

COMPORTAMENTO EM EROSÃO A JATO DE LAMA DE REVESTIMENTOS DLC APLICADOS À INDÚSTRIA DE ÓLEO E GÁS

Juliana Souza de Oliveira¹, souzaoliveira.ju@gmail.com
Rubson Mação Camporez¹, rubsonmc@gmail.com
Natasha Vieira Dantas¹, natasha.dantas@edu.ufes.br
Newton Kiyoshi Fukumasu², newton.fukumasu@usp.br
André Paulo Tschiptschin², antschip@usp.br
Nathan Fantecelle Strey¹, nathan.strey@ufes.br
Cherlio Scandian¹, cherlio@hotmail.com

¹Universidade Federal do Espírito Santo (UFES) - Av. Fernando Ferrari, 514, Goiabeiras, Vitória/ES, Brasil.

²Universidade de São Paulo (USP) - Av. Professor Mello Moraes, 2235 - Butantã, São Paulo/SP, Brasil.

Resumo. Mitigar a formação de depósitos de incrustação em componentes utilizados no transporte de fluidos representam um desafio para a indústria de óleo e gás. A engenharia de superfícies tem atuado no desenvolvimento de revestimentos anti-incrustantes para aplicações em ambientes severos, dentre os quais destacam-se os DLC (*diamond-like carbon*) de comportamento superhidrofóbico. Este estudo avalia a resistência ao desgaste erosivo tanto do substrato quanto dos revestimentos DLC, por meio de ensaios de erosão a jato de lama. As amostras, constituídas de aço inoxidável superduplex UNS S32705, foram revestidas com DLC pelo processo de deposição física a vapor (PVD), incorporando uma camada intermediária de silício e espessura total aproximada de 1,2 μm (0,2 μm de Si + 1,0 μm de DLC). Os ensaios foram realizados utilizando partículas de areia suspensas em água, com velocidade do jato de 9 m/s, ângulo de impacto de 15°, vazão mássica de erodente de 270 g/min e massas de erodente variando entre 135g e 1620 g. Não foi observada perda de massa significativa após os ensaios; entretanto, análises de topografia superficial 3D revelaram deformação plástica e delaminação parcial do filme, indicando alta resistência ao desgaste erosivo e reforçando o potencial de aplicação dos revestimentos DLC em ambientes severos.

Palavras-chave: DLC. Revestimento. Superduplex. Erosão a jato de lama. Desgaste erosivo.

1. INTRODUÇÃO

Válvulas e tubos para condução de fluidos podem estar sujeitos a condições operacionais com potencial formação de incrustações, o que resulta em perda de eficiência ou falha do processo devido à restrição do escoamento de fluidos ou do acionamento das válvulas (LISKIEWICZ; AL-BORNO, 2014). Mitigar a formação de depósitos de incrustação em componentes utilizados no transporte de fluidos representa um desafio para a indústria de óleo e gás. As soluções atuais envolvem limpeza mecânica e o uso de inibidores químicos, no entanto, estudos recentes investigam o emprego de técnicas da Engenharia de Superfícies, seja por meio de tratamentos superficiais ou pela deposição de revestimentos anti-incrustantes. Nesse sentido, o desenvolvimento de revestimentos do tipo DLC (*diamond-like carbon*) surgem como alternativa promissora, especialmente quando apresentam comportamento superhidrofóbico (KLEINEN et al., 2007).

Por outro lado, o escoamento de fluidos contendo contaminantes sólidos, como a areia, contribuem de forma significativa para o desgaste erosivo, podendo resultar na redução de espessura ou no destacamento de revestimentos, comprometendo sua função protetora (LISKIEWICZ; AL-BORNO, 2014). O emprego eficaz de revestimentos DLC anti-incrustantes na indústria de óleo e gás está condicionado, portanto, à resistência ao desgaste erosivo, de forma que mitigue a formação de incrustações ao longo da vida útil do sistema.

Estudos anteriores demonstraram que os revestimentos de DLC podem falhar por diferentes mecanismos, dependendo da severidade e da natureza do desgaste erosivo. Para energias de impacto mais baixas, predominam mecanismos dúcteis de desgaste, como o microsulcamento e o microcorte. Em condições mais agressivas, impactos repetidos podem induzir danos por fadiga, favorecendo a iniciação de trincas e a delaminação interfacial (SPARKS; HUTCHINGS, 1991). A força de adesão entre o filme de DLC e o substrato, frequentemente avaliada por ensaio de riscamento, é um fator-chave que influencia a durabilidade do revestimento em ambientes erosivos (BULL, 1991).

Apesar do uso difundido de revestimentos DLC em aplicações tribológicas, há dados limitados sobre seu desempenho em condições que simulam erosão a jato de lama em baixo ângulo, como as tipicamente encontradas em linhas de escoamento submarinas. A interação entre a adesão ao substrato, a arquitetura do revestimento e os danos induzidos por partículas sob impactos repetidos permanece uma questão em aberto, exigindo uma abordagem combinada de caracterização de superfície e análise dos micromecanismos de desgaste.

Este estudo tem como objetivo investigar o comportamento tribológico e os mecanismos de desgaste erosivo do revestimento de carbono amorfo (a-C) DLC depositado sobre o aço inoxidável superduplex 2507 UNS S32750, a partir de ensaios de erosão a jato de lama.

2. METODOLOGIA

2.1. MATERIAL DO SUBSTRATO

O revestimento DLC foi depositado sobre o substrato de aço inoxidável superduplex UNS S32750 (2507), submetidas à tratamento térmico de solubilização posterior à laminação a quente, garantindo uma dureza de aproximadamente 2,5 GPa. A composição química do material é apresentada na Tabela 1. Amostras do aço 2507 foram recebidas com geometria retangular (50 mm × 25 mm × 4 mm) e acabamento superficial lixado. Com objetivo de uniformizar a superfície das amostras e garantir uma deposição eficiente do revestimento DLC, foi realizada preparação metalográfica até alcançar um alto grau de polimento das superfícies a partir da obtenção de valores de rugosidade média (R_a) inferiores a 0,01 μm (com cut-off de 0,08 mm). Inicialmente, realizou-se a etapa de lixamento com lixas abrasivas de granulometria #80 e #320, seguida por etapas sucessivas de polimento com suspensões de diamante de 6 μm e 3 μm , respectivamente. A análise da topografia superficial das amostras foi feita utilizando um perfilômetro 3D Sensofar, modelo S-neox, com a técnica de microscopia óptica confocal.

Tabela 1 – Composição química do substrato de aço inoxidável superduplex UNS S32750 (2507)

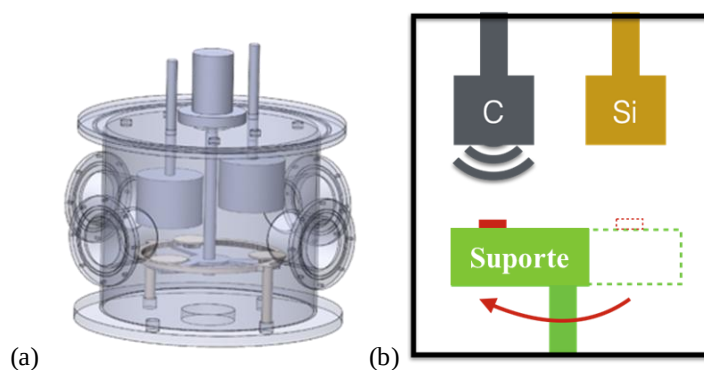
Fe	C	Cr	Cu	Mn	Mo	N	Ni	P	S	Si
Balance	0,01	24,94	0,17	0,78	3,79	0,29	6,87	0,02	<0,005	0,29

Fonte: Produção do próprio autor.

2.2. DEPOSIÇÃO DO REVESTIMENTO DLC

O processo de deposição foi realizado utilizando um sistema híbrido de Deposição Física de Vapor (PVD) operando com a técnica de pulverização catódica por *magnetron sputtering* com corrente contínua pulsada (pDCMS). A sequência de deposição foi conduzida em duas etapas distintas, empregando alvos separados de silício e carbono. Inicialmente, o substrato foi posicionado para a deposição da camada intermediária de silício, seguida pela aplicação do revestimento de carbono amorfo (a-C) DLC. Cada etapa foi ativada de forma independente, conforme esquema apresentado na Figura 1, evitando a codeposição e garantindo maior controle sobre a arquitetura multicamada (FUKUMASU et al., 2018; SANTOS et al., 2022).

Figura 1 – Esquema do reator a plasma: (a) região interna de deposição e (b) suporte do substrato em movimento rotativo em relação aos alvos de silício e carbono



Fonte: Produção do próprio autor.

O uso de uma camada intermediária de silício tem como objetivo melhorar a adesão de revestimentos à base de carbono em substratos metálicos, promovendo uma interface estável devido à alta energia de ligação entre os átomos de silício e carbono. Neuville e Matthews (2007) destacam que, essa compatibilidade química minimiza as descontinuidades interfaciais e contribui para uma maior resistência ao destacamento do filme sob condições de desgaste.

2.3. ENSAIOS DE EROSÃO A JATO DE LAMA

Os ensaios de erosão a jato de lama foram realizados utilizando o erosímetro da *Ducom Instruments*, modelo SJET 2.0. A Figura 2 apresenta uma representação esquemática do ensaio, indicando o ângulo de impacto do jato na amostra.

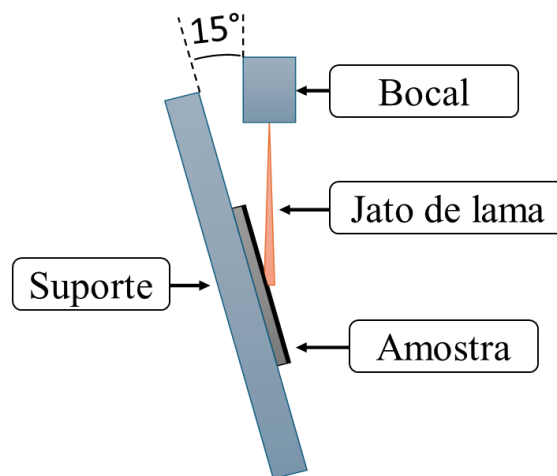
Nos ensaios, utilizou-se lama erodente composta por água e partículas de areia normal brasileira IPT N100 (conforme norma ABNT NBR 7215), com tamanho médio de 150 μm . Os demais parâmetros de ensaio estão listados na Tabela 2.

Tabela 2 – Parâmetros dos ensaios de erosão a jato de lama

Parâmetros	Valores
Ângulo de impacto ($^{\circ}$)	15
Velocidade do jato (m/s)	9
Vazão mássica de erodente (g/min)	270
Concentração de erodente (%)	4,2
Diâmetro do bocal (mm)	4
Massa acumulada de erodente (g) – revestimento DLC	135, 405, 810 e 1620
Massa acumulada de erodente (g) – substrato de aço 2507	135, 315 e 450

Fonte: Produção do próprio autor.

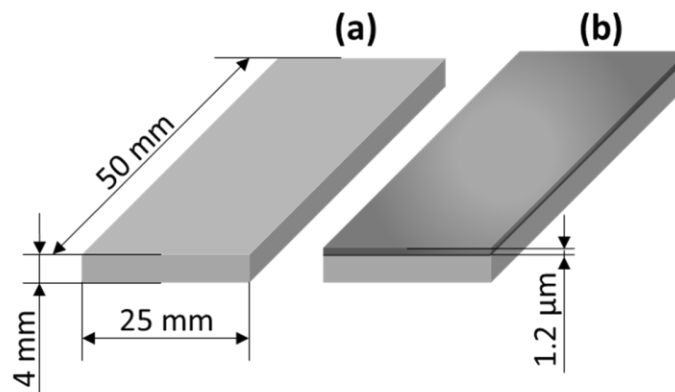
Figura 2 – Representação esquemática do ensaio de erosão a jato de lama



Fonte: Produção do próprio autor.

Análise gravimétrica foi empregada na avaliação da remoção de material em decorrência do desgaste erosivo ocorrido durante os ensaios de erosão a jato de lama. Antes e após cada ensaio, as amostras revestidas foram limpas com álcool etílico seguido de jato de ar quente para secagem, a fim de preservar a integridade do revestimento. As amostras do substrato de aço 2507, por sua vez, foram limpas com banho ultrassônico em acetona por 10 minutos e posterior secagem com jato de ar quente. Na sequência, ambas as amostras foram desmagnetizadas e, então, submetidas à pesagem. A perda de massa foi determinada a partir da média aritmética de cinco medições realizadas antes e depois de cada ensaio, utilizando uma balança analítica com resolução de 0,01 mg. Foram utilizadas uma amostra revestida com DLC e uma amostra de aço 2507 sem revestimento. A Figura 3 apresenta um desenho esquemático das amostras utilizadas nos ensaios de erosão a jato de lama.

Figura 3 – Representação esquemática das amostras: (a) aço 2507 e (b) revestimento DLC-PVD



Fonte: Produzido pelo próprio autor.

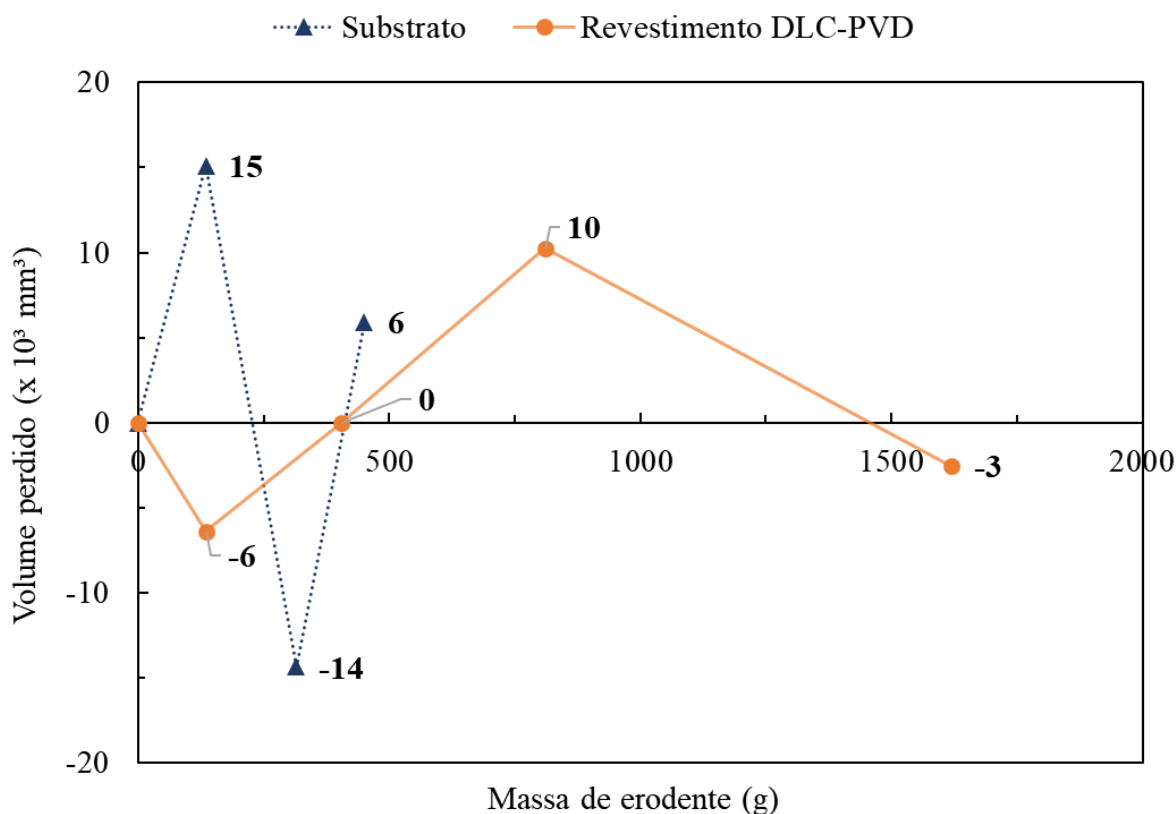
Os ensaios foram realizados de maneira interrompida, variando-se a massa de erodente, conforme apresentado na Tabela 2. A cada interrupção, foram realizadas análises de perda de massa e também de perfilometria 3D para avaliar a evolução do dano na superfície desgastada.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A deposição do revestimento DLC sobre o substrato de aço inoxidável superduplex UNS S32750 (2507) via técnica pDCMS resultou em uma camada de espessura 1,2 μm , incluindo a intercamada de silício de 0,2 μm . Ensaios de nanodureza instrumentada indicaram uma dureza de 17 GPa para revestimento DLC, cerca de 7 vezes superior à do substrato.

A Figura 4 apresenta os resultados obtidos para ambas as condições analisadas, revestida com DLC e substrato de aço 2507 sem revestimento. O volume perdido de material ao longo dos ensaios foi determinado a partir dos dados obtidos para perda de massa e com base na densidade do substrato de aço 2507 ($\rho \approx 7,8 \text{ g/cm}^3$). A remoção de material mensurada considerou apenas a densidade do substrato, tendo em vista que a massa do filme DLC representa apenas 0,009% de toda amostra e foi considerada desprezível.

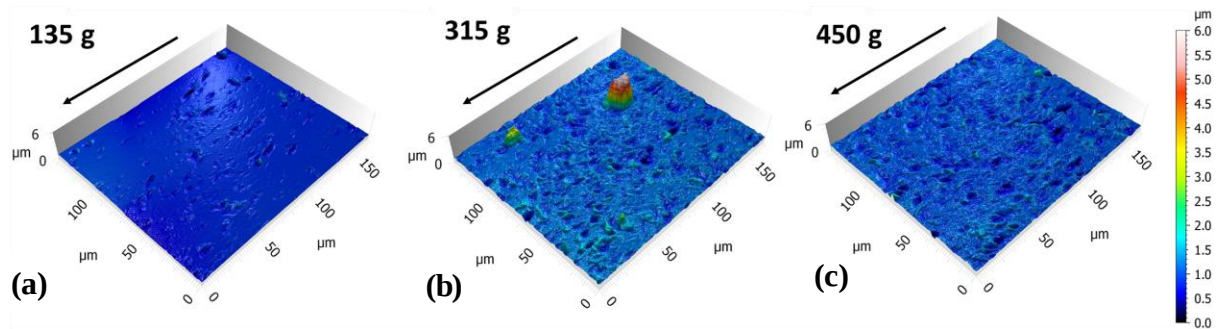
Figura 4 – Volume perdido em função da massa acumulada de erodente



Fonte: Produzido pelo próprio autor.

O comportamento apresentado pelo substrato de aço 2507 indica um período inicial de remoção de material seguido por um pequeno aumento de volume, e posterior perda de massa novamente. Embora as variações observadas sejam muito próximas à ordem de grandeza da incerteza de medição da balança, o aparente ganho de massa pode estar associado a um período de incubação descrito por Hutchings e Shipway (2017). Para alguns materiais dúcteis, as partículas de erodente podem ficar engastadas na superfície, resultando em um ganho de massa. No entanto, após esse período de incubação, o desgaste erosivo tende a aumentar linearmente com o aumento da massa de erodente (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017). Na Figura 5 são apresentadas imagens da superfície desgastada da amostra de aço 2507 sem revestimento, indicando mecanismos dúcteis de remoção de material.

Figura 5 – Análise de perfilometria 3D da superfície desgastada do substrato de aço 2507 após os ensaios de erosão a jato de lama com (a) 135g, (b) 315g e (c) 450g de massa acumulada de erodente. Nota: Setas pretas indicam a direção e o sentido do jato de lama



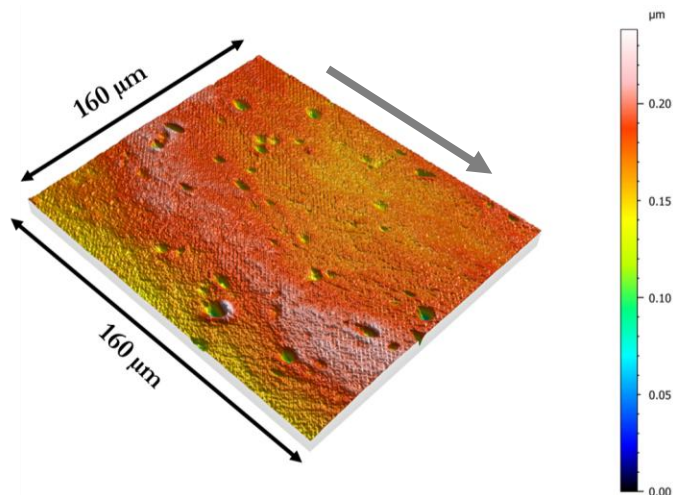
Fonte: Produzido pelo próprio autor.

Após o ensaio com 135g de erodente, observou-se a presença de deformação plástica causada pelo impacto de partículas que resultaram no deslocamento localizado de material, conforme Figura 5(a). O aumento da massa de erodente resultou em maior intensidade dos mecanismos plásticos de remoção de material, característicos do desgaste erosivo em materiais dúcteis. Na Figura 5(b), observa-se uma protuberância superficial, provavelmente resultante de uma partícula de erodente embutida na superfície, o que é consistente com o ganho de massa observado na Figura 4. Com uma massa acumulada de erodente de 450 g (Figura 5(c)), a topografia superficial permanece semelhante, com o desgaste ocorrendo predominantemente por sulcamento, formação de proa e microcorte raso, nos quais a deformação plástica localizada nas regiões de impacto promove o destacamento de material por ruptura plástica, resultando em pequena remoção de material.

O revestimento DLC apresentou resultados consistentes com a literatura, na qual Hutchings e Shipway (2017) afirmam que materiais frágeis tendem a exibir boa resistência ao desgaste erosivo sob baixos ângulos de impacto. Na Figura 4, observa-se que o volume de material removido para amostra revestida apresentou pequena variação em torno de zero, com valores dentro da incerteza de medição da balança, indicando pouca ou nenhuma remoção de material. No entanto, ainda que não houvesse perda de massa mensurável, análises de perfilometria 3D indicaram danos superficiais oriundos do processo erosivo.

Na Figura 6 é apresentada a topografia superficial do revestimento DLC após o ensaio com 135g de erodente, na qual observa-se deformação plástica localizada, caracterizada por pequenos deslocamentos de material ou por pontos de microcorte e pequenos sulcos superficiais. A profundidade desses sulcos foi inferior a 0,5 μm , não havendo, portanto, destacamento do filme DLC. De acordo com Hutchings e Shipway (2017), materiais considerados frágeis podem apresentar comportamento dúctil, no qual a remoção de material pode ocorrer apenas por deformação plástica. A fratura ocorrerá apenas quando o tamanho da indentação gerada por cada partícula de erodente exceder um certo limite, o qual é determinado pelo tamanho da partícula e pelas condições de impacto. Ao reduzir o tamanho ou a velocidade de impacto das partículas de erodente, os mecanismos de desgaste erosivo continuam no regime plástico e o material é desgastado de maneira dúctil (FINNIE, 1995).

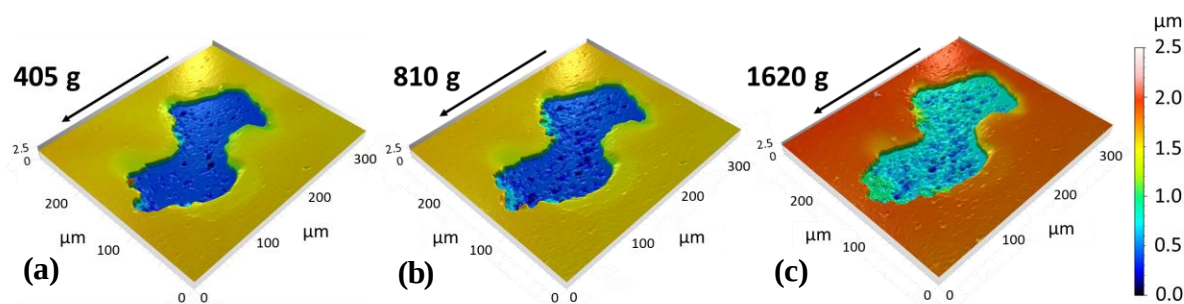
Figura 6 – Análise de perfilometria 3D da superfície desgastada do revestimento DLC após ensaio de erosão a jato de lama com 135g de erodente. Nota: Seta cinza indica a direção e o sentido do jato de lama



Fonte: Produzido pelo próprio autor.

A sequência de ensaios de erosão permitiu monitorar a evolução dos danos superficiais com o aumento da massa acumulada de erodente. Após o ensaio com 405 g de erodente (Figura 7a), foram observados mecanismos de desgaste frágeis, caracterizados pelo destacamento do revestimento de DLC e pela exposição do substrato. Esse comportamento é semelhante ao descrito por Bull (1991), em que o acúmulo de tensões interfaciais supera a resistência adesiva do revestimento, favorecendo o destacamento do filme a partir da propagação de trincas. Tal falha é comumente associada às tensões residuais geradas durante o processo de deposição, bem como à diferença entre os módulos de elasticidade do revestimento e do substrato. A medida que mais partículas de erodente impactam a superfície, ocorre um acúmulo de deformação plástica no material que resulta na nucleação e propagação de trincas e, eventualmente, no destacamento do revestimento (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017).

Figura 7 – Imagens de perfilometria 3D da progressão do dano em uma região de destacamento do filme DLC com o aumento da massa acumulada de erodente ao longo dos ensaios: (a) 405g, (b) 810g e (c) 1620g



Fonte: Produzido pelo próprio autor.

É importante destacar que, em aplicações tribológicas, a adesão na interface revestimento-substrato eficaz é um requisito fundamental, uma vez que revestimentos de DLC com baixa adesão são suscetíveis à fratura e delaminação prematuras sob carregamentos mecânicos (ERDEMIR; DONNET, 2006). Nesse contexto, a presença de silício promove a formação de ligações químicas entre o filme e o substrato, resultando em uma interface altamente adesiva (LISKIEWICZ; AL-BORNO, 2014). Nas Figuras 7b-c, correspondentes às massas acumuladas de 810g e 1620g de erodente, respectivamente, a área de destacamento permanece quase constante. No entanto, ocorre um aumento significativo na severidade do desgaste à medida que o substrato é exposto, indicando a progressão do dano tanto em profundidade como intensidade.

4. CONCLUSÕES

O revestimento DLC foi depositado sobre o substrato de aço inoxidável superduplex UNS S32750 (2507) com uma intercama de silício, resultando em um filme com 1,2 µm de espessura.

Não houve perda de massa significativa na amostra revestida com DLC após os ensaios de erosão a jato de lama.

Análise de perfilometria 3D das superfícies desgastadas indicaram deformação plástica associada a um efeito de tamanho, consistente com um comportamento dúctil sob impacto de partículas finas.

A falha do revestimento por destacamento foi identificada após uma massa acumulada de erodente de 405 g. Embora a área danificada do revestimento não tenha se expandido com o aumento da massa de erodente, observou-se um aumento progressivo na severidade do desgaste na região do substrato exposto.

5. REFERÊNCIAS

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 7215**: Cimento Portland - Determinação da resistência à compressão. Rio de Janeiro: ABNT, 1996.
- BULL, S. J. Failure modes in scratch adhesion testing. **Surface and Coatings Technology**, v. 50, n. 1, p. 25–32, 1991.
- ERDEMIR, A.; DONNET, C. Tribology of diamond-like carbon films: recent progress and future prospects. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 39, n. 18, p. R311, 2006.
- FINNIE, I. Some reflections on the past and future of erosion. **Wear**, v. 186, p. 1–10, 1995.
- FUKUMASU, N. K.; BERNARDES, C. F.; RAMIREZ, M. A.; TRAVA-AIROLDI, V. J.; SOUZA, R. M. D.; MACHADO, I. F. Local transformation of amorphous hydrogenated carbon coating induced by high contact pressure. **Tribology International**, v. 124, p. 200–208, 2018.
- HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. **Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials**. Butterworth-Heinemann, 2017.

KLEINEN, L.; BÖDE, U.; SCHENK, K.; BUSCH, H.; BRADENAH, J.; MÜLLER, S. C.; HILLEBRANDS B.; LAUBE, N. Amorphous carbon coatings inhibit crystalline biofilm formation on urological implants. **Plasma Processes and Polymers**, v. 4, n. S1, p. S386–S391, 2007.

LISKIEWICZ, T. W.; AL-BORNO, A. DLC coatings in oil and gas production. **Journal of Coating Science and Technology**, v. 1, n. 1, p. 59–68, 2014.

NEUVILLE, S.; MATTHEWS, A. A perspective on the optimisation of hard carbon and related coatings for engineering applications. **Thin Solid Films**, v. 515, n. 17, p. 6619–6653, 2007.

SANTOS, M. D.; FUKUMASU, N. K.; TSCHIPTSCHIN, A. P.; LIMA, N. B. D.; FIGUEROA, C. A.; WEBER, J. S.; SOUZA R. M.; MACHADO, I. F. Effect of Ti/Si and Ti/TiN/Si interlayers on the structure, properties, and tribological behavior of an a-C film deposited onto a C17200 copper–beryllium alloy. **Surface and Coatings Technology**, v. 441, p. 128561, 2022.

SPARKS, A. J.; HUTCHINGS, I. M. Transitions in the erosive wear behaviour of a glass ceramic. **Wear**, 149 (1-2), 99-110, 1991.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Petróleo Brasileiro S.A. (PETROBRAS) pelo suporte financeiro através de chamada pública 2023/00258-0.

Este estudo também foi parcialmente financiado pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) – Código de Financiamento 001.

7. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.