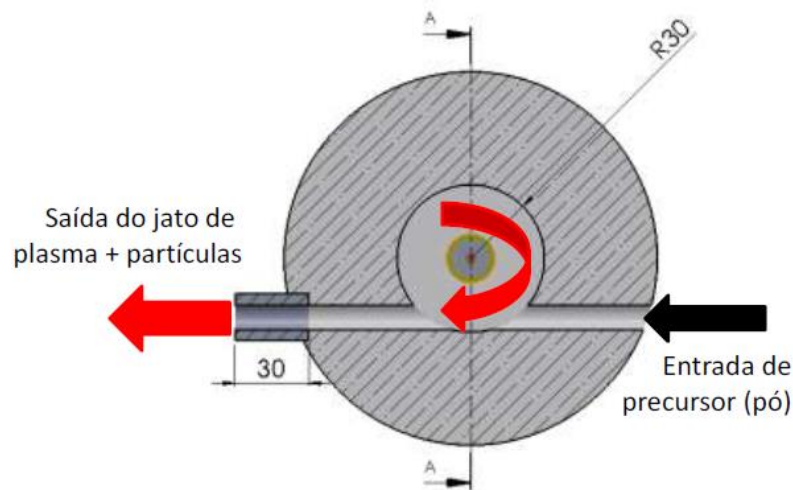


Figura 3.3. Corte longitudinal ilustrando a entrada do material precursor e o bocal de saída do jato de plasma com as partículas (CALIARI, 2016).

A seção da parte central (Figura 3.3) ilustra o funcionamento dessa região. O plasma atinge o fluxo do material precursor, promovendo a interação entre ambos antes de se expandir pelo bocal de saída, que se encontra orientado de forma tangencial em relação ao movimento rotacional do gás. Dessa forma, o arco elétrico se mantém ao longo do eixo dos eletrodos, enquanto a pluma de plasma se projeta pelo bocal em direção perpendicular ao eixo da câmara, sem adquirir rotação.

O catodo, mostrado na Figura 3.4, consiste em um eletrodo de cobre com inserção de háfnio, desenvolvido com a possibilidade de ajuste axial em relação ao anodo. Essa característica permite controlar o comprimento do arco elétrico e, por consequência, a potência gerada pela tocha.

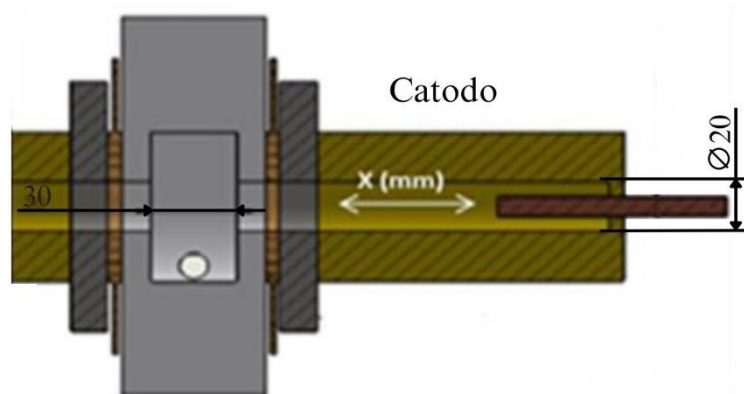


Figura 3.4. Ilustração da tocha mostrando a regulagem da distância do catodo (MIRANDA, 2018).

Além das condições operacionais do sistema, o desempenho do processo de deposição também depende das características físico-químicas do material precursor. Nesse contexto, a próxima seção apresenta as propriedades do pó de bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ) utilizado neste estudo, incluindo dados de pureza, granulometria e densidade, essenciais para a compreensão do comportamento do material durante a aspersão térmica.

### 3.3 Propriedades físicas, químicas e granulometria do pó precursor

Para a realização deste trabalho, foi utilizado o pó micronizado de bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ), da empresa RadMax, com pureza mínima de 98%, conforme informado pelo fabricante. Diante da ausência de uma ficha técnica detalhada por parte da RadMax, as propriedades físico-químicas do material foram complementadas com dados típicos fornecidos por outros fabricantes consolidados no mercado, como Dinâmica e Sigma-Aldrich. Dessa forma, foram adotados como referência os valores médios reportados na literatura e em bancos de dados confiáveis, visando garantir uma referência adequada do material utilizado neste estudo.

Tabela 3.1. Características do pó de bissulfeto de molibdênio

Elemento	Pureza (mínima)	Tamanho da partícula (D50)	Densidade	Ponto de fusão
-	%	$\mu\text{m}$	$\text{g/cm}^3$	$^{\circ}\text{C}$
$\text{MoS}_2$	98	6-40	5,06	1185

Para o cálculo do diâmetro equivalente por área ( $d_{eq}$ ) foi utilizada a fórmula recomendada pela norma ISO 13322-1:2014 (2014), definida como o diâmetro de um círculo com área equivalente à área projetada da partícula (diâmetro de Feret):

$$d_{eq} = \sqrt{\frac{4A_i}{\pi}} \quad (1)$$

onde  $A_i$  representa a área da  $i$ -ésima partícula. Esse parâmetro foi escolhido por sua adequação na caracterização de partículas de geometria irregular e por ser padronizado em métodos de análise de imagem.

Com base nos valores de  $d_{eq}$  obtidos para cada partícula, foi construída a distribuição cumulativa de frequência por número de partículas e por volume de partículas. Sendo, no segundo caso, utilizado a seguinte fórmula:

$$V_i = \frac{\pi(d_{eq})^3}{6} \quad (2)$$

### 3.4 Análise química e preparação do substrato

#### 3.4.1 Composição química da barra de liga Inconel

Este estudo empregou a liga Inconel 718 como substrato para a deposição de bissulfeto de molibdênio por plasma spray. O material foi obtido como doação da Petrobras na forma de uma barra cilíndrica com 25 mm de diâmetro e 180 mm de comprimento.

A caracterização da composição química foi realizada por análise EDS, aplicada em duas amostras seccionadas da barra por meio de disco de corte por abrasão a úmido. Foi feita a preparação metalográfica convencional, sem a necessidade de embutimento, utilizando lixamento progressivo em lixadeira rotativa com lixas de carbetto de silício (SiC) nas granulações 220, 320, 400, 600 e 1200. A limpeza final foi realizada em banho ultrassônico em solução de água e sabão neutro, seguida por álcool isopropílico e acetona. Esse procedimento foi seguido de acordo com a norma ASTM E3-11(2017).

A Tabela 3.2 apresenta os valores médios das concentrações dos principais elementos químicos obtidos por EDS, com base em três medições realizadas para cada amostra, bem como

as respectivas incertezas associadas, determinadas a partir dos parâmetros fornecidos pelo software do equipamento.

Tabela 3.2. Composição química da barra cilíndrica Inconel 718 fornecida pela Petrobras como material a ser utilizado como substrato. Os valores apresentam porcentagens em massa dos elementos e respectivas incertezas em valores absolutos.

<b>Elemento</b>	<b>%</b>	<b><math>\sigma</math></b>
<b>Ni</b>	52,5	$\pm 0,3$
<b>Cr</b>	18,4	$\pm 0,1$
<b>Fe</b>	18,7	$\pm 0,2$
<b>Nb</b>	5,4	$\pm 0,2$
<b>Mo</b>	3,4	$\pm 0,3$
<b>Ti</b>	1,0	$\pm 0,1$
<b>Al</b>	0,7	$\pm 0,1$

Os resultados permitiram determinar a composição elementar predominante na amostra, evidenciando percentuais compatíveis com aqueles reportados na literatura para a liga Inconel 718 (DAVIS, 2000; SPECIAL METALS CORPORATION, 2007).

### 3.4.2 Corte da amostra

A barra foi seccionada transversalmente ao longo do eixo de comprimento e posteriormente foram realizados cortes laterais com 4 mm de espessura, resultando em 38 amostras em formato de semicírculo e área superficial de aproximadamente de 245,4 mm<sup>2</sup>.

Devido à sua elevada dureza e resistência, os cortes foram realizados por eletroerosão a fio (EDM) no Instituto de Estudos Avançados - IEAv. Esse processo foi escolhido por ser amplamente utilizado na fabricação de peças em materiais de difícil usinabilidade e por proporcionar um acabamento superficial livre de marcas de avanço ou direcionalidade (FULLER, 1989), garantindo maior precisão dimensional e qualidade na superfície das amostras.

### 3.4.3 Jateamento abrasivo

Para a remoção de camadas orgânicas e inorgânicas da superfície dos substratos, foi utilizada a técnica de jateamento, utilizando microesferas de vidro como partículas de material abrasivo. O procedimento foi realizado no Instituto de Aeronáutica e Espaço - IAE, em uma jateadora da fabricante Brumar Equipamentos, que possui uma pressão de trabalho de 10 bar, consumo de granalha de 14 m<sup>3</sup>h e injetor de ar com diâmetro de 2,5 mm. Após a limpeza mecânica, os resíduos da superfície foram limpos com jato de ar comprimido e pincel.

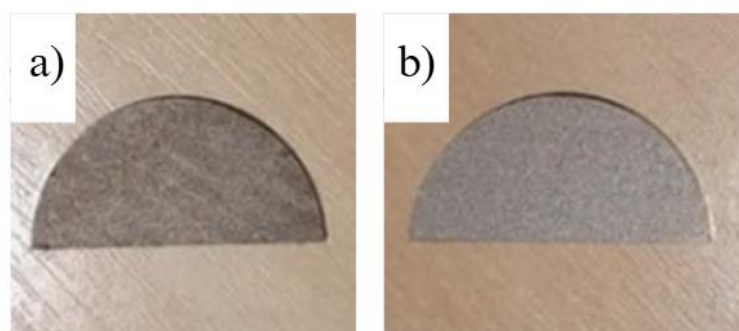


Figura 3.5. Imagem de dois substratos utilizados no experimento.

A Figura 3.5 tem a imagem do (a) substrato que não passou pelo processo de jateamento, denominado como SUB-1, e (b) do substrato que foi jateado, denominado como SUB-2.

Abrasivos secos são comumente empregados na remoção de impurezas, incrustações e óxidos. O processo consiste em direcionar um jato de ar comprimido contendo partículas abrasivas, por meio de um bico, para a superfície da peça a ser tratada. Embora semelhante ao jateamento com granalha, essa técnica não é recomendada para modificação da rugosidade, pois os contaminantes presentes no abrasivo podem comprometer a limpeza e poluir a superfície preparada (FAUCHAIS; HEBERLEIN; BOULOS, 2014c).

Desse modo, optou-se por realizar apenas o processo de jateamento abrasivo como método de limpeza com o propósito de comparar os resultados com uma amostra que não passou por nenhum tipo de tratamento prévio. A partir disso, foi possível realizar a análise e as comparações dos elementos presentes após o recobrimento em ambas as condições.

### 3.5 Preparação da suspensão precursora

A quantidade de MoS<sub>2</sub> utilizada na preparação da suspensão foi medida com o auxílio de uma balança analítica. Em seguida, foi pesada a massa correspondente de álcool polivinílico (PVA) da marca Neon, um polímero solúvel em água amplamente empregado como agente dispersante ou estabilizante em diversas aplicações, incluindo a formulação de suspensões coloidais e emulsões (ABDOLLAHI; RAISSI; FARZAD, 2024). A adição de dispersantes é fundamental para promover forças repulsivas entre as partículas, superando as forças atrativas e, assim, inibindo a sedimentação e a segregação de fases. Esse mecanismo favorece a obtenção de suspensões homogêneas, mesmo em formulações com altas concentrações de sólidos, principalmente para substâncias que não são solúveis em água, como no caso do MoS<sub>2</sub>.

As quantidades pesadas foram adicionadas em um béquer graduado com 500 mL de água deionizada, submetido a um agitador magnético com rotação de 1200 rpm à uma temperatura de 80 °C. A Tabela 3.3 apresenta as respectivas quantidades de MoS<sub>2</sub>, equivalente a 20% da massa de água, álcool polivinílico (6% da massa total) e água deionizada utilizadas na preparação da suspensão.

Tabela 3.3. Massa e volume dos componentes utilizados na formulação da suspensão.

<b>MoS<sub>2</sub></b>	<b>PVA</b>	<b>Água deionizada</b>
<b>mg</b>	<b>mg</b>	<b>mL</b>
100	36	500

O método de preparo da suspensão é apresentado na Figura 3.6 no formato de diagrama de blocos.

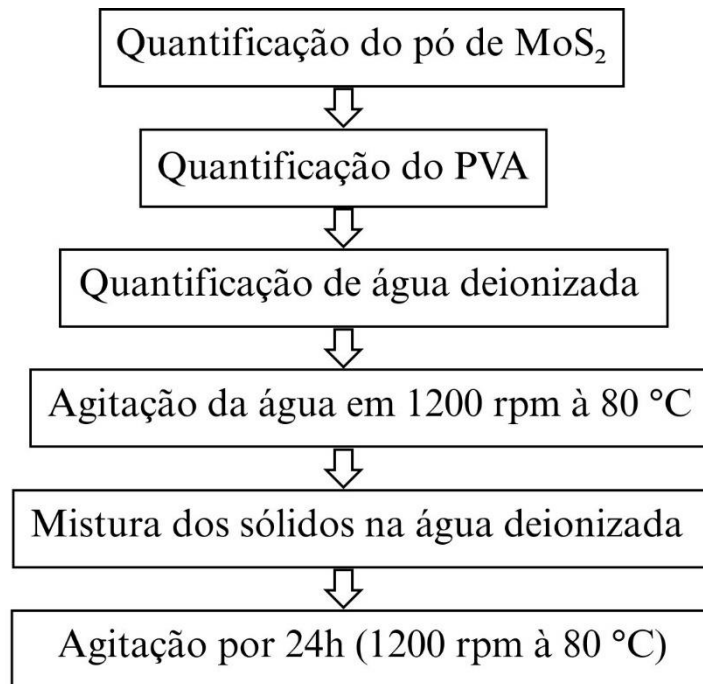


Figura 3.6. Diagrama de blocos da preparação da suspensão precursora de MoS<sub>2</sub>.

A utilização de PVA como dispersante foi fundamentada no estudo de Ultramari Junior (2024), o qual demonstrou sua eficácia na estabilização de suspensões precursoras em proporções semelhantes às adotadas neste trabalho.

### 3.6 Parâmetros operacionais da tocha

São apresentados na Tabela 3.4 os parâmetros operacionais utilizados para a deposição da suspensão precursora no substrato.

Tabela 3.4. Parâmetros operacionais da tocha no processo de deposição.

$d_{sb}$	$t$	$U$	$I$	$rot$	$d_{sp}$	$T_p$	$Q_N$	$Q_{Ar}$
cm	min	V	A	rpm	cm	°C	L/min	L/min
13	5	280	130	80	12	200	250	23

A Tabela acima apresenta os valores da distância entre o substrato e o bocal ( $d_{sb}$ ), o tempo de deposição ( $t$ ), a tensão ( $U$ ), a corrente ( $I$ ), a rotação do porta amostras ( $rot$ ), a distância entre o substrato e o pirômetro ( $d_{sp}$ ), a temperatura de pré-aquecimento das amostras ( $T_p$ ), vazão do gás de trabalho de nitrogênio, ( $Q_N$ ) e a vazão do gás de proteção de argônio ( $Q_{Ar}$ ).

Esses parâmetros foram definidos com base em trabalhos anteriores (MIRANDA, 2018; ULTRAMARI JUNIOR, 2024).

### **3.7 Perfilometria de contato**

As características da rugosidade da superfície dos substratos foram determinadas por meio de perfilometria de contato em análise tridimensional (3D), conforme os critérios estabelecidos pela norma ISO 25178-2 (2012). Foram avaliados os seguintes indicadores: rugosidade média aritmética ( $S_a$ ), rugosidade quadrática média ( $S_q$ ), amplitude máxima ( $S_z$ ), correspondente à soma da altura do pico mais elevado com a profundidade do vale mais profundo, e a curtose ( $S_{ku}$ ), que indica a concentração de picos e vales em relação à média da superfície.

As medições foram realizadas pelo perfilômetro KLA Tencor P-7, com os seguintes parâmetros operacionais: velocidade de varredura de 100  $\mu\text{m/s}$ , frequência de 200 Hz, força aplicada de 1 mg, resolução de 327  $\mu\text{m}/0,1953 \text{ \AA}$  em uma área de 500  $\mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$ .

Após a deposição do recobrimento, o mesmo procedimento foi repetido para caracterizar a rugosidade dos recobrimentos de  $\text{MoS}_2$ , permitindo a comparação das alterações na topografia superficial entre diferentes condições.

Para medir a espessura do recobrimento, de acordo com a norma ISO 2808 (2019), método 4C, os parâmetros operacionais utilizados nessa etapa foram de 50  $\mu\text{m/s}$  para a velocidade de varredura, 200 Hz de frequência, 1 mg de força aplicada e 327  $\mu\text{m}/0,1953 \text{ \AA}$  de resolução.

### **3.8 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raio X (EDS)**

A análise da distribuição dos elementos químicos e as características microestruturais dos substratos, recobrimentos e do pó precursor foram realizadas utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da fabricante Tescan, modelo Vega 3 XMU, pertencente ao Departamento de Materiais e Processos do ITA, equipado com um sistema de Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS).

### 3.9 Difração de raio X

A identificação das estruturas atômicas e das fases cristalinas dos recobrimentos, bem como do pó precursor, foi realizada por difratometria de raios X (DRX), empregando o equipamento Panalytical, modelo Empyrean, com tubo de cobre (Cu-K $\alpha$ ,  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ) como fonte de radiação. As análises foram conduzidas no Laboratório de Plasmas e Processos (LPP) do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA).

Antes da análise, uma amostra de 0,516 g foi mantida em estufa a 80 °C por 24 horas, acondicionada em uma placa de Petri de vidro coberta com gaze, com o objetivo de evitar contaminações externas sem impedir a evaporação de componentes voláteis. Ao final do período, observou-se uma perda de massa de 0,011 g, correspondente a aproximadamente 2,2% da massa inicial.

Os difratogramas foram obtidos com tensão de 40 kV, corrente de 40 mA, passo angular de 0,013°, varredura na faixa de  $2\theta$  de 5° a 100° e tempo de aquisição de 15 segundos por passo.

Ressalta-se que a técnica de DRX apresenta limitações, como a menor sensibilidade para detecção de fases amorfas ou semicristalinas de MoS<sub>2</sub> e óxidos não estequiométricos formados durante o processo térmico. Além disso, fases presentes em baixa concentração, como óxidos metálicos formados por migração de elementos do substrato de Inconel 718 (tais como Fe, Ni e Cr), ou subprodutos sulfurados e carbonáceos provenientes da decomposição do precursor, podem não ser evidenciadas nos difratogramas devido à baixa intensidade dos sinais gerados ou sobreposição com picos majoritários.

### 3.10 Análise termogravimétrica e DSC

A variação de massa em função da temperatura do pó precursor de bissulfeto de molibdênio foi analisada por termogravimetria (TGA), enquanto as transições térmicas foram avaliadas por calorimetria exploratória diferencial (DSC) com fluxo de calor. Ambas as análises foram realizadas simultaneamente no equipamento Netzsch STA 449 Jupiter, pertencente ao Laboratório de Plasmas e Processos (LPP) do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA).

Antes do ensaio, uma amostra de 6 mg foi mantida em estufa a 80 °C por 24 horas, acondicionada em uma placa de Petri de vidro. Após esse período, registrou-se uma perda de massa de pouco mais de 1 mg, equivalente a aproximadamente 2% da massa inicial.

Para a análise TGA-DSC, uma amostra de 1,4 g foi aquecida a uma taxa de 10 °C/min, atingindo a temperatura de 1000 °C sob atmosfera dinâmica de ar sintético com vazão de 40 ml/min.

### **3.11 Espectroscopia de espalhamento Raman**

A caracterização da estrutura e da composição química dos recobrimentos, do pó precursor e do pó resultante da análise térmica TGA-DSC foi realizada por espectroscopia Raman, utilizando o equipamento Horiba, modelo Odyssey, instalado no Laboratório de Plasmas e Processos (LPP) do Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA).

Os espectros foram obtidos com um comprimento de onda de 532 nm, lente de 50x e potência de laser ajustada para 5%, sendo coletadas cinco acumulações com um tempo de aquisição de 10 segundos. Esses mesmos parâmetros foram aplicados em todas as amostras, tanto nos recobrimentos quanto nos pós de bissulfeto de molibdênio em estado natural e aquecido a 1000 °C.

## **4 Resultados e Discussão**

Neste capítulo são apresentadas as análises realizadas no pó precursor ( $\text{MoS}_2$ ), nos substratos (SUB-1 e SUB-2) e nos recobrimentos (RE-1 e RE-2). O substrato identificado como SUB-1 foi utilizado tal como recebido após o corte por eletroerosão, ou seja, sem tratamento superficial prévio, sendo denominado RE-1 após a deposição do recobrimento. Já o substrato SUB-2, foi submetido a limpeza mecânica realizada por jateamento com microesferas de vidro e, posteriormente, após a deposição do recobrimento, passou a ser identificado como RE-2.

## 4.1 Caracterização do pó precursor

### 4.1.1 Composição química

Os elementos químicos presentes no pó precursor foram obtidos por EDS, e os valores, expressos em porcentagem de massa estão apresentados na Tabela 4.1. Os elementos majoritários identificados foram molibdênio e oxigênio, seguidos por enxofre. Além desses elementos principais, foram identificadas impurezas menores, como silício, magnésio, alumínio, ferro, potássio e cálcio.

Tabela 4.1. Composição química do pó de bissulfeto de molibdênio em porcentagens em massa dos elementos e respectivas incertezas em valores absolutos.

<b>Elemento</b>	<b>%</b>	<b><math>\sigma</math></b>
<b>Mo</b>	34,2	$\pm 0,1$
<b>S</b>	22,3	$\pm 0,5$
<b>Outros</b>	43,5	$\pm 0,7$

Esses elementos podem estar associados a contaminantes oriundos do processo de obtenção e síntese do  $\text{MoS}_2$ , visto que o fabricante garante pureza mínima de apenas 98%. Especificamente, os picos característicos do enxofre (2,307 keV) e do molibdênio (2,293 keV) estão separados por apenas 14 eV, o que dificulta a resolução entre eles e compromete a acurácia da quantificação do enxofre, representando um desafio relevante para a análise espectral (GOLDSTEIN et al., 2018).

### 4.1.2 Mapa composicional

Foi feita a análise da distribuição elementar do pó de bissulfeto de molibdênio pela técnica EDS. A Figura 4.1 apresenta as imagens para os principais elementos em porcentagem de concentração em massa: molibdênio e enxofre. Observa-se uma distribuição relativamente homogênea de molibdênio e enxofre ao longo da amostra, o que está de acordo com a composição esperada do  $\text{MoS}_2$ .

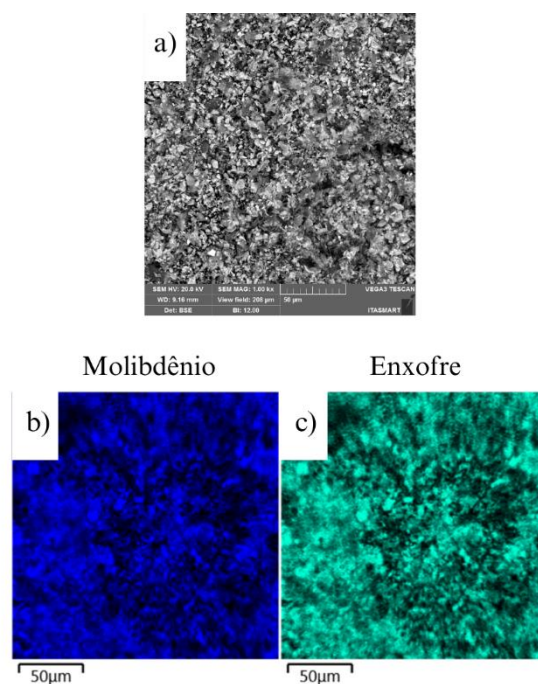


Figura 4.1. Mapa de distribuição dos elementos a partir da (a) micrografia com magnificação de 1.000x, evidenciando a presença de (b) molibdênio e (c) enxofre, obtidos pela análise EDS.

#### 4.1.3 TGA e DSC

Para avaliar a estabilidade térmica do pó precursor de bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ), bem como identificar a perda de massa e transformações físico-químicas em função da temperatura, foram realizadas as análises: termogravimétrica (TGA) e de calorimetria exploratória diferencial (DSC). Essas caracterizações permitiram identificar as transformações e oxidações que o  $\text{MoS}_2$  pode sofrer em temperaturas elevadas, como as alcançadas durante o processo de deposição por plasma spray.

A Figura 4.2 apresenta a análise combinada de Termogravimetria (TGA) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) do pó de bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ), permitindo a identificação de eventos térmicos associados à variação de massa e às transições endotérmicas e exotérmicas do material durante o aquecimento.

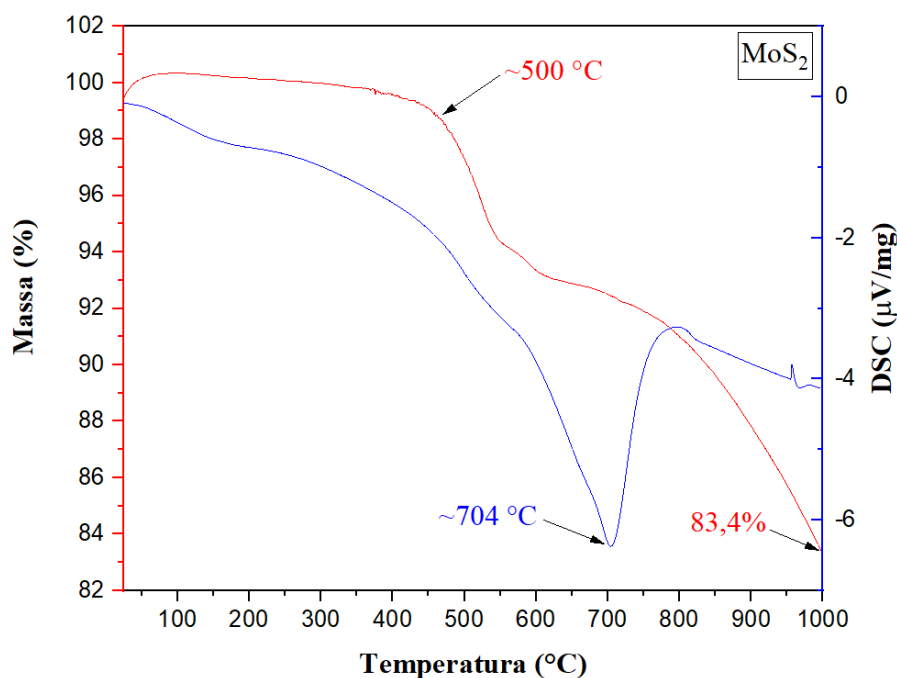
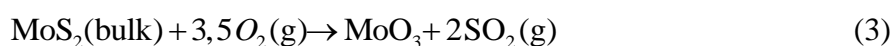


Figura 4.2. Curva termogravimétrica e calorimétrica do pó MoS<sub>2</sub>.

A curva TGA (em vermelho) mostra que o MoS<sub>2</sub> apresenta estabilidade térmica até aproximadamente 500 °C, com variações desprezíveis de massa. A partir dessa temperatura, observa-se uma acentuada perda de massa, atingindo cerca de 83,4% da massa original ao final da análise (a 1.000 °C). Nesse processo de oxidação temos a eliminação de elementos voláteis como dióxido de enxofre (SO<sub>2</sub>), principalmente, e de monóxido de enxofre SO.

O trabalho de Zhu e Kamali (2023) descrevem o evento exotérmico observado na faixa de 402-524 °C da reação do MoS<sub>2</sub> em uma análise TGA/DSC da seguinte maneira:



Isso indica que ocorre uma transformação exotérmica e termodinamicamente espontânea, resultando na formação de trióxido de molibdênio (MoO<sub>3</sub>) na fase sólida e na liberação de dióxido de enxofre (SO<sub>2</sub>) na fase gasosa, o que justifica a perda de massa observada em torno de 500 °C. O mesmo estudo destaca que, a partir da temperatura de 820 °C, ocorre a formação de MoO<sub>3</sub> em sua forma pura, caracterizado por apresentar defeitos cristalinos em sua estrutura.

Simultaneamente, a curva DSC (em azul) revela dois eventos endotérmicos distintos. O primeiro, em torno de 500 °C, coincide com o início da degradação observada na curva TGA, indicando uma possível transição térmica associada à oxidação inicial do material. O segundo evento endotérmico mais acentuado ocorre próximo a 704 °C, sugerindo uma etapa adicional de decomposição ou transformação estrutural relevante do MoS<sub>2</sub>, como a volatilização de produtos de oxidação.

De acordo com Ionashiro (2004), uma maneira precisa de determinar as temperaturas correspondentes ao início da decomposição e ao ponto de máxima velocidade de reação é por meio da análise da termogravimetria derivada (DTG), ou seja, a derivada da variação de massa em relação ao tempo em função da temperatura. A expressão matemática para a curva DTG é dada por:

$$\frac{dm}{dt} = f(T) \quad (4)$$

A Figura 4.3 exibe a análise da taxa de variação da massa (DTG, em vermelho) e o fluxo de calor (DSC, em azul) em função da temperatura. A curva DTG fornece informações mais precisas sobre a cinética de degradação térmica, permitindo identificar com exatidão os picos de máxima perda de massa.

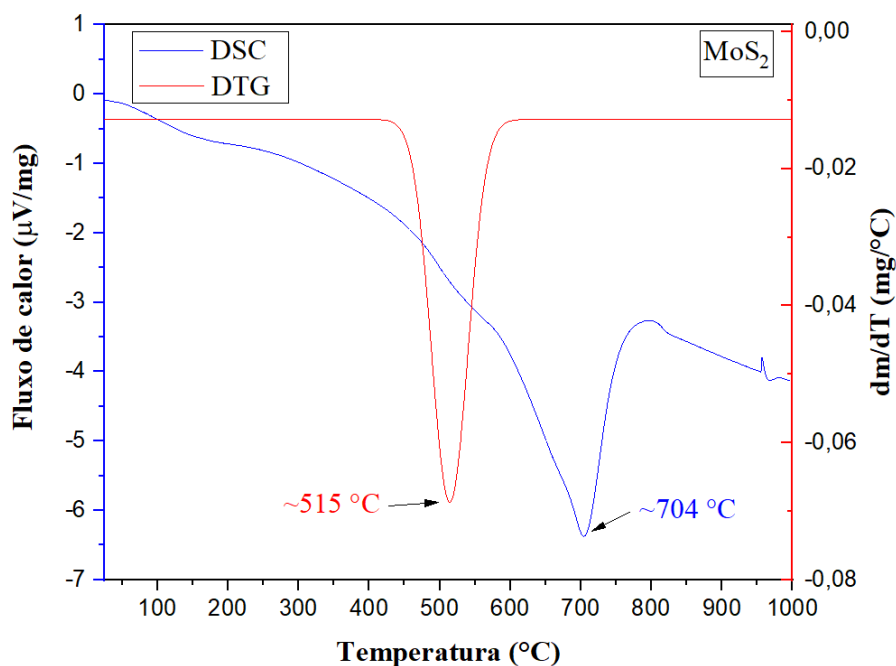


Figura 4.3. Curva de DSC e da termogravimetria derivada (DTG)

Observa-se um pico pronunciado de degradação térmica em aproximadamente 515 °C, confirmando que esse é o ponto de maior perda de massa observada na análise TGA. A presença desse pico reforça a hipótese de que a oxidação do MoS<sub>2</sub> ocorre de forma acentuada nessa faixa de temperatura.

A análise conjunta das curvas TGA, DSC e DTG permite concluir que o pó de MoS<sub>2</sub> apresenta estabilidade térmica até aproximadamente 500 °C, sendo essa a faixa ideal para seu uso em aplicações que envolvem aquecimento controlado. Acima desta temperatura, o material sofre oxidação progressiva, com eventos térmicos evidenciados a 515 °C (máxima taxa de degradação) e 704 °C (evento endotérmico intenso), que indicam transformação química significativa, como a conversão em MoO<sub>3</sub> ou também outras fases oxidadas.

#### 4.1.4 Raman do pó precursor de MoS<sub>2</sub>

A Figura 4.4 apresenta o espectro Raman do pó precursor de MoS<sub>2</sub>, evidenciando dois picos característicos deste composto.

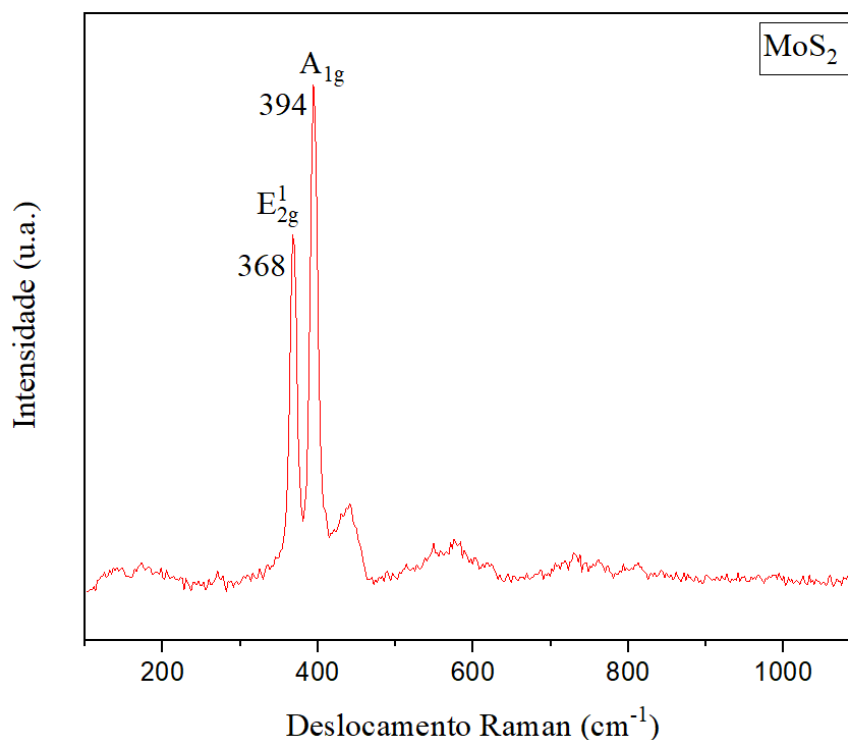


Figura 4.4. Espectro Raman do pó precursor de bissulfeto de molibdênio evidenciando os picos de maior intensidade com seus respectivos modos vibracionais.

O primeiro pico, localizado em aproximadamente  $368\text{ cm}^{-1}$ , corresponde ao modo vibracional  $E_{2g}^1$ , associado à vibração no plano dos átomos de molibdênio e enxofre. Já o segundo pico, mais intenso, aparece em torno de  $394\text{ cm}^{-1}$  e é atribuído ao modo  $A_{1g}$ , relacionado à vibração fora do plano dos átomos de enxofre (SATHIYAN et al., 2015). A presença clara desses dois modos confirma a identidade do material como  $\text{MoS}_2$  com estrutura cristalina hexagonal tipo 2H, comum em materiais com empilhamento em camadas. Além disso, a separação entre os picos está de acordo com o esperado para o  $\text{MoS}_2$  em fase semicristalina, indicando boa qualidade estrutural do pó precursor.

A Figura 4.5 apresenta o espectro Raman do pó precursor após a análise TGA.

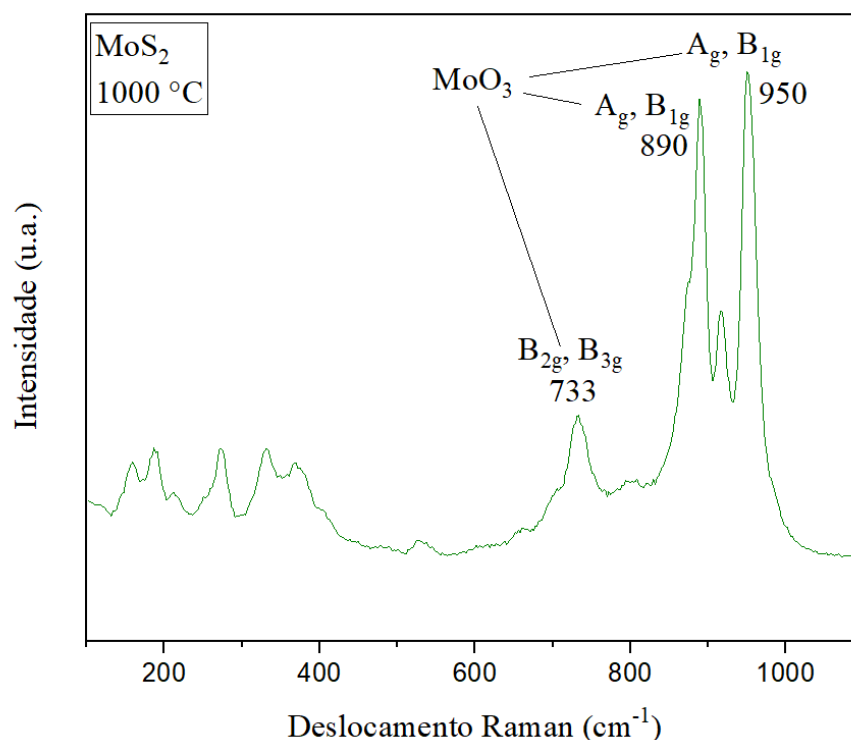


Figura 4.5. Espectro Raman do pó precursor de bissulfeto de molibdênio após aquecido à temperatura de 1000 °C evidenciando os picos característicos do  $\text{MoO}_3$  e seus respectivos modos vibracionais, evidenciando a oxidação completa do material.

Observa-se a ausência dos modos vibracionais característicos do  $\text{MoS}_2$ , normalmente localizados próximos a  $383 \text{ cm}^{-1}$  (modo  $E_{2g}^1$ ) e  $408 \text{ cm}^{-1}$  (modo  $A_{1g}$ ), indicando a degradação completa da fase original do material.

No entanto, é possível observar o aparecimento de bandas de espalhamento intensas nos deslocamentos Raman de  $733$ ,  $890$  e  $950 \text{ cm}^{-1}$ , atribuídas aos modos vibracionais do trióxido de molibdênio ( $\text{MoO}_3$ ). O trabalho de Windom, Sawyer e Hahn (2011), nos permite concluir que a banda em  $\sim 950 \text{ cm}^{-1}$  corresponde ao modo de estiramento terminal  $\text{Mo}=\text{O}$ , enquanto os picos em  $\sim 890$  e  $\sim 733 \text{ cm}^{-1}$  estão associados aos modos de estiramento assimétrico e simétrico das ligações  $\text{Mo}-\text{O}-\text{Mo}$  da estrutura octaédrica do  $\text{MoO}_3$ .

A presença predominante dessas bandas indica que o  $\text{MoS}_2$  foi totalmente oxidado durante o aquecimento a  $1000 \text{ °C}$ , resultando na formação de  $\text{MoO}_3$  como fase final. Esse comportamento corrobora os dados termogravimétricos discutidos anteriormente, nos quais uma perda significativa de massa foi observada a partir de  $500 \text{ °C}$ , e reforça que, a temperaturas

elevadas, acima de 820 °C, o processo de oxidação do MoS<sub>2</sub> se completa com a substituição total dos átomos de enxofre por oxigênio e a consequente eliminação dos produtos voláteis SO<sub>2</sub> e SO.

#### 4.1.5 Análise morfológica

As análises morfológicas do pó de MoS<sub>2</sub> são apresentadas na Figura 4.6, reunindo fotografia micrografias obtidas por MEV com diferentes ampliações. A imagem (a), em escala macroscópica, mostra o material em sua forma bruta, evidenciando um pó de coloração escura com aspecto fino. A distribuição visual das partículas sugere a presença de uma ampla faixa granulométrica, com partículas de diferentes tamanhos e tendência à formação de aglomerados.

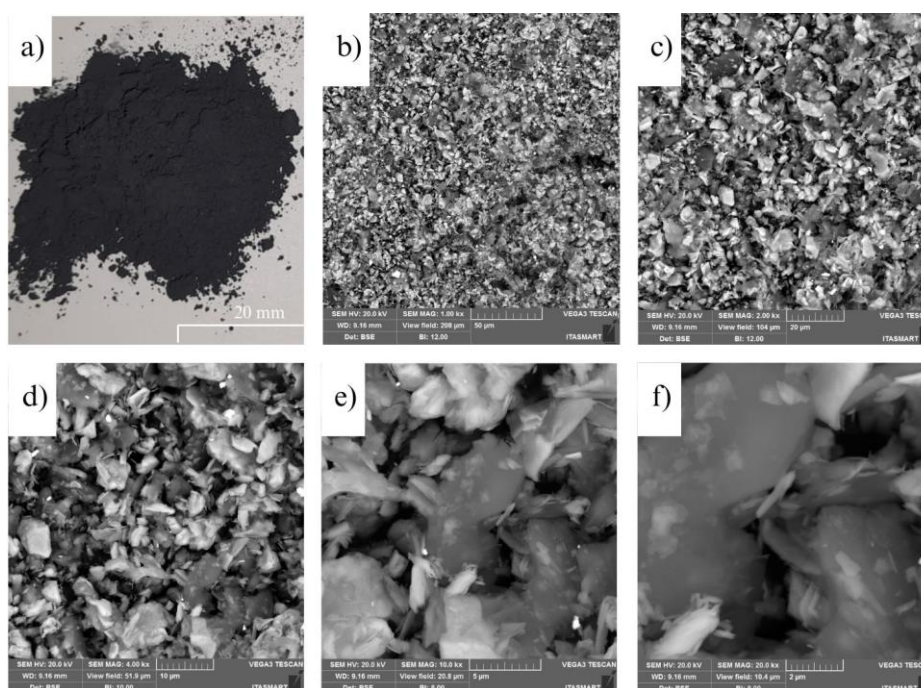


Figura 4.6. (a) Fotografia do pó de MoS<sub>2</sub> fornecido pelo fabricante RadMax e as micrografias com magnificação de (b) 1000x, (c) 2000x, (d) 4000x, (e) 10000x e (f) 20000x, obtidas por MEV usando a técnica de elétrons retroespalhado.

As micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), representadas nas imagens (b) a (f), revelam importantes detalhes sobre a morfologia do material. As regiões mais claras indicam maior concentração de molibdênio (Mo), enquanto as regiões mais escuras correspondem a áreas mais ricas em enxofre (S) ou de menor densidade. Esse contraste é

decorrente da diferença no número atômico ( $Z$ ) dos elementos presentes na amostra, sendo que elementos com maior  $Z$  refletem mais elétrons retroespalhados, resultando em tonalidades mais brilhantes na imagem.

Na imagem (b), com magnificação de 1000x, observa-se uma distribuição parcialmente homogênea de partículas com morfologia acentuadamente irregular, com bordas pontiagudas. Já na imagem (c), com aumento de 2000x, fica evidente as arestas irregulares e a presença de aglomerados (pontos mais claros) que são aderidos as partículas devido à energia eletrostática.

Com o aumento da magnificação para 4000x na imagem (d), é possível visualizar com maior nitidez as interfaces entre as partículas, nas quais se identificam estruturas lamelares típicas do  $\text{MoS}_2$ . Esse comportamento está associado à sua estrutura cristalina do tipo 2H, que favorece a formação de camadas empilhadas. Nessa magnificação, os pontos mais escuros são interpretados como aglomerados densos de  $\text{MoS}_2$ , enquanto as regiões mais claras correspondem a lamelas finas ou fragmentos aderidos às partículas maiores.

Nas imagens de maior magnificação, (e) e (f), com aumentos de 10.000x e 20.000x, respectivamente, a morfologia lamelar torna-se ainda mais evidente. Observam-se folhas finas sobrepostas, com espessuras variadas e, em alguns casos, parcialmente esfoliadas. Essas estruturas confirmam a natureza característica do  $\text{MoS}_2$ , cuja anisotropia estrutural e empilhamento de camadas facilitam a separação por métodos de esfoliação. No entanto, a presença de regiões compactadas e com forte sobreposição entre camadas indica uma significativa coesão interlamelar.

De forma geral, a análise morfológica do pó revela partículas com formato irregular, superfícies rugosas e alta propensão à formação de aglomerados. As micrografias em altas ampliações evidenciam a estrutura lamelar do  $\text{MoS}_2$ , com folhas orientadas em diferentes direções. Esses resultados indicam que o material preserva sua estrutura cristalina original, apresentando características consistentes com o comportamento esperado para pós lamelares.

#### **4.1.6 Granulometria**

A partir das imagens da micrografia do pó, nas magnificações de 1.000x, 2.000x e 4.000x, foi realizada a granulometria por análise de imagens, conforme estabelecido pela norma ISO 13322-1:2014 (2014), utilizando-se o software *ImageJ*.

O método utilizado nessa parte da pesquisa foi baseado no trabalho de Silva (2023) e o procedimento realizado no software para a obtenção dos dados está descrito no Apêndice A – dessa dissertação.

Devido à baixa nitidez de contraste entre as bordas e o fundo das imagens, as partículas foram selecionadas individualmente pela ferramenta do software, pois o uso confiável da segmentação por limiarização automática (*threshold*) não se mostrou confiável. Para cada partícula individualizada, foram obtidos os parâmetros de área projetada, diâmetro de Feret máximo e mínimo, além de forma e perímetro.

A Figura 4.7 apresenta o histograma da distribuição dos diâmetros das unidades de MoS<sub>2</sub> obtidos por análise de imagens, considerando a frequência em número de partículas. As barras azuis representam a quantidade de ocorrências em cada classe de tamanho, enquanto a linha vermelha mostra a frequência acumulada correspondente. Observa-se que a maioria das unidades se encontra aproximadamente na faixa entre 6 e 10  $\mu\text{m}$ , com distribuição assimétrica à direita, indicando a presença de partículas maiores em menor quantidade.

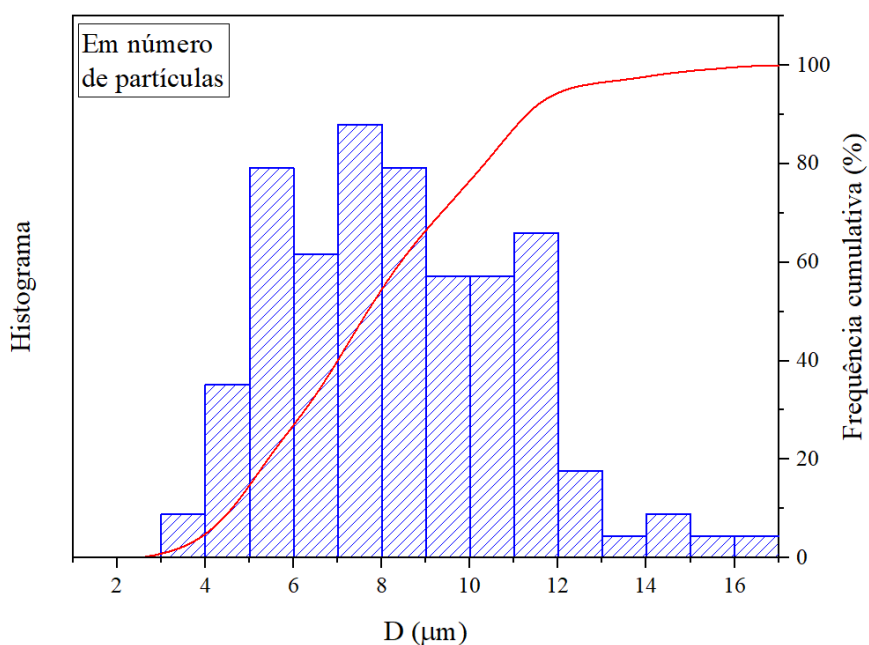


Figura 4.7. Distribuição das partículas de MoS<sub>2</sub> obtida por análise de imagens baseada na contagem individual das unidades.

Os parâmetros estatísticos extraídos dessa distribuição estão listados na Tabela 4.2. O diâmetro D10 foi de 5,2  $\mu\text{m}$ , indicando que 10% das unidades medidas possuem diâmetro inferior a esse valor. O valor de D50, ou mediana, foi de 8,2  $\mu\text{m}$ , enquanto D90 atingiu 11,7  $\mu\text{m}$ , demonstrando a dispersão dos tamanhos. O diâmetro médio (Dm), calculado de forma aritmética com base na distribuição por número de partículas, foi de 8,4  $\mu\text{m}$ .

Tabela 4.2. Parâmetros estatísticos da distribuição dos diâmetros em função do número de partículas.

<b>D<sub>corte</sub></b>	<b>(<math>\mu\text{m}</math>)</b>
D10	5,2
D50	8,2
D90	11,7
Dm	8,4

Na Figura 4.8, tem-se a representação da mesma distribuição de tamanhos, porém ponderada pelo volume calculado das unidades. Nesta abordagem, partículas maiores possuem maior contribuição relativa no histograma, uma vez que o volume é proporcional ao cubo do diâmetro. A curva de frequência acumulada evidencia um deslocamento em relação à distribuição por número, refletindo o peso maior das unidades com maior diâmetro.

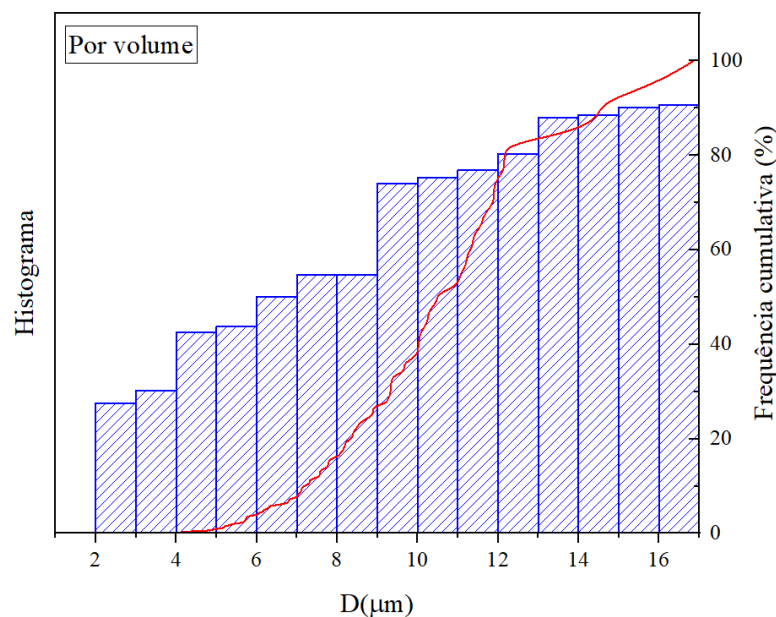


Figura 4.8. Distribuição das partículas de  $\text{MoS}_2$  obtida por análise de imagens baseada no volume das unidades.

Os parâmetros correspondentes ao gráfico de distribuição por volume, estão apresentados na Tabela 4.3. O valor de D10 por volume foi de 7,2  $\mu\text{m}$ , enquanto a mediana volumétrica (D50) foi de 10,5  $\mu\text{m}$ . O parâmetro D90 ficou com valor de 14,5  $\mu\text{m}$ , evidenciando maior contribuição relativa das partículas grandes. O diâmetro médio ponderado por volume (Dm) foi de 10,8  $\mu\text{m}$ , superior ao valor obtido pela distribuição numérica, o que reforça a conclusão de que as partículas maiores, apesar de menor quantidade, contribuem de forma mais significativa com o volume total.

Tabela 4.3. Parâmetros estatísticos da distribuição dos diâmetros em função do volume.

<b>D<sub>corte</sub></b>	<b>(<math>\mu\text{m}</math>)</b>
D10	7,2
D50	10,5
D90	14,5
Dm	10,8

Ao analisar esses resultados, podemos concluir que o tamanho das partículas do pó de MoS<sub>2</sub> utilizado como precursor está dentro da faixa típica encontrada em produtos comerciais, especialmente no que se refere ao diâmetro mediano (D50), que ficou entre 8,2  $\mu\text{m}$  e 10,5  $\mu\text{m}$ , conforme as distribuições por número e por volume, respectivamente. Esses valores estão de acordo com os parâmetros especificados por outros fabricantes, que indicam intervalos de D50 entre 6-40  $\mu\text{m}$ , conforme apresentado anteriormente na Tabela 3.1.

O intervalo de tamanho de partículas calculado contribui para assegurar uma injeção adequada no sistema de aquecimento, uma vez que partículas com diâmetro muito pequeno, inferior a 5  $\mu\text{m}$ , apresentam sérias limitações quanto à eficiência de injeção nesse tipo de sistema além de se resfriarem mais rapidamente, podendo se solidificar parcialmente antes do impacto com o substrato (LIMA; TREVISAN, 2007).

#### **4.1.7 Difração de Raio X**

A Figura 4.9 apresenta o difratograma correspondente ao padrão de difração de raios X do MoS<sub>2</sub>, evidenciando as principais fases cristalinas presentes no material (VIKRAMAN et al., 2025). Os planos cristalográficos foram identificados com o uso do software *HighScore*, que possibilita a localizar os índices de Miller para cada pico com base em bancos de dados cristalográficos.

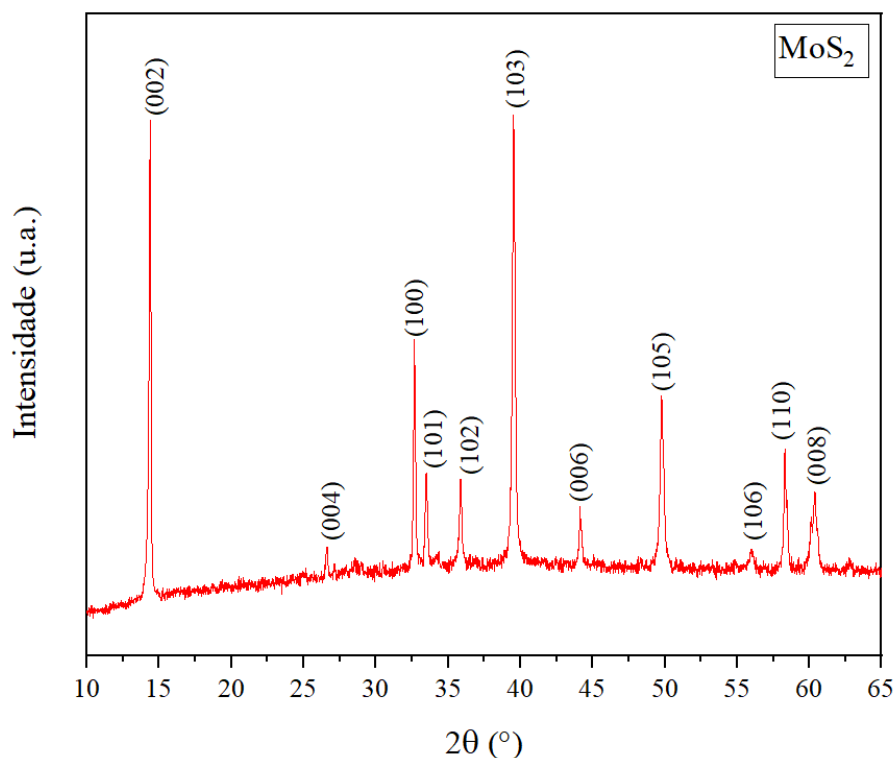


Figura 4.9. Difratograma do pó de MoS<sub>2</sub> com os planos cristalográficos nos principais picos.

Observa-se um pico de alta intensidade em  $2\theta \approx 14,4^\circ$ , atribuído ao plano (002), característico da fase 2H do MoS<sub>2</sub>, indicando uma estrutura lamelar com empilhamento dos planos cristalinos ao longo do eixo *c*. Esse plano é geralmente dominante em amostras não esfoliadas, o que sugere que o material apresenta uma estrutura bulk bem definida (SATHIYAN et al., 2015; SIDDIQUI et al., 2022; VIKRAMAN et al., 2025)

Além do pico (002), foram identificados outros, como (004), (100), (101), (102), (103), (006), (105), (106), (110) e (008), distribuídos ao longo da faixa de  $2\theta$  entre  $25^\circ$  e  $60^\circ$ . A presença desses planos confirma a natureza cristalina do material e está em concordância com o padrão ICSD 31067, do grupo espacial P63/mmc com parâmetros de rede de  $a = 0,314$  nm e  $c = 1,25$  nm.

Não foram observados picos associados a fases secundárias ou de contaminantes, o que indica limitações da análise DRX em identificar elementos presentes em menor percentual de massa, visto que foram identificados diferentes tipos de contaminantes pela análise EDS. A

definição dos picos, com boa simetria e baixa largura à meia altura (FWHM, com média de  $0,168^\circ 2\theta$ ), sugere que o material possui elevado grau de cristalinidade.

## 4.2 Caracterização dos substratos

### 4.2.1 Rugosidade superficial

Antes da deposição dos recobrimentos, foi analisada a rugosidade das superfícies dos substratos SUB-1 e SUB-2 pela técnica de perfilometria de contato. A Figura 4.10 exibe as imagens topográficas obtidas, tanto em vista bidimensional quanto tridimensional, permitindo uma análise qualitativa da morfologia superficial dos substratos. Observa-se que o substrato SUB-1 (a) e (b), sem tratamento superficial, apresenta uma textura mais irregular, com maiores amplitudes e variações na topografia. Já o substrato SUB-2 (c) e (d), submetido ao jateamento com microesferas de vidro, exibe uma superfície visivelmente mais uniforme, com redução nas variações de altura.

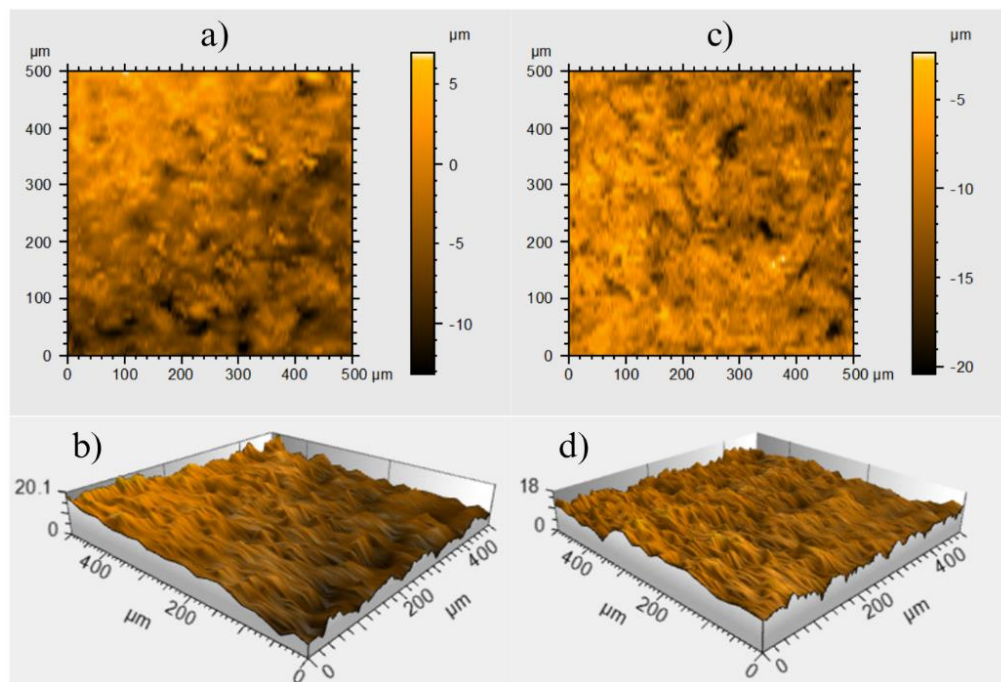


Figura 4.10. Mapa topográfico do substrato SUB-1, (a) e (b), e do substrato jateado SUB-2 (c) e (d).

Os parâmetros de rugosidade foram medidos pela técnica de perfilometria de contato com base na norma ISO 25178 (2012). Foram analisados os parâmetros de rugosidade média (Sa), média quadrática (Sq), a soma da altura do maior pico com a profundidade do maior vale (Sz) e a curtose (Sku), que mede a concentração dos picos e vales em relação à média da superfície.

A Tabela 4.4 mostra os valores dos parâmetros de rugosidade Sa, Sq, Sz e Sku, para SUB-1 e SUB-2.

Tabela 4.4. Parâmetros de rugosidade dos substratos.

	Sa ( $\mu\text{m}$ )	Sq ( $\mu\text{m}$ )	Sz ( $\mu\text{m}$ )	Sku
<b>SUB-1</b>	2,90	3,49	20,10	2,37
<b>SUB-2</b>	1,87	2,37	18,00	3,40

Verifica-se que o jateamento com microesferas de vidro (SUB-2) reduziu os valores de Sa, Sq e Sz, indicando uma superfície mais lisa e uniforme em comparação ao substrato não tratado (SUB-1). No entanto, o valor da curtose (Sku) superior a 3 para o SUB-2 evidencia a presença de picos acentuados na topografia (pontos mais claros), sugerindo que o jateamento, embora tenha suavizado a rugosidade média, promoveu a formação de saliências pontuais na superfície.

#### 4.2.2 Análise morfológica

A Figura 4.11 mostra a micrografia de topo do substrato de Inconel 718, SUB-1, obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em modo de elétrons retroespalhados (BSE), com ampliações progressivas de 500x até 10000x.

A imagem (a) evidencia que a superfície do substrato apresenta uma morfologia irregular e topograficamente complexa. Observam-se estruturas elevadas com contornos arredondados, intercaladas por depressões mais escuras e regiões de contraste variado, características de uma superfície com elevada heterogeneidade morfológica e composicional. As regiões mais claras, dispersas por toda a amostra, indicam a presença de elementos com maior número atômico, enquanto as áreas mais escuras, frequentemente localizadas nas depressões, sugerem acúmulo de elementos diferentes ou fases secundárias. A distribuição dessas zonas de contraste pode ser atribuída à presença de contaminantes ou resíduos do

processo de corte por eletroerosão a fio (EDM), os quais tendem a se acumular preferencialmente nas regiões mais rebaixadas da superfície.

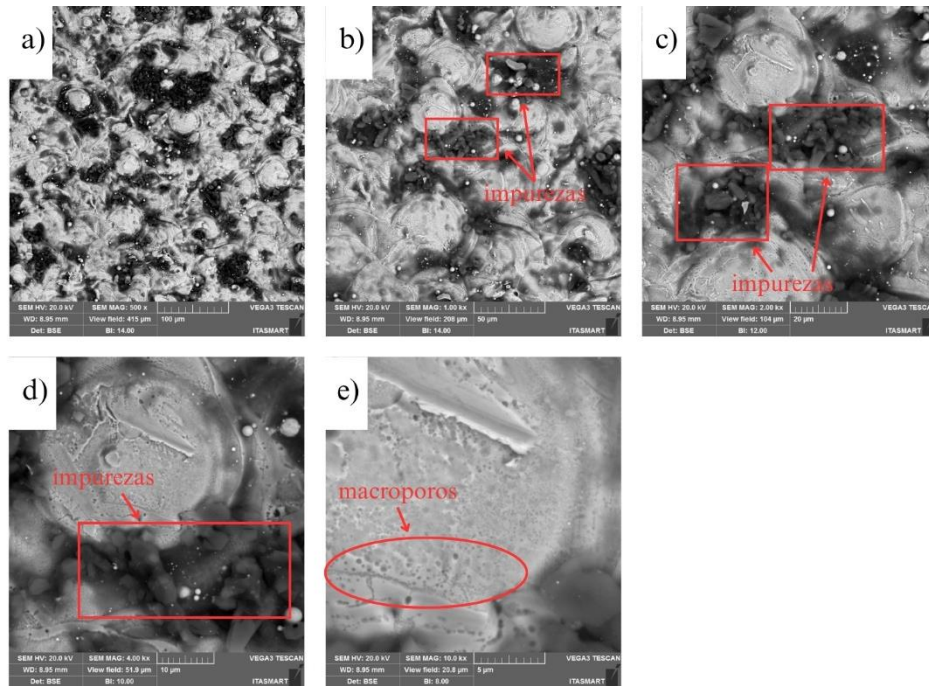


Figura 4.11. Micrografia do substrato SUB-1, obtidos pela técnica de elétrons retroespalhados, com magnificações de (a) 500x, (b) 1000x, (c) 2000x, (d) 4000x e (e) 10000x.

Nas imagens (b), (c) e (d), fica mais nítida a presença de diferentes elementos e possíveis contaminantes nas cavidades da superfície, devido à presença de aglomerados com contrastes distintos. Já na imagem (e), podemos observar macroporos no elemento predominante, bem como saliências e sobreposições. A presença desses elementos ficou comprovada pela análise EDS, conforme descrito na seção 4.2.3.

A micrografia da amostra SUB-2 é apresentada na Figura 4.12. As imagens também foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em modo de elétrons retroespalhados (BSE), com magnificações progressivas de 500x até 10000x.

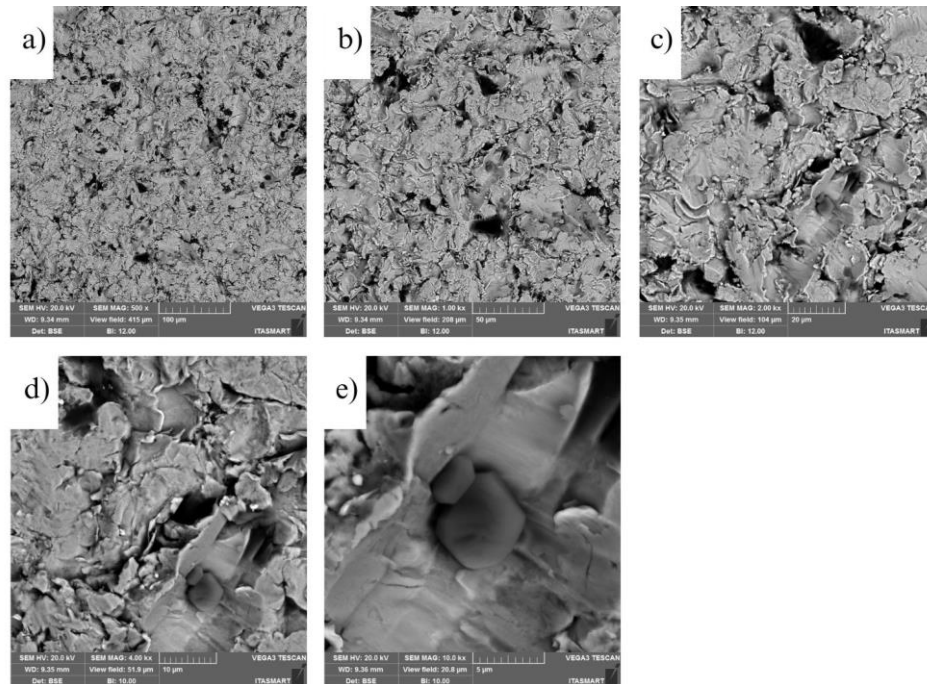


Figura 4.12. Micrografia do substrato SUB-2, obtidos pela técnica de elétrons retroespalhados, com magnificações de (a) 500x, (b) 1000x, (c) 2000x, (d) 4000x e (e) 10000x.

As figuras mostram que o jateamento com microesferas de vidro foi eficaz na remoção de contaminantes superficiais, como óxidos, além de camadas orgânicas e inorgânicas residuais. Esse tratamento também alterou significativamente a morfologia da superfície, promovendo uma topografia mais uniforme, conforme previamente verificado na análise de perfilometria.

Entretanto, nas imagens (a), (b), (c) e (d), observam-se pontos escuros dispersos, que podem ser atribuídos à presença de cavidades ou fraturas superficiais geradas pelo impacto mecânico das microesferas. Já na imagem (e), destaca-se uma região mais escura e bem definida, sugerindo a presença de materiais com menor número atômico, possivelmente associados a resíduos de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) provenientes do próprio jateamento, ou ainda a produtos de oxidação, como óxidos de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), potássio (K), cálcio (Ca) ou oxigênio (O) adsorvido na superfície.

### 4.2.3 Composição química

A Tabela 4.5 apresenta as composições químicas médias dos substratos SUB-1 e SUB-2 de Inconel 718, determinadas por EDSa partir de quatro medições em diferentes regiões de

cada amostra. Os elementos níquel (Ni), cromo (Cr) e ferro (Fe), principais constituintes da matriz da liga, apresentaram frações mássicas inferiores aos valores teóricos reportados para o Inconel 718, que usualmente variam entre 50-55% de Ni, 17-19% de Cr e 17-19% de Fe (MANKINS; LAMB, 1990).

Os baixos valores das concentrações dos principais elementos podem ser explicada pela presença significativa de contaminantes, que introduzem elementos adicionais na superfície das amostras, interferindo na detecção dos sinais de raios X característicos durante a análise por EDS. Como a técnica é sensível à composição local e ao volume de interação dos elétrons com a amostra, contribuições relevantes de elementos leves tendem a mascarar a quantificação dos metais pesados da matriz (Ni, Cr e Fe), fenômeno conhecido como efeito de matriz (GOLDSTEIN et al., 2018).

Tabela 4.5. Composição química do substrato de Inconel 718, SUB-1 e SUB-2, em porcentagens em massa dos elementos e respectivas incertezas em valores absolutos.

<b>Elemento</b>	<b>SUB-1 (%)</b>	<b>SUB-1 (<math>\sigma</math>)</b>	<b>SUB-2 (%)</b>	<b>SUB-2 (<math>\sigma</math>)</b>
<b>Ni</b>	37,2	$\pm 0,6$	47,5	$\pm 2,3$
<b>O</b>	19,0	$\pm 0,9$	5,8	$\pm 3,5$
<b>Fe</b>	14,9	$\pm 0,2$	17,2	$\pm 0,8$
<b>Cr</b>	14,7	$\pm 0,2$	16,4	$\pm 1,2$
<b>Nb</b>	4,3	$\pm 0,1$	4,8	$\pm 0,5$
<b>Mo</b>	3,4	$\pm 0,1$	3,1	$\pm 0,2$
<b>Al</b>	2,2	$\pm 0,1$	0,7	$\pm 0,2$
<b>Ti</b>	1,7	$\pm 0,1$	0,9	$\pm 0,1$
<b>P</b>	1,0	$\pm 0,1$	-	-
<b>Si</b>	0,7	$\pm 0,2$	1,5	$\pm 1,0$
<b>K</b>	0,5	$\pm 0,1$	0,1	$\pm 0,1$
<b>Cl</b>	0,3	$\pm 0,2$	-	-
<b>Ca</b>	0,2	$\pm 0,3$	0,2	$\pm 0,1$

No SUB-1, observa-se uma elevada concentração de oxigênio (19,0%), acompanhada por cloro (0,3%), o que indica a formação de óxidos superficiais e possíveis resíduos de contaminantes associados ao processo de corte por eletroerosão (EDM), que utiliza água como fluido refrigerante. A presença de cloro, mesmo em pequenas quantidades, pode ser atribuída à concentração residual deste elemento na água utilizada, que, conforme a legislação brasileira,

deve conter no mínimo 0,5 mg/L de cloro residual (BRASIL, 2021). O fósforo (P), com concentração de 1,0% em SUB-1, também se destaca, superando a faixa máxima típica especificada pelos fabricantes do Inconel 718 (até 0,015%).

Já no SUB-2, jateado com microesferas de vidro, a concentração de oxigênio foi consideravelmente menor (5,8%), enquanto o silício (1,5%) apresentou um valor superior ao especificado pelo fabricante, sugerindo a incorporação de resíduos de sílica ( $\text{SiO}_2$ ) oriundos do próprio jateamento abrasivo. Esse procedimento, é capaz de remover camadas superficiais contaminadas, porém, pode deixar resíduos finos de partículas vítreas incrustadas na superfície, impactando a quantificação final dos elementos detectados.

Esses contaminantes e produtos de oxidação contribuem para a diluição local dos sinais de Ni, Cr e Fe, interferindo na precisão da análise EDS e explicando as diferenças observadas entre os substratos SUB-1 e SUB-2 em relação ao analisado das partes seccionadas da barra, como descrito Seção 3.4.1.

#### **4.2.4 Mapa composicional**

A análise que identificou a composição química dos substratos SUB-1 e SUB-2 também forneceu o mapa de distribuição espacial dos seus elementos detectados.

A Figura 4.13, apresenta os elementos da amostra SUB-1, cuja presença já era esperada, por fazerem parte da liga. As regiões mais brilhantes indicam áreas de maior concentração, enquanto as mais escuras revelam ausência ou baixa quantidade do respectivo elemento.

A partir das imagens, é possível observar que os principais constituintes do Inconel 718, sendo níquel, cromo e ferro, apresentam regiões de alta intensidade em áreas comuns, conforme Figura 4.13 (a), (b) e (c), concordando com a homogeneidade da matriz. Elementos minoritários como nióbio, e molibdênio também compartilham parcialmente essas regiões, indicando sua dissolução na estrutura da liga. Alumínio e silício se encontram em altas concentrações em locais pontuais, no entanto, pela porcentagem detectada de cada um, é provável que estejam distribuídos de forma homogênea com outros elementos ao longo da área de amostragem. O mesmo se pode deduzir do fósforo e do titânio, que também apresenta pequenos traços de altas concentrações.

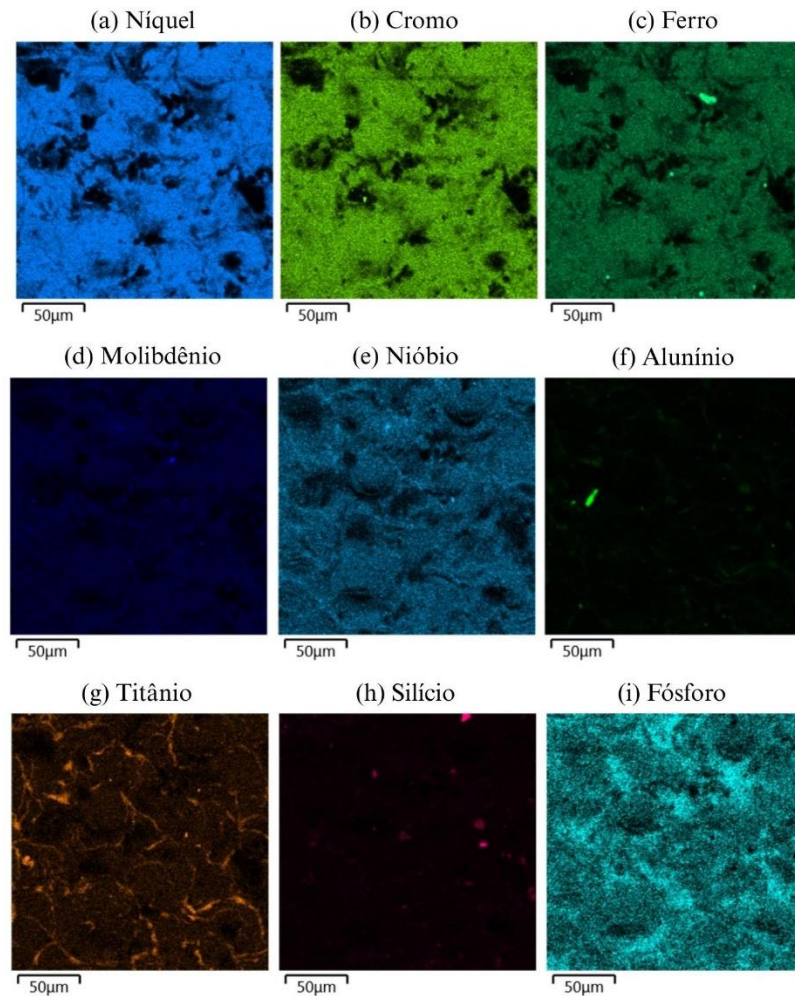


Figura 4.13. Mapa composicional da amostra SUB-1, na magnificação de 1000x, destacando a presença e a localização relativa dos elementos esperados a serem encontrados, sendo (a) níquel, (b) cromo, (c) ferro, (d) molibdênio, (e) nióbio, (f) alumínio, (g) titânio, (h) silício e (i) fósforo.

Na Figura 4.14, é apresentada os elementos contaminantes da amostra SUB-1. Podemos observar que alguns dos pontos mais brilhantes do oxigênio (alta concentração), estão na mesma região onde se encontra o ferro (Fe), por exemplo. O potássio e o cálcio apresentam um perfil composicional fragmentado, com pontos de maior intensidade dispersos na superfície. O cloro, por sua vez, tem uma alta concentração em determinada região, que são as partes escuras da Figura 4.11(b), sugerindo uma local de alta contaminação.

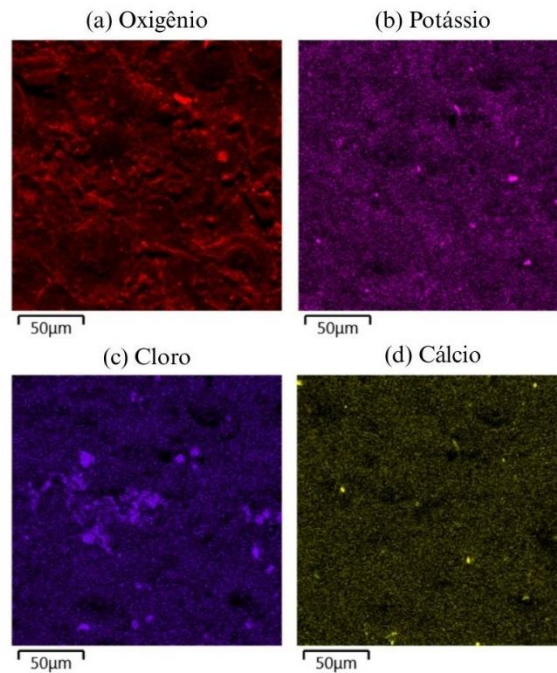


Figura 4.14. Mapa composicional da amostra SUB-1, na magnificação de 1000x, destacando a presença e a localização relativa de elementos contaminantes (a) oxigênio, (b) potássio, (c) cloro e (d) cálcio.

A Figura 4.15 apresenta os mapas composicionais obtidos da amostra SUB-2, destacando a presença e a distribuição relativa dos elementos constituintes da liga Inconel 718. As imagens evidenciam que os principais elementos da matriz, níquel (a), cromo (b) e ferro (c), apresentam uma distribuição homogênea, com regiões de maior intensidade que coincidem em áreas comuns, indicando a uniformidade da fase metálica principal.

Os elementos com baixa porcentagem de massa, como o molibdênio (d) e o nióbio (e), também mostram distribuição compatível com a matriz e com altas intensidades em locais pontuais na mesma região, indicando a precipitação de fases. Essa distribuição espacial sugere a possível formação de fases intermetálicas enriquecidas nesses elementos, como as fases  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) que possui estrutura tetragonal de corpo centrado e é coerente com a matriz gama ( $\gamma$ ). Esta fase é responsável pelo principal mecanismo de endurecimento no Inconel 718, garantindo alta resistência mecânica em temperaturas intermediárias, mas torna-se instável acima de  $650^\circ\text{C}$ . Além da  $\gamma''$ , o nióbio também pode formar a fase  $\delta$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ), que, embora tenha composição química semelhante, apresenta estrutura ortorrômbica e é incoerente com a matriz  $\gamma$ , podendo ser desejada em pequenas quantidades para controlar o tamanho de grão, mas

indesejável em excesso, pois reduz a ductilidade da liga. A presença simultânea de Mo e Nb pode ainda indicar a formação de fases de Laves (ricas em Nb e Mo), geralmente localizadas em zonas interdendríticas, que, se presentes em grande quantidade, podem prejudicar as propriedades mecânicas (DEMPSTER; WALLIS, 2016).

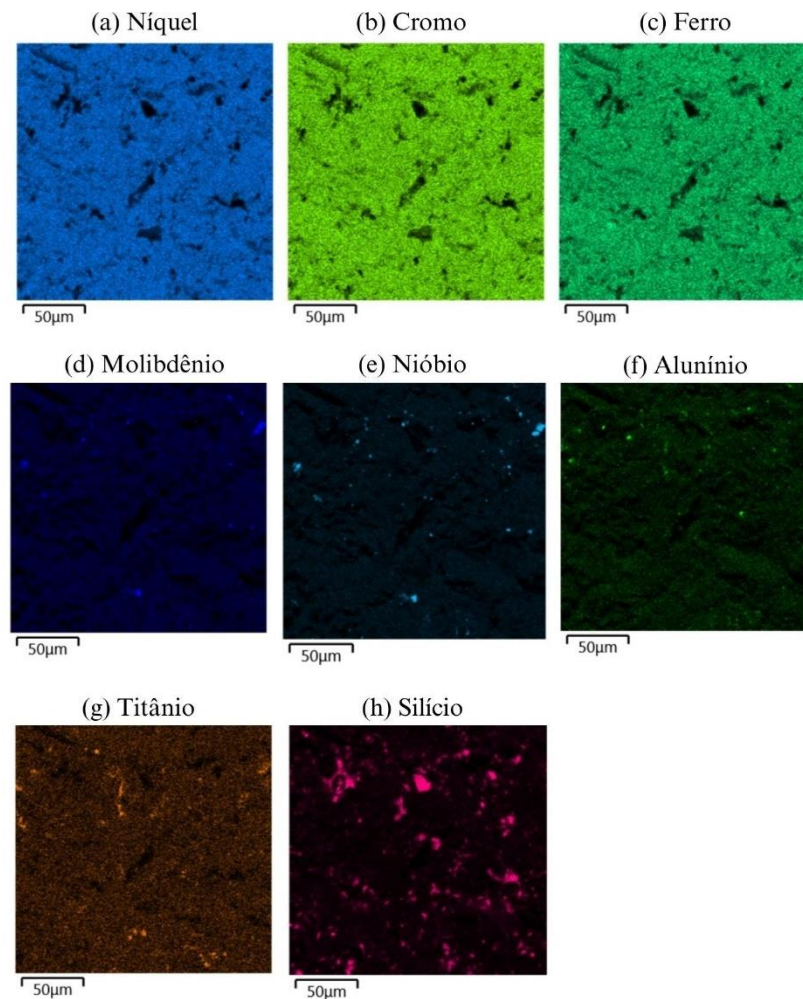


Figura 4.15. Mapa composicional da amostra SUB-2, na magnificação de 1000x, destacando a presença e a localização relativa dos elementos esperados a serem encontrados, sendo (a) níquel, (b) cromo, (c) ferro, (d) molibdênio, (e) nióbio, (f) alumínio, (g) titânio e (h) silício.

Alumínio (f) e titânio (g), por sua vez, apresentam concentrações mais discretas e localizadas em regiões específicas, reforçando seu papel como elementos de reforço secundário na liga. O silício (h) destaca-se por apresentar uma distribuição menos homogênea, com regiões pontuais de alta intensidade, o que pode estar relacionado a resíduos superficiais provenientes do jateamento com microesferas de vidro ( $\text{SiO}_2$ ), utilizado no preparo da amostra SUB-2. Essa

concentração localizada de silício corrobora com os resultados obtidos na análise quantitativa por EDS, que indicaram um teor superior ao especificado para a liga.

De modo geral, os mapas composicionais confirmam a presença esperada dos elementos principais e secundários, evidenciando uma boa homogeneidade da matriz metálica, mas também revelam pontos de acúmulo de elementos leves, como o silício, possivelmente associados a processos superficiais ou contaminantes do jateamento.

A Figura 4.16 apresenta os mapas composicionais de oxigênio (a), cálcio (b) e potássio (c) da amostra SUB-2. Esses elementos não fazem parte da composição nominal do Inconel 718, sendo, portanto, contaminantes introduzidos durante o preparo ou processamento da amostra.

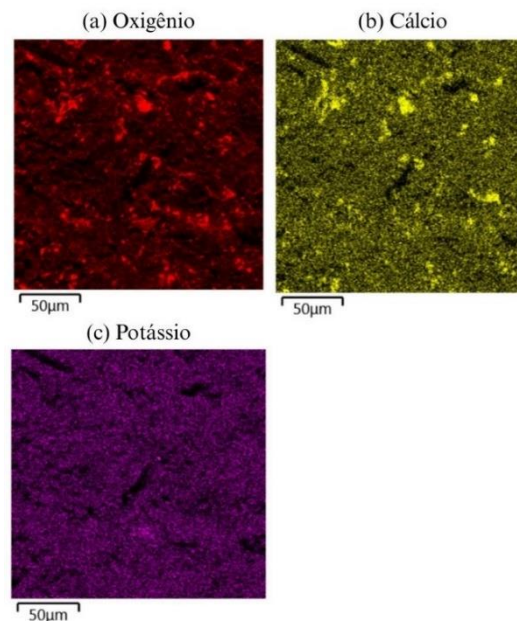


Figura 4.16. Mapa composicional da amostra SUB-2, na magnificação de 1000x, destacando a presença e a localização relativa de elementos contaminantes (a) oxigênio, (b) potássio, (c) cloro e (d) cálcio.

O oxigênio (O) exibe uma distribuição ampla e difusa pela superfície, o que é indicativo da formação de óxidos metálicos. Isso pode estar relacionado à exposição ao ambiente atmosférico após o processamento de corte e jateamento, levando à adsorção de oxigênio.

O cálcio (Ca), possui características de distribuição semelhante à do oxigênio, com pontos de alta intensidade dispersos pela superfície em locais comuns. A presença de pontos coincidentes de oxigênio e cálcio sugere a possível formação de compostos como óxido de cálcio (CaO) ou de silicato de cálcio (CaSiO<sub>3</sub>), especialmente considerando que, no mapa composicional anterior (Figura 4.15), foram observadas regiões ricas em silício (Si) nos mesmos pontos.

O potássio (K), por fim, apresenta uma distribuição homogênea, com pequenos pontos de intensidade, o que sugere uma contaminação superficial difusa.

Esses contaminantes (O, Ca e K) contribuem para interferências na quantificação por EDS, pois competem com os elementos principais da matriz metálica (Ni, Cr e Fe) na detecção dos sinais de raios X característicos, o que pode subestimar as concentrações reais desses elementos principais.

### 4.3 Caracterização do recobrimento

A Figura 4.17 mostra as imagens dos substratos de Inconel 718 recobertos com MoS<sub>2</sub> após o processo de deposição.

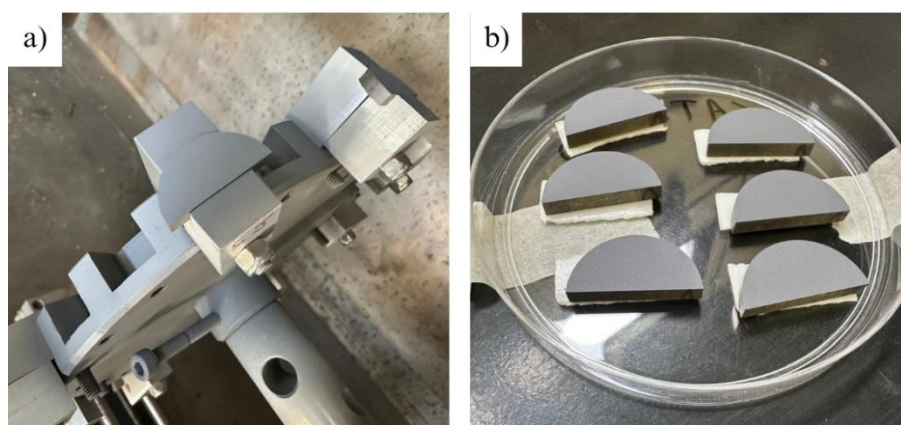


Figura 4.17. Substratos de Inconel 718 com recobrimento de MoS<sub>2</sub> depositados pela técnica de HVPS, no (a) suporte das amostras e em (b) uma placa de Petri.

As imagens evidenciam a uniformidade visual dos recobrimentos de MoS<sub>2</sub> aplicados sobre os substratos de Inconel 718. Observa-se uma coloração acinzentada homogênea, cobrindo integralmente a superfície exposta das amostras. Na imagem (a), as amostras ainda

estão fixadas no suporte utilizado durante o processo de deposição, enquanto na imagem (b), os mesmos substratos já se encontram organizados em uma placa de Petri. A ausência de falhas visíveis, descontinuidades ou variações significativas de tonalidade sugere boa cobertura superficial.

### 4.3.1 Rugosidade

Os parâmetros de rugosidade foram medidos pela técnica de perfilometria de contato com base na norma ISO 25178 (2012). Foram analisados os parâmetros de rugosidade média ( $S_a$ ), média quadrática ( $S_q$ ), a soma da altura do maior pico com a profundidade do maior vale ( $S_z$ ) e a curtose ( $S_{ku}$ ), que mede a concentração dos picos e vales em relação à média da superfície.

A Figura 4.18 apresenta a imagem topográfica da área analisada de dois recobrimentos, nos quais a variação da altura da superfície é representada por uma escala de cores, sendo os pontos mais claros a indicação de regiões mais elevadas (picos) e os tons mais escuros as regiões de vales.

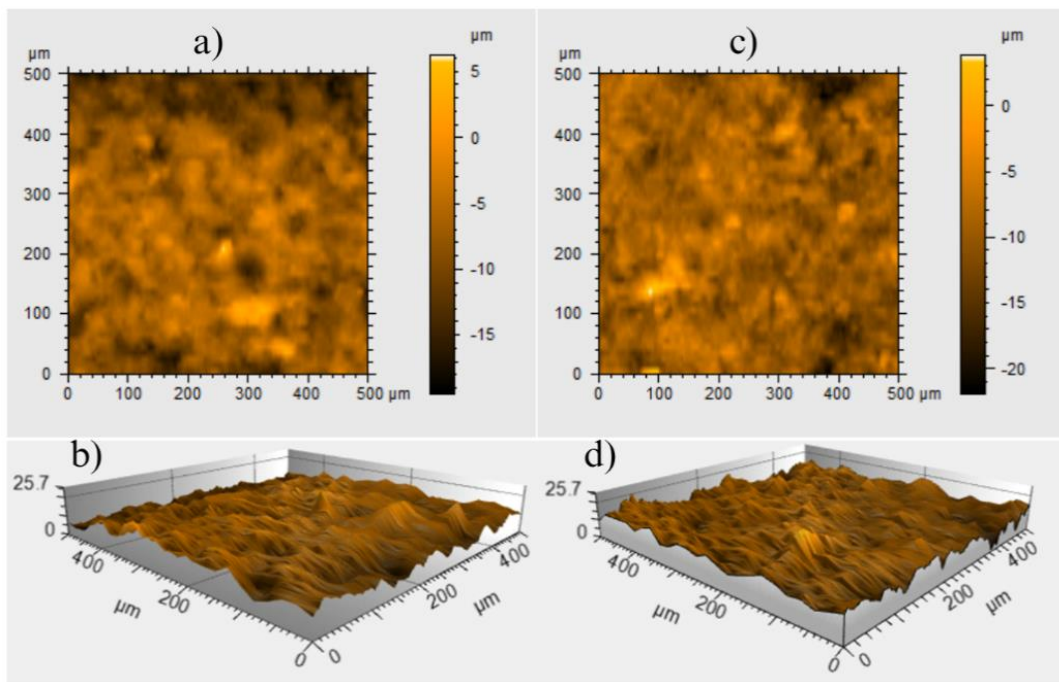


Figura 4.18. Mapa topográfico dos recobrimentos das amostras RE-1, (a) e (b), e RE-2 (c) e (d).

Apesar das diferenças iniciais nos níveis de rugosidade entre os substratos SUB-1 e SUB-2, os resultados obtidos após a deposição de MoS<sub>2</sub> indicam que os recobrimentos RE-1 e RE-2 apresentaram valores bastante semelhantes para os principais parâmetros de rugosidade, como apresentado no gráfico da Figura 4.19.

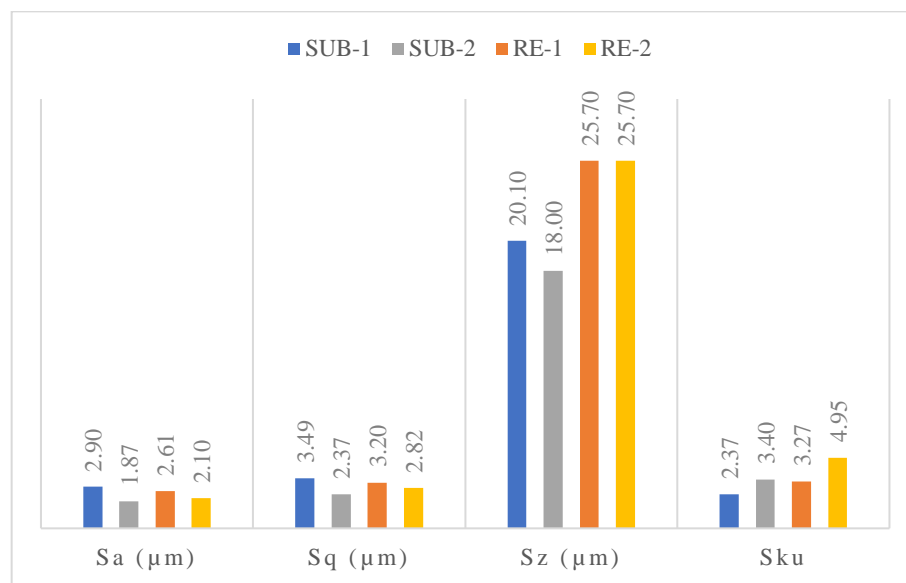


Figura 4.19. Parâmetros de rugosidade do substrato de Inconel 718 (SUB-1 e SUB-2) e dos respectivos recobrimentos com MoS<sub>2</sub> (RE-1 e RE2).

O substrato SUB-1 apresentou valores mais elevados de rugosidade média ( $S_a = 2,90 \mu\text{m}$ ) e rugosidade quadrática média ( $S_q = 3,49 \mu\text{m}$ ) em comparação ao SUB-2 ( $S_a = 1,87 \mu\text{m}$  e  $S_q = 3,37 \mu\text{m}$ ), refletindo a ação do jateamento com microesferas de vidro em reduzir a irregularidade superficial. No entanto, após o processo de deposição por plasma spray, ambos os recobrimentos mostraram uma convergência desses valores, com RE-1 apresentando  $S_a$  de  $2,61 \mu\text{m}$  e RE-2 de  $2,10 \mu\text{m}$ , enquanto  $S_q$  ficou em  $3,27 \mu\text{m}$  e  $2,82 \mu\text{m}$ , respectivamente.

Essa tendência se manteve para o parâmetro  $S_z$ , relacionado à altura máxima entre picos e vales, em que ambos os recobrimentos alcançaram o mesmo valor ( $25,70 \mu\text{m}$ ), independentemente da condição superficial inicial. Tal comportamento sugere que o processo de deposição por plasma spray tem forte influência sobre a topografia final da superfície, atuando de forma predominante sobre o perfil do recobrimento, independentemente da rugosidade pré-existente do substrato. Assim, mesmo com os substratos apresentando

características topográficas distintas, o recobrimento de MoS<sub>2</sub> resultou em superfícies com parâmetros de rugosidade próximos, o que evidencia a capacidade do processo de uniformizar ou sobrepor parcialmente as diferenças iniciais.

Apesar da convergência nos valores de Sa, Sq e Sz entre os recobrimentos, o coeficiente de curtose (Sku) revela diferenças significativas na distribuição dos picos e vales das superfícies. O recobrimento RE-1, com Sku de 3,27, mantém uma distribuição próxima da normal, sugerindo uma superfície relativamente equilibrada entre picos e vales. Em contraste, RE-2 apresenta um valor de 4,95, evidenciando a predominância de picos mais agudos e concentrados. Assim, os parâmetros de rugosidade média podem ter convergido, mas a análise da curtose demonstra que a textura fina das superfícies recobertas permanece distinta, o que pode impactar propriedades como atrito ou resistência ao desgaste em aplicações específicas em que esse parâmetro seja essencial.

#### **4.3.2 Análise morfológica**

A Figura 4.20 mostra a micrografia da superfície do recobrimento das amostras RE-1 e RE-2, obtidos nos experimentos realizados nesse trabalho.

Tanto RE-1, (a) e (c), como RE-2, (b) e (d), demonstraram cobertura uniforme da superfície, sem evidência de falhas ou discontinuidades visíveis nas escalas avaliadas, o que confirma a eficácia do processo de deposição por plasma spray na formação de um recobrimento contínuo.

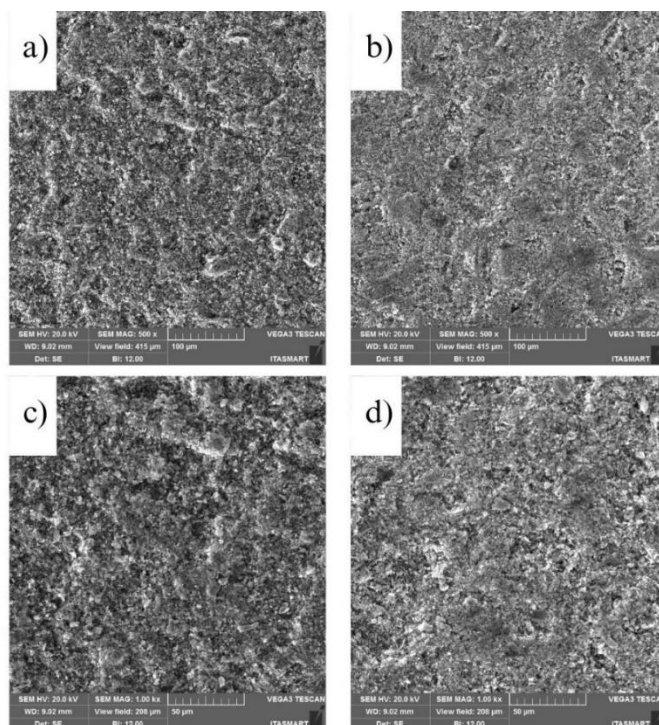


Figura 4.20. Micrografia do recobrimento de  $\text{MoS}_2$  das amostras RE-1 (a) e (c), e RE-2 (b) e (d), pela técnica de elétrons secundários, em ampliações de 500x e 1000x.

A Figura 4.21 apresenta micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando a técnica de elétrons secundários, dos recobrimentos das amostras RE-1 (a) e RE-2 (b), com magnificação de 4000x. Observa-se que ambas as superfícies apresentam morfologia heterogênea, típica de recobrimentos aplicados por plasma spray, com partículas fundidas e semifundidas dispostas de maneira irregular.

A amostra (a) RE-1 apresenta maior quantidade de regiões escuras em comparação com a (b) RE-2, cuja superfície se mostra mais homogênea. No entanto, ambas as amostras exibem características morfológicas anisotrópicas. Observa-se que a morfologia dos recobrimentos é semelhante à do pó precursor de bissulfeto de molibdênio, o que era esperado, uma vez que a morfologia dos recobrimentos tende a refletir a do material de origem, neste caso, de natureza lamelar.

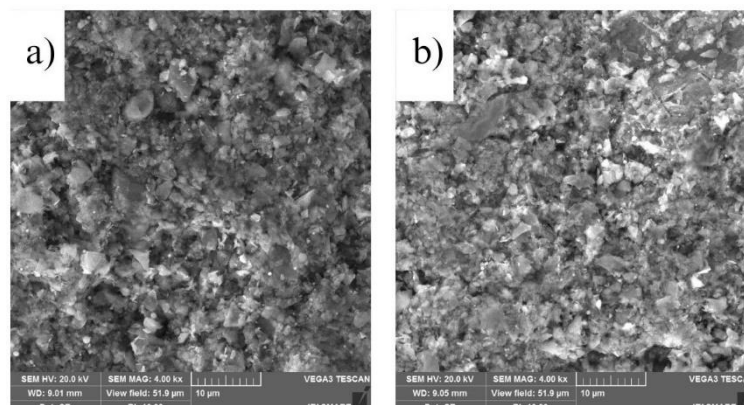


Figura 4.21. Micrografia dos recobrimentos das amostras (a) RE-1 e (b) RE-2 obtidas por MEV, pela técnica de elétrons secundários, com magnificação de 4000x.

### 4.3.3 Porosidade

A porosidade dos recobrimentos das amostras RE-1 e RE-2 foi analisada com base na norma ASTM E2109-01(2014), que estabelece os procedimentos para determinação da porcentagem de área porosa em recobrimentos obtidos por plasma spray.

A quantificação foi realizada por meio de análise de imagem utilizando o Método B da norma, com o auxílio do software *ImageJ*, que possibilita a aplicação de limiarização (*thresholding*) para segmentação das imagens, delimitando a faixa de valores de cinza correspondente aos poros em relação à matriz. O método utilizado nessa parte da pesquisa foi baseado no trabalho de Caliarì (2016) e o procedimento realizado para a obtenção dos dados é descrito no Apêndice B – Porosidade dos recobrimentos por análise de imagem

Foram consideradas micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) na modalidade de elétrons secundários (SE), com magnificações de 500x e 1000x. As imagens utilizadas são apresentadas na Figura 4.22 para RE-1 e na Figura 4.23 para RE-2.

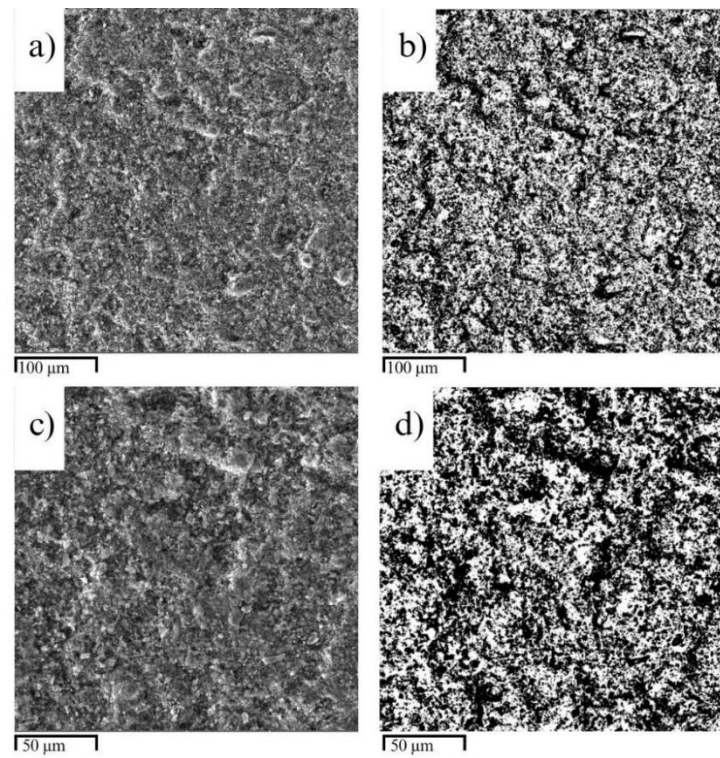


Figura 4.22. Micrografias do recobrimento da amostra RE-1 obtidas por MEV no modo de elétrons secundários nas magnificações de (a) 500x e (c) 1000x, com suas respectivas imagens após limiarização em (b) e (d).

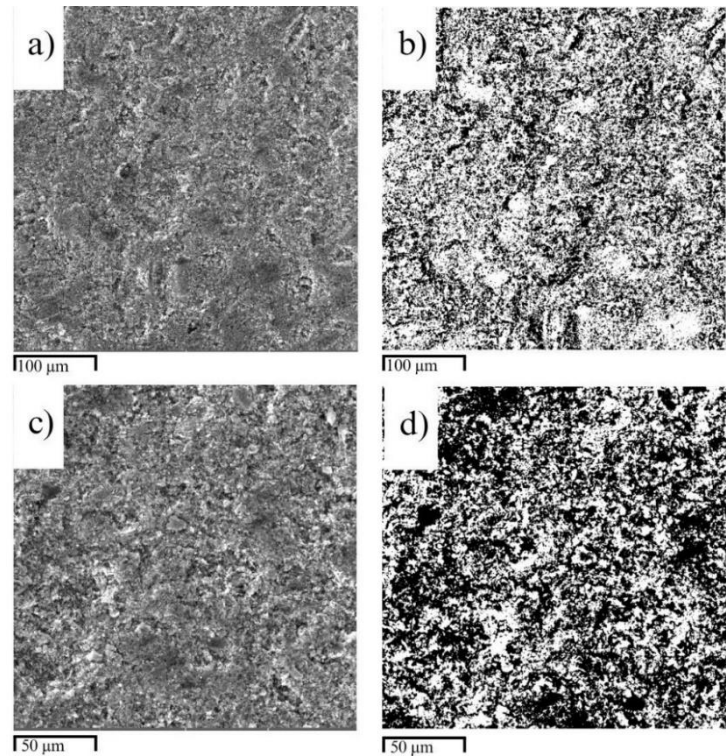


Figura 4.23. Micrografias do recobrimento da amostra RE-2 obtidas por MEV no modo de elétrons secundários nas magnificações de (a) 500x e (c) 1000x, com suas respectivas imagens após limiarização em (b) e (d).

A Tabela 4.6 apresenta os valores de percentual de porosidade obtidos pela análise por imagem. Ressalta-se, contudo, que foram realizadas apenas duas medições por amostra, o que representa um número de campos analisados inferior ao mínimo recomendado pela ASTM E2109, limitando a estatística dos resultados obtidos, porém, esses dados preliminares fornecem uma estimativa inicial relevante da porosidade dos recobrimentos, possibilitando comparações qualitativas entre as amostras e indicando tendências no comportamento microestrutural.

Tabela 4.6. Percentual de porosidade do recobrimento das amostras RE-1 e RE-2

<b>Amostra</b>	<b>Porosidade (%)</b>
<b>RE-1</b>	3,5
<b>RE-2</b>	3,6

Os baixos valores de porosidade obtidos para os recobrimentos (3,5% e 3,6%) se situam abaixo das faixas usualmente relatadas para Recobrimentos de Barreira Térmica, que varia entre 15% e 25% (MYOUNG et al., 2010), indicando que esses recobrimentos não são ideais para aplicações em barreiras térmicas, onde porosidade controlada é fundamental para isolamento térmico. No entanto, esses valores se mostram compatíveis com os requisitos de Recobrimento de Barreiras Ambiental, onde a baixa porosidade é desejável para restringir a penetração de oxigênio e vapor d'água em ambientes oxidantes e de alta temperatura.

Devido ao gradiente térmico presente no arco de plasma, poros ou vazios são inevitavelmente formados entre as camadas, resultando em porosidade tipicamente variando entre 4% e 20%. Assim, os valores observados neste trabalho posicionam-se dentro da faixa inferior esperada para recobrimentos produzidos por APS e podem ser considerados adequados para aplicações como barreiras ambientais (OUYANG; CAO; WANG, 2024).

#### **4.3.4 Espessura**

A espessura dos recobrimentos de bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ) depositados sobre os substratos de Inconel 718 foi determinada pela técnica de perfilometria de contato, conforme estabelecido na norma ISO 2808 (2019), especificamente pelo método 4C (varredura de perfil por degrau).

O método consistiu em remover cuidadosamente parte do recobrimento de forma localizada, a fim de expor o substrato e gerar um degrau bem definido. A superfície foi então analisada com perfilômetro de contato, e a espessura do recobrimento foi determinada pela diferença de altura entre a região revestida e a área exposta do substrato, segundo o perfil gerado pelo equipamento. Nesse procedimento, foram realizadas três medições em regiões distintas, sendo calculada a média aritmética dos resultados, conforme apresentado na Tabela 4.7.

Tabela 4.7. Medições da espessura do recobrimento realizadas por perfilometria de contato.

<b>Medição Perfilômetro</b>	<b>RE-1</b>	<b>RE-2</b>
<b>n°</b>	<b>µm</b>	<b>µm</b>
1	6,63 ± 1,18	3,79 ± 0,06
2	3,79 ± 1,65	4,62 ± 0,76
3	5,92 ± 0,47	3,16 ± 0,70
<b>Média</b>	<b>5,45 ± 0,70</b>	<b>3,86 ± 0,35</b>

A amostra RE-1 apresentou uma leve diferença na espessura média do recobrimento em comparação à amostra RE-2. Essa variação pode ser atribuída às limitações do próprio método de medição, uma vez que a remoção localizada do recobrimento não garante, em escala micrométrica, a completa eliminação da camada depositada, podendo também resultar na remoção involuntária de parte do substrato.

#### 4.3.5 Composição química

A Tabela 4.8 apresenta as porcentagens em massa dos elementos identificados nos recobrimentos RE-1 e RE-2 por meio da análise EDS, acompanhadas das respectivas incertezas absolutas. Os resultados correspondem à média aritmética obtida a partir de quatro espectros de cada amostra, sendo as incertezas calculadas pelo desvio padrão dessas medições.

Tabela 4.8. Composição química dos recobrimentos das amostras RE-1 e RE-2, em porcentagens em massa dos elementos e respectivas incertezas em valores absolutos.

<b>Elemento</b>	<b>RE-1</b>		<b>RE-2</b>	
	<b>(%)</b>	<b>(σ)</b>	<b>(%)</b>	<b>(σ)</b>
<b>Mo</b>	36,0	± 0,8	31,9	± 0,8
<b>O</b>	22,7	± 0,3	19,7	± 0,5
<b>S</b>	20,9	± 0,5	18,8	± 0,3
<b>Ni</b>	6,0	± 0,2	11,6	± 0,8
<b>Si</b>	3,7	± 0,1	3,5	± 0,1
<b>Fe</b>	3,5	± 0,1	5,5	± 0,4
<b>Cr</b>	2,6	± 0,1	4,7	± 0,4
<b>Mg</b>	2,0	± 0,1	1,9	± 0,1
<b>Al</b>	1,5	± 0,1	1,4	± 0,1
<b>K</b>	0,5	± 0,1	0,4	± 0,1
<b>Ti</b>	0,4	± 0,1	0,5	± 0,1
<b>Ca</b>	0,3	± 0,1	0,3	± 0,1

A amostra RE-1 apresentou concentrações ligeiramente superiores de Mo, O e S em comparação à RE-2. Embora essas diferenças se mantenham mesmo considerando as incertezas, elas não são suficientemente expressivas para indicar, de forma conclusiva, uma deposição mais eficiente do precursor. Tais variações podem estar associadas à região analisada, à espessura local do recobrimento ou à própria natureza pontual da técnica de EDS. A mesma interpretação pode ser atribuída em relação a maior presença de elementos característicos do substrato de liga Inconel 718 (Ni, Cr e Fe) na amostra RE-2. Já os teores de Si, Mg, Al, K, Ti e Ca apresentaram-se semelhantes entre os dois recobrimentos, sugerindo que esses elementos, possivelmente oriundos de impurezas do pó precursor ou do próprio substrato, não influenciaram de forma significativa a composição final.

#### 4.3.6 Raman do recobrimento

A Figura 4.24 apresenta os espectros Raman do recobrimento de MoS<sub>2</sub> nas amostras RE-1 (linha magenta) e RE-2 (linha azul).

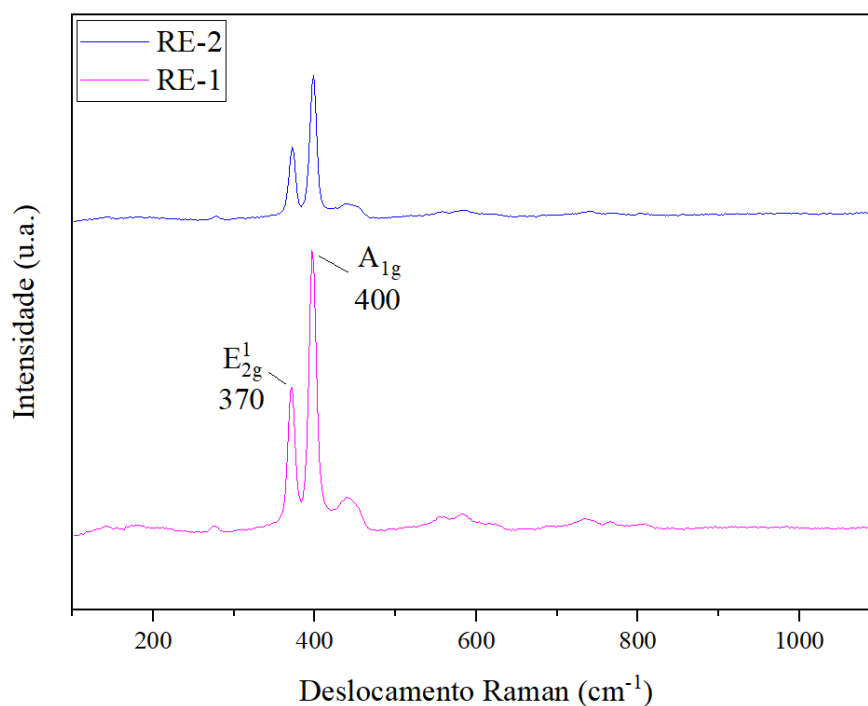


Figura 4.24. Espectro Raman dos recobrimentos das amostras RE-1 e RE-2, evidenciando os picos de maior intensidade com seus respectivos modos vibracionais.

Os principais picos em ambas as curvas aparecem em posições semelhantes às observadas no espectro do pó precursor, próximos a  $370\text{ cm}^{-1}$  e  $400\text{ cm}^{-1}$ , confirmando a presença de bissulfeto de molibdênio aderido à superfície dos substratos. No entanto, a intensidade dos picos em RE-1 é superior à observada em RE-2, o que pode estar relacionado à sensibilidade do equipamento, uma vez que pequenas variações no posicionamento da amostra ou no foco do feixe de laser são suficientes para ocasionar diferenças na intensidade dos picos Raman (VANDENABEELE, 2013).

O modo  $E_{2g}^1$  é formado pela vibração dos átomos de enxofre (S) e molibdênio (Mo) em direções opostas, porém no mesmo plano, enquanto o modo  $A_{1g}$  é formado pela vibração fora do plano apenas dos átomos de enxofre. Esses picos podem apresentar ligeiro deslocamento para esquerda ou para a direita, dependendo do número de camadas (SATHIYAN et al., 2015; WANI et al., 2023). A identificação desses modos confirma a presença de  $\text{MoS}_2$  no recobrimento.

#### 4.3.7 Mapa composicional

A distribuição espacial dos principais elementos detectados na análise EDS dos recobrimentos RE-1 e RE-2, são apresentados nas Figura 4.25 e Figura 4.26, respectivamente.

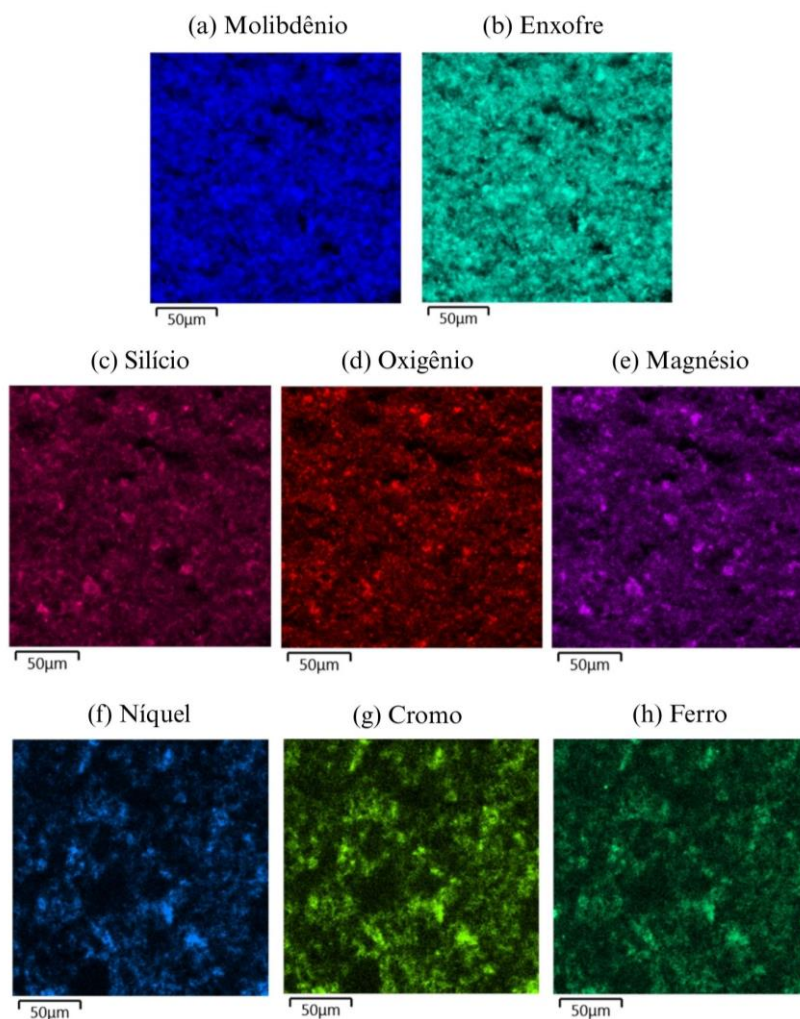


Figura 4.25. Mapa composicional do recobrimento da amostra RE-1, na magnificação de 1000x, destacando a presença e a localização relativa dos principais elementos encontrados, sendo (a) molibdênio, (b) enxofre, (c) silício, (d) oxigênio, (e) magnésio, (f) níquel, (g) cromo e (h) ferro.

Em ambos os recobrimentos, observa-se uma distribuição relativamente homogênea dos elementos Mo (a) e S (b), sem pontos mais claros em regiões distintas.

Os pontos escuros na região inferior de RE-1 (Figura 4.25), observados nas figuras (a) e (b), sugerem a presença de vazios ou áreas com espessura muito reduzida, uma vez que os elementos do substrato (Ni, Cr e Fe) aparecem em seus respectivos espectros nas imagens (f), (g) e (h). O mesmo ocorre em RE-2 (Figura 4.26), porém com maior quantidade de regiões escuras e com intensidades mais baixas, o que corrobora a análise EDS, em que esses elementos do substrato foram detectados em maiores porcentagens mássicas.

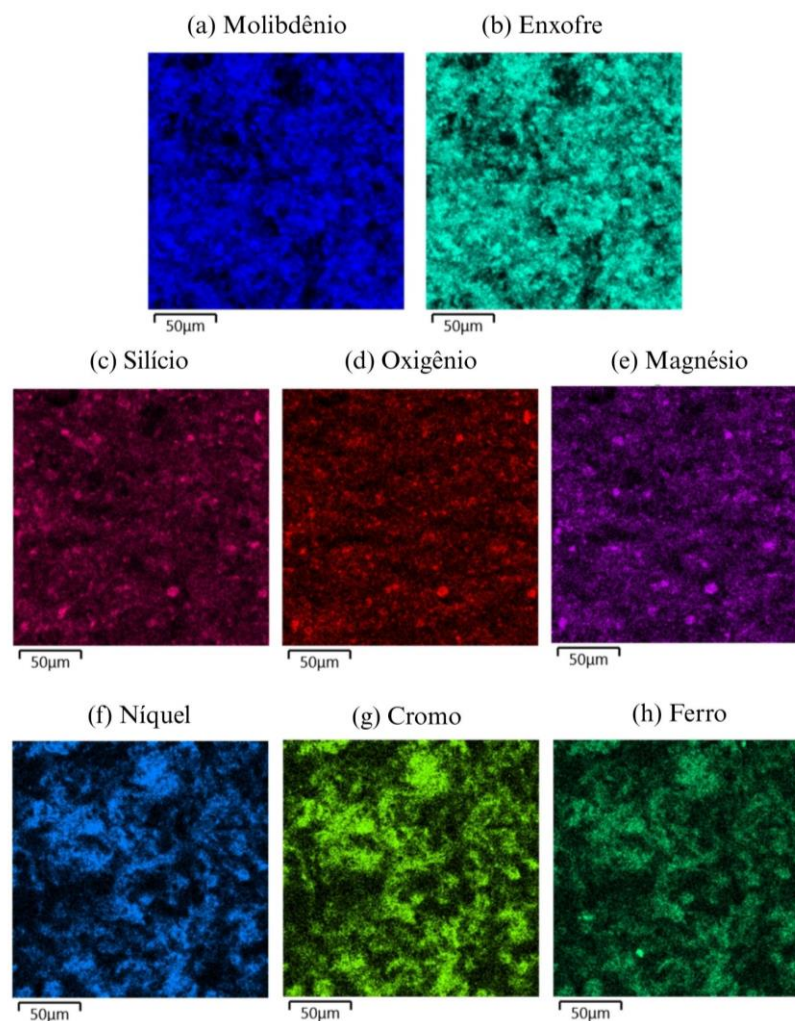


Figura 4.26. Mapa composicional do revestimento da amostra RE-2, na magnificação de 1000x, destacando a presença e a localização relativa dos principais elementos encontrados, sendo (a) molibdênio, (b) enxofre, (c) silício, (d) oxigênio, (e) magnésio, (f) níquel, (g) cromo e (h) ferro.

A sobreposição espacial observada nos mapas de distribuição dos elementos Si, O e Mg no revestimento RE-1 e RE-2 sugere a possível formação de compostos contendo esses elementos em conjunto. Uma possibilidade com a natureza desses elementos é a formação de silicatos de magnésio, como forsterita ( $Mg_2SiO_4$ ) ou enstatita ( $MgSiO_3$ ).

#### 4.3.8 Caracterização estrutural dos revestimentos por difração de raios-X

Na Figura 4.27, o difratograma de raios-X dos revestimentos RE-1 (linha magenta) e RE-2 (linha azul) são apresentados com os respectivos picos referentes ao substrato Inconel 718

(círculo) e ao pó precursor  $\text{MoS}_2$  (estrela), indicando seus planos cristalográficos. No caso da liga Inconel 718, os picos também indicam a fase do sólido, conforme relatado no estudo de Liu et al. (2024).

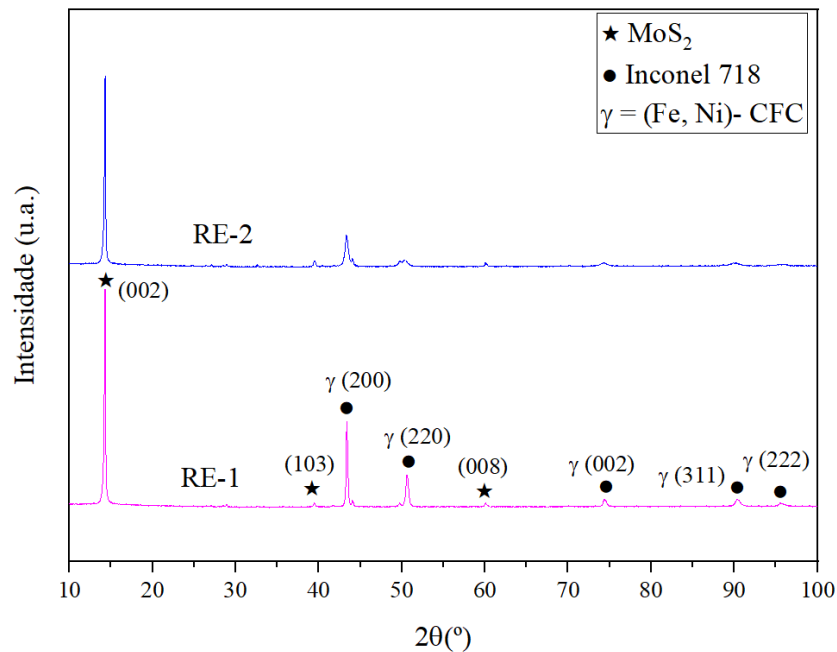


Figura 4.27. Difratoograma de raios-X dos recobrimentos RE-1 e RE-2 com os planos cristalográficos do pó precursor e do substrato.

Os padrões de difração de raios X obtidos para os recobrimentos de  $\text{MoS}_2$  mostram-se compatíveis com os planos cristalográficos típicos da fase 2H- $\text{MoS}_2$ , em conformidade com os resultados apresentados por Wang et al. (2023), cujos picos também foram indexados para a fase 2H- $\text{MoS}_2$ , com destaque para os planos (002), (100), (103), (105) e (110). O presente trabalho também evidencia a presença do pico (002) como o mais intenso, localizado na região de  $2\theta \approx 14,3^\circ$ , característico da orientação preferencial das lamelas de  $\text{MoS}_2$ , assim como identificado por Zhu e Kamali (2023).

Para uma melhor visualização dos picos identificados nos difratogramas, recomenda-se consultar a Tabela 4.9, onde estão descritos o número de cada pico, o deslocamento angular em  $2\theta$  e os respectivos índices de Miller dos planos cristalográficos associados.

Tabela 4.9. Números de picos com seus respectivos deslocamentos e planos cristalográficos para o recobrimento das amostras RE-1 e RE-2.

N°	2θ	h	k	l
1	14,3	0	0	2
2	39,5	1	0	3
3	43,4	2	0	0
4	50,6	2	2	0
5	60,1	0	0	8
6	74,3	0	0	2
7	90,4	3	1	1
8	95,6	2	2	2

Os picos identificados e seus planos cristalográficos estão em consonância com trabalhos recentes, como os estudos de Liu et al., (2024) e Nguyen et al., (2019).

## 5 Conclusão

Este trabalho investigou o processo a deposição de recobrimentos de bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ) sobre substratos de Inconel 718 utilizando a técnica de *High Velocity Plasma Spray*, com foco na caracterização microestrutural, morfológica e composicional dos recobrimentos formados. O estudo compreendeu desde a análise do pó precursor até a avaliação das propriedades dos recobrimentos em diferentes condições de superfície dos substratos.

A caracterização do pó precursor revelou morfologia lamelar típica do  $\text{MoS}_2$ , distribuição granulométrica assimétrica com predomínio de partículas entre 6 e 10  $\mu\text{m}$  e estabilidade térmica relativa até aproximadamente 500 °C, conforme evidenciado pelas análises TGA e DSC. As análises Raman e DRX confirmaram a estrutura cristalina do  $\text{MoS}_2$ , bem como transformações térmicas associadas à oxidação.

Os substratos foram avaliados em duas condições: sem tratamento superficial (SUB-1) e jateado com microesferas de vidro (SUB-2). Os recobrimentos resultantes (RE-1 e RE-2) mostraram morfologia heterogênea com partículas fundidas, composição química compatível com o precursor, e baixa porosidade (3,5% e 3,6%, respectivamente), características que os tornam mais adequados para aplicações como recobrimentos de barreira ambiental, nas quais a densidade do recobrimento é essencial para impedir a difusão de espécies gasosas em ambientes

severos. Ambos os recobrimentos apresentaram concentrações compatíveis de Mo e S, indicando uma deposição satisfatória do precursor.

Os resultados demonstraram que a técnica HVPS é eficaz na deposição de MoS<sub>2</sub>, com preservação da estrutura lamelar do material e formação de recobrimentos de baixa porosidade. As variações nas condições de superfície dos substratos não diferenciaram a qualidade do recobrimento, porém, é sugerido que etapas adicionais de preparação superficial e estudos de parâmetros operacionais possam potencializar a eficiência do processo.

## 6 Sugestões para Trabalhos Futuros

Com o objetivo de auxiliar as pesquisas envolvendo a deposição de precursores líquidos pela técnica de plasma spray, observou-se a possibilidade de desenvolvimento de novos procedimentos e análises que podem contribuir para o aperfeiçoamento do processo e a obtenção de resultados mais robustos. Destacam-se como propostas de investigação:

- Simulação de diferentes parâmetros da solução precursora;
- Variação da rugosidade dos substratos;
- Ensaio de desgaste por *pin-on-disk*;
- Análise por Microscopia de Força Atômica (AFM);
- Ensaio de aderência por *Scratch Test*;
- Testes de dureza;
- Análise de corrosão pelo método de Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS).
- Ensaio tribológico

## Referências

ABDOLLAHI, S.; RAISSI, H.; FARZAD, F. Examine stability polyvinyl alcohol-stabilized nanosuspensions to overcome the challenge of poor drug solubility utilizing molecular dynamic simulation. **Scientific Reports**, v. 14, n. 1, p. 17386, 29 jul. 2024.

AMERICAN WELDING SOCIETY. **Thermal Spraying: Practice, Theory, and Application**. Miami: American Welding Society, 1995.

ASTM INTERNATIONAL. **ASTM E2109-01 Standard Test Methods for Determining Area Percentage Porosity in Thermal Sprayed Coatings**. [s.l.: s.n.].

ASTM INTERNATIONAL. **ASTM E3-11(2017): Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens**. West Conshohocken: [s.n.].

BADRAK, R. P. Status of Precipitation Hardened Nickel Base Alloys Including 718 for Oilfield Applications. In: **8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives**. [s.l.] Wiley, 2014. p. 491–502.

BHUSHAN, B. **Introduction to Tribology**. 2. ed. Hoboken, NJ: Wiley-Blackwell, 2013.

BITTENCOURT, J. A. **Fundamentals of Plasma Physics**. 4. ed. [s.l.] Springer Science & Business Media, 2018.

BOULOS, M. I. et al. Plasma Spray Process Integration. In: **Handbook of Thermal Plasmas**. Cham: Springer International Publishing, 2023. p. 1313–1422.

BOULOS, M. I.; FAUCHAIS, P. L.; PFENDER, E. Plasma Spray Torches. In: **Handbook of Thermal Plasmas**. Cham: Springer International Publishing, 2023. p. 795–848.

BOULOS, M. I.; FAUCHAIS, P.; PFENDER, E. **Thermal Plasmas**. Boston, MA: Springer US, 1994.

BOUYER, E.; GITZHOFER, F.; BOULOS, M. I. Suspension plasma spraying for hydroxyapatite powder preparation by RF plasma. **IEEE Transactions on Plasma Science**, v. 25, n. 5, p. 1066–1072, 1997.

BRASIL. **Ministério da Saúde. Gabinete do Ministro. Portaria N° 888, de 04 de maio de 2021. Diário Oficial da União** Brasil, DF, 2021.

BRUCE, R. W. Lubricants. In: BRUCE, R. W. (Ed.). **Handbook of Lubrication and Tribology**. 2. ed. [s.l.] Taylor & Francis Group, 2012. v. 2 Theory and Design.

CALIARI, F. R. **Desenvolvimento de processo de deposição via plasma térmico de materiais cerâmicos e metálicos em substrato de liga de titânio para aplicações aeroespaciais**. São José dos Campos: Universidade Federal de São Paulo, 2016.

CALIARI, F. R. et al. Supersonic Plasma Spray Deposition of CoNiCrAlY Coatings on Ti-6Al-4V Alloy. **Journal of Thermal Spray Technology**, v. 26, n. 5, p. 880–889, 1 jun. 2017.

CAMPBELL, M. E. **Solid Lubricants: A Survey**. Washington, DC: [s.n.].

CHAPMAN, B. N. **Glow Discharge Processes: Sputtering and Plasma Etching**. [s.l.] John Wiley & Sons, 1980.

CRAWMER, D. E. Thermal Spray Processes. In: **Thermal Spray Technology**. [s.l.] ASM International, 2013. p. 33–53.

DAVIS, J. R. (ED.). **ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt, and Their Alloys**. [s.l.] ASM International, 2000.

DEBARBADILLO, J. J.; MANNAN, S. K. Alloy 718 for Oilfield Applications. **JOM**, v. 64, n. 2, p. 265–270, 11 fev. 2012.

DEMPSTER, I.; WALLIS, R. Heat Treatment Metallurgy of Nickel-Base Alloys. In: TOTTEN, G. E. (Ed.). **Heat Treating of Nonferrous Alloys**. [s.l.] ASM International, 2016. p. 399–425.

EISELSTEIN, H. **Nickel-base age-hardenable alloy**. United States U.S. Patent and Trademark Office, , 24 jul. 1962. Disponível em: <<https://patentimages.storage.googleapis.com/8b/1c/13/7fde57908a4c71/US3046108.pdf>>.

Acesso em: 12 nov. 2024

EVERHART, J. L. **Engineering Properties of Nickel and Nickel Alloys**. Boston, MA: Springer US, 1971.

FAUCHAIS, P. Understanding plasma spraying. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 37, n. 9, p. R86–R108, 7 maio 2004.

FAUCHAIS, P. L.; HEBERLEIN, J. V. R.; BOULOS, M. I. Introduction. In: **Thermal Spray Fundamentals: From Powder to Part**. Boston, MA: Springer US, 2014a. p. 1–15.

FAUCHAIS, P. L.; HEBERLEIN, J. V. R.; BOULOS, M. I. D.C. Plasma Spraying. In: **Thermal Spray Fundamentals**. Boston, MA: Springer US, 2014b. p. 383–477.

FAUCHAIS, P. L.; HEBERLEIN, J. V. R.; BOULOS, M. I. Surface Preparation. In: **Thermal Spray Fundamentals**. Boston, MA: Springer US, 2014c. p. 755–805.

FLEISCHAUER, P. D.; LINCE, J. R. A comparison of oxidation and oxygen substitution in MoS<sub>2</sub> solid film lubricants. **Tribology International**, v. 32, n. 11, p. 627–636, nov. 1999.

FRIDMAN, A. **Plasma Chemistry**. [s.l.] Cambridge University Press, 2008.

FRIDMAN, A. A.; KENNEDY, L. A. **Plasma Physics and Engineering**. [s.l.] Taylor & Francis, 2004.

FULLER, J. E. Electrical Discharge Machining. In: **ASM Handbook Volume 16: Machining**. [s.l.] ASM International, 1989. p. 557–564.

GAUTAM, R. K. S. et al. Synergistic Effect of MoS<sub>2</sub> and Ag on High-Temperature Tribology of Self-Lubricating Ni-Based Composite Coatings by Cold Spray Deposition. **Journal of Thermal Spray Technology**, v. 34, n. 4, p. 1281–1297, 19 abr. 2025.

GOLDSTEIN, J. I. et al. **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis**. New York, NY: Springer New York, 2018.

HOLMBERG, K.; MATTHEWS, A. **Coatings tribology: contact mechanisms, deposition techniques and application**. 2. ed. [s.l.] Elsevier, 2009.

INGOLE, S. P. Coatings Tribology. In: **Tribology for Scientists and Engineers**. New York, NY: Springer New York, 2013. p. 269–291.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 25178-2 Geometrical product specifications (GPS) — Surface texture: Areal — Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters.** [s.l: s.n.].

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 13322-1 Particle size analysis — Image analysis methods — Part 1: Static image analysis methods.** [s.l: s.n.].

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 2808 Paints and varnishes — Determination of film thickness.** [s.l: s.n.].

IONASHIRO, M. **Giolito: Princípios Básicos da Termogravimetria e Análise Térmica Diferencial/ Calorimetria Exploratória Diferencial.** Araraquara: GIZ, 2004.

JAYANTH, N. et al. A study on wear resistance on graphene coated Inconel 718. **Materials Today: Proceedings**, maio 2024.

KHONSARI, M. M.; BOOSER, E. R. **Applied tribology.** 3. ed. Nashville, TN: John Wiley & Sons, 2017.

KRACKE, A. **Superalloys, the Most Successful Alloy System of Modern Times - Past, Present, and Future.** (E.A. Ott et al., Eds.)7th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives. **Anais...**Pittsburgh: A John Wiley & Sons, out. 2010.

KUMAR, A. et al. Optimization of mechanical and corrosion properties of plasma sprayed low-chromium containing Fe-based amorphous/nanocrystalline composite coating. **Surface and Coatings Technology**, v. 370, p. 255–268, jul. 2019.

LI, H.-P.; PFENDER, E.; CHEN, X. Application of Steenbeck's minimum principle for three-dimensional modelling of DC arc plasma torches. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 36, n. 9, p. 1084–1096, 2003.

LIMA, C. C.; TREVISAN, R. **Aspersão Térmica: fundamentos e aplicações.** 2. ed. São Paulo: Artliber Editora, 2007.

LIMA, C. R. C. **Proposta de um novo metodo de aplicação de revestimentos metal-ceramicos por aspersão termica a plasma**. Campinas, SP: Universidade Estadual de Campinas, 1996.

LINCE, J. R. Doped MoS<sub>2</sub> Coatings and Their Tribology. In: **Encyclopedia of Tribology**. Boston, MA: Springer US, 2013. p. 782–785.

LIU, H. et al. Characterization and Analysis of Inconel 718 Alloy Ground at Different Speeds. **Chinese Journal of Mechanical Engineering**, v. 37, n. 1, p. 34, 2024.

LUDEMA, K. C.; AJAYI, O. O. **Friction, wear, lubrication: a textbook in tribology**. 2. ed. Boca Raton: Taylor & Francis, CRC Press, 2019.

MANKINS, W. L.; LAMB, S. Nickel and Nickel Alloys. In: **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials**. [s.l.] ASM International, 1990. p. 428–445.

MIRANDA, F. DE S. **Técnica inovadora de plasma spray para deposição de monocamadas de SiO<sub>2</sub>-SiC sobre compósito C/C**. São José dos Campos: Instituto Tecnológico de Aeronáutica, 2018.

MIRANDA, F. S. et al. High-velocity plasma spray process using hybrid SiO<sub>2</sub> + ZrO<sub>2</sub> precursor for deposition of environmental barrier coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 404, p. 126447, dez. 2020a.

MIRANDA, F. S. et al. High-velocity plasma spray process using hybrid SiO<sub>2</sub> + ZrO<sub>2</sub> precursor for deposition of environmental barrier coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 404, 25 dez. 2020b.

MIYOSHI, K. **Solid Lubrication: Fundamentals and Application**. [s.l.] Marcel Dekker, 2001.

MURPHY, A. B.; UHRLANDT, D. Foundations of High-Pressure Thermal Plasmas. **Plasma Sources Science and Technology**, v. 27, n. 6, p. 063001, 2018.

MYOUNG, S.-W. et al. Microstructure design and mechanical properties of thermal barrier coatings with layered top and bond coats. **Surface and Coatings Technology**, v. 205, n. 5, p. 1229–1235, nov. 2010.

NGUYEN, T. M. N. et al. Fabrication of MoS<sub>2</sub> Nanoflakes Supported on Carbon Nanotubes for High Performance Anode in Lithium-Ion Batteries (LIBs). **Journal of Nanomaterials**, v. 2019, p. 1–7, 28 dez. 2019.

OUYANG, J.-H.; CAO, G.; WANG, S.-Q. Environmental Barrier Coatings (EBCs) for Silicon-Based Ceramics and Composites. In: **Ceramic Coatings for High-Temperature Environments: From Thermal Barrier to Environmental Barrier Applications**. [s.l.] Springer, 2024. p. 243–281.

PAWLOWSKI, L. **The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings**. 2. ed. [s.l.] John Wiley & Sons, 2008.

RAMPON, R.; FILIATRE, C.; BERTRAND, G. Suspension Plasma Spraying of YPSZ Coatings: Suspension Atomization and Injection. **Journal of Thermal Spray Technology**, v. 17, n. 1, p. 105–114, 28 mar. 2008.

REED, R. C. **The Superalloys**. Cambridge, England: Cambridge University Press, 2006.

ROTH, J. R. **Industrial Plasma Engineering, Volume 1: Principles**. [s.l.] Institute of Physics Publishing Bristol and Philadelphia, 1995. v. 1

SAIKAT, I. M. et al. Effect of water vapor on tribological performance of Inconel 718 at different conditions for next-generation gas turbine engine. **Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology**, 27 fev. 2025.

SATHIYAN, S. et al. Evolution of the Polarizing Effect of MoS<sub>2</sub>. **IEEE Photonics Journal**, v. 7, n. 6, p. 1–10, dez. 2015.

SCHWEITZER, P. A. **Metallic materials: Physical, mechanical, and corrosion properties**. New York: Marcel Dekker Inc, 2003.

SIDDIQUI, M. S. et al. Highly sensitive few-layer MoS<sub>2</sub> nanosheets as a stable soil moisture and humidity sensor. **Sensors and Actuators B: Chemical**, v. 365, p. 131930, ago. 2022.

SILVA, R. J. **Desenvolvimento de um Sistema de Aspersão Térmica para Pós Cerâmicos Utilizando Tocha de Plasma de Arco Estendido do Tipo Tornado**. São José dos Campos: Instituto Tecnológico de Aeronáutica, 2023.

SPALVINS, T. Morphological and frictional behavior of sputtered MoS<sub>2</sub> films. **Thin Solid Films**, v. 96, n. 1, p. 17–24, out. 1982.

SPECIAL METALS CORPORATION. **Inconel Alloy 718**. New York: [s.n.]. Disponível em: <<https://www.specialmetals.com/documents/technical-bulletins/inconel/inconel-alloy-718.pdf>>. Acesso em: 13 nov. 2024.

TUCKER, R. C. Introduction to Thermal Spray Technology. In: **Thermal Spray Technology**. [s.l.] ASM International, 2013. p. 3–9.

ULTRAMARI JUNIOR, P. C. **Estudo do Recobrimento de Carbetto de Nióbio em Substrato de Aço SAE 1020 Empregando a Técnica de Plasma Spray de Alta Velocidade**. São José dos Campos: Instituto Tecnológico de Aeronáutica, 2024.

VANDENABEELE, P. **Practical Raman Spectroscopy**. [s.l.] Wiley, 2013.

VIKRAMAN, H. K. et al. Highly Selective, Room-Temperature Triethylamine Sensor Using Humidity-Resistant Novel TiZn Alloy Nanoparticles-Decorated MoS<sub>2</sub> Nanosheets. **Small**, v. 21, n. 1, 5 jan. 2025.

WANG, C. et al. Effect of Substrate Roughness and Contact Scale on the Tribological Performance of MoS<sub>2</sub> Coatings. **Lubricants**, v. 11, n. 5, p. 191, 27 abr. 2023.

WANI, M. F. et al. Design, fabrication and characterization of MoS<sub>2</sub> self-lubricating pure MoS<sub>2</sub> Coatings for space applications using PVD magnetron sputtering. **E3S Web of Conferences**, v. 401, p. 05084, 11 jul. 2023.

WINDOM, B. C.; SAWYER, W. G.; HAHN, D. W. A Raman Spectroscopic Study of MoS<sub>2</sub> and MoO<sub>3</sub>: Applications to Tribological Systems. **Tribology Letters**, v. 42, n. 3, p. 301–310, jun. 2011.

XU, Z. et al. The Friction and Wear Behaviours of Inconel 718 Superalloys at Elevated Temperature. **Frontiers in Materials**, v. 8, 3 dez. 2021.

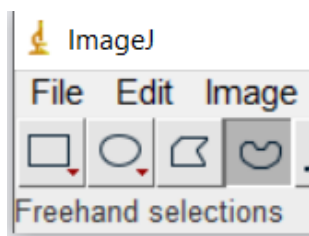
ZHANG, X. et al. Composite Fe-Cr-V-C Coatings Prepared by Plasma Transferred-Arc Powder Surfacing. **Materials**, v. 16, n. 14, p. 5059, 18 jul. 2023.

ZHU, W.; KAMALI, A. R. Thermal oxidation of MoS<sub>2</sub> into defective crystalline MoO<sub>3</sub> with enhanced Li-ion storage kinetics. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 968, p. 171823, dez. 2023.

ZHUKOV, M. F.; ZASYPKIN, I. M. (EDS.). **Thermal Plasma Torches: Design, Characteristics, Applications**. Zhukov, M. F, ed. [s.l.] Cambridge International Science Publishing Ltd, 2007.

## Apêndice A – Granulometria do pó por análise de Imagem

1. Abra o ImageJ.
2. Selecione *File > Open* e abra a imagem da micrografia desejada.
3. Amplie ao máximo a região da escala da micrografia.
4. Utilize a ferramenta *Straight Line* para desenhar uma linha horizontal sobre a extensão exata da escala. Para garantir que a linha seja horizontal, mantenha pressionada a tecla *Shift*.
5. Acesse *Analyze > Set Scale*. Insira o valor correspondente à escala da micrografia em *Known distance*, a unidade em *Unit of length* e confirme.
6. Ir em *Image > Type > 8-bit* para converter a imagem em tons de cinza.
7. Preencha manualmente cada grão utilizando a ferramenta de seleção (*Freehand selections*) clicando no ícone.



8. Registre a medida da partícula: a) Após selecionar a partícula, pressione *Ctrl + M* (atalho para "Medir"). b) A medida será adicionada automaticamente à janela de resultados.
9. Repita os passos 7 e 8 para cada partícula que desejar medir.
10. Para salvar o arquivo na extensão *.csv*, vá na janela de resultados, e selecione *File > Save As*.

Salve a imagem final (opcional): a) Caso queira salvar a imagem com as seleções ou anotações, vá em: *Arquivo > Salvar Como > TIF* (ou outro formato desejado).

## Apêndice B – Porosidade dos recobrimentos por análise de imagem

1. Abra o ImageJ.
2. Selecione *File > Open* e abra a imagem desejada para análise de porosidade.
3. Acesse *Image > Type > 8-bit* (caso ainda não esteja nesse formato).
4. Utilize a ferramenta *Rectangle* para selecionar a maior área possível do recobrimento, evitando interfaces. Corte a seleção com *Image > Crop* ou pressione *Ctrl+Shift+X*.
5. Acesse *Image > Adjust > Threshold* ou pressione *Ctrl+Shift+T*.
6. Ajuste o limiar arrastando as barras deslizantes para zero e, em seguida, aumente lentamente o valor inferior até que as regiões escuras (porosidade) fiquem vermelhas.
7. Clique em *Apply* para converter a imagem em binária.
8. Acesse *Analyze > Analyze Particles*. Marque apenas *Display Results* e clique em *OK*.
9. Revise a coluna *Area* nos resultados. Identifique áreas associadas a arrancamentos (áreas muito grandes) ou óxidos/ruídos (áreas muito pequenas).
10. Feche os resultados. Clique em *Don't Save*.
11. Acesse novamente *Analyze > Analyze Particles*. Desmarque *Display Results*, marque *Summarize* e defina a faixa em *Size (pixel<sup>2</sup>)* para as áreas de porosidade (por exemplo, 2-80, pixel<sup>2</sup>).
12. Copie o valor de *%Area* do resumo e registre em planilha no Excel.
13. Repita a análise 3 vezes para cada imagem para maior precisão.
14. Calcule a média das frações de área de todas as imagens analisadas para determinar a porosidade da amostra.

## FOLHA DE REGISTRO DO DOCUMENTO

1. CLASSIFICAÇÃO/TIPO  <p style="text-align: center;"><b>DM</b></p>	2. DATA  <p style="text-align: center;">29 de julho de 2025</p>	3. REGISTRO N°  <p style="text-align: center;">DCTA/ITA/DM-039/2025</p>	4. N° DE PÁGINAS  <p style="text-align: center;">100</p>
5. TÍTULO E SUBTÍTULO:  Deposição de MoS <sub>2</sub> em Inconel 718 Empregando a Técnica de High Velocity Plasma Spray			
6. AUTOR(ES):  <b>Rodrigo de Siqueira Bicudo</b>			
7. INSTITUIÇÃO(ÕES)/ÓRGÃO(S) INTERNO(S)/DIVISÃO(ÕES):  Instituto Tecnológico de Aeronáutica - ITA			
8. PALAVRAS-CHAVE SUGERIDAS PELO AUTOR:  Tocha de plasma; Recobrimento; Velocity plasma spray.			
9. PALAVRAS-CHAVE RESULTANTES DE INDEXAÇÃO:  Tochas de plasma; Recobrimentos; Bissulfeto de molibdênio; Lubrificantes sólidos; Pulverização por plasma; Física de plasmas; Física.			
10. APRESENTAÇÃO: <span style="float: right;">( X ) Nacional      ( ) Internacional</span>  ITA, São José dos Campos. Curso de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Física. Área de Física de Plasmas. Orientador: Prof. Dr. Argemiro Soares da Silva Sobrinho; coorientador: Prof. Dr. Felipe de Souza Miranda. Defesa em 26/06/2025. Publicada em 2025.			
11. RESUMO:  Este trabalho investigou a deposição de bissulfeto de molibdênio (MoS <sub>2</sub> ) em substratos de Inconel 718 por meio da técnica de High Velocity Plasma Spray, visando a formação de recobrimentos a partir de lubrificantes sólidos. O estudo iniciou-se com a caracterização do pó precursor de MoS <sub>2</sub> , que apresentou morfologia lamelar, composição majoritária de molibdênio e enxofre, e estabilidade térmica até aproximadamente 500 °C, conforme evidenciado por TGA, DSC, DRX, EDS, MEV e espectroscopia Raman. Os substratos foram avaliados em diferentes condições, possibilitando a comparação do efeito da preparação superficial nos recobrimentos obtidos. Após a deposição, foram realizadas análises de rugosidade, porosidade, morfologia, composição química e estrutura cristalina dos recobrimentos. Ambos apresentaram porosidade inferior a 4%, morfologia anisotrópica compatível com a estrutura lamelar do precursor, e baixa incidência de regiões oxidadas, ainda que traços de MoO <sub>3</sub> tenham sido detectados. Por meio dos resultados obtidos foi constatado que os recobrimentos apresentam concentração compatível com a do pó precursor de bissulfeto de molibdênio. A caracterização estrutural confirmou a preservação da estrutura cristalina do MoS <sub>2</sub> após o processo térmico de aspersão, com bandas vibracionais características observadas nos espectros Raman e picos bem definidos no DRX. A análise integrada dos dados confirma que o processo HVPS é viável para aplicação de recobrimentos de MoS <sub>2</sub> sobre Inconel 718, sendo a condição da superfície do substrato um fator de baixo impacto na condição final do recobrimento. O trabalho contribui com dados sobre a aplicação do método HVPS para deposição de lubrificantes sólidos e propõe parâmetros operacionais eficientes para essa aplicação. Recomenda-se, em estudos futuros, a realização de ensaios tribológicos e eletroquímicos para avaliação da performance funcional dos recobrimentos.			
12. GRAU DE SIGILO:  <p style="text-align: center;">( X ) OSTENSIVO                      ( ) RESERVADO                      ( ) SECRETO</p>			