Avaliação da Composição Química dos Revestimentos Presentes nos Eletrodos de Solda AWS A5.1 E6013

Bruno Luiz Mendes Fernandes¹ 💿, Taimara Polidoro Ferreira¹, Rafael Arromba de Sousa¹, Walter dos Reis Pedreira Filho², Denise Lowinsohn¹ 💿

¹ Universidade Federal de Juiz de Fora – UFJF, Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Juiz de Fora, MG, Brasil.
² Fundação Jorge Duprat Figueiredo de Segurança e Medicina do Trabalho, Departamento de Química Inorgânica, São Paulo, SP, Brasil.

Como citar: Fernandes BLM, Ferreira TP, Sousa RA, Pedreira Filho WR, Lowinsohn D. Avaliação da composição química dos revestimentos presentes nos eletrodos de solda AWS A5.1 E6013. Soldagem & Inspeção. 2021;26: e2615. https://doi.org/10.1590/0104-9224/SI26.15

Resumo: Os eletrodos AWS A5.1 E6013 possuem elevado interesse devido a sua ampla empregabilidade. Os revestimentos destes eletrodos podem alterar os resultados da soldagem, tornando-se um interessante objeto de estudo. Uma investigação da composição química dos revestimentos dos eletrodos AWS A5.1 E6013 de quatro fabricantes brasileiros foi realizada usando espectrometria de fluorescência de raios-X por energia dispersiva (FRXED), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS). Foram observados nas amostras compostos tais como o dióxido de titânio (TiO₂), óxidos e carbonatos de metais alcalinos e alcalino-terrosos, além de Al e Si na forma de aluminosilicatos. Estes compostos auxiliam na extrusão do revestimento na etapa de fabricação do eletrodo, elevam a basicidade da escória e estabilizam o arco elétrico formado durante a soldagem. Os resultados do ICP-MS mostraram que elementos como Co, Cr, Cu e Ni são adicionados para aumentar a passividade e a resistência mecânica da junta soldada. Resíduos de Pb foram observados com teores até 700 vezes maior que o permitido pela legislação nacional. As presenças destes metais nos revestimentos evidenciam a necessidade de medidas protetivas ao manipular os eletrodos E6013.

Palavras-chave: Eletrodos revestidos; AWS A5.1 E6013; Composição química; Fluorescência de raios X; ICP-MS.

Evaluation of the Chemical Composition of Coatings Present on AWS A5.1 E6013 Welding Electrodes

Abstract: The AWS A5.1 E6013 electrodes have great interest due to their wide employability. The coatings of these electrodes can alter the results of welding, making it an interesting object of study. An investigation of the chemical composition of the coatings of the electrodes AWS A5.1 E6013 from four Brazilian manufacturers was carried out using dispersive energy X-ray fluorescence spectrometry (DEXRF), scanning electron microscopy (SEM), and mass spectrometry with inductively coupled plasma (ICP-MS). Compounds such as titanium dioxide (TiO₂), alkali and alkaline earth metal oxides, and carbonates were observed in the samples, in addition to Al and Si in the form of aluminosilicates. These compounds assist in the extrusion of the coating at the electrode manufacturing stage, increase the basicity of the slag and stabilize the electrical arc formed during welding. The results of the ICP-MS showed that elements such as Co, Cr, Cu, and Ni are added to increase the passivity and the mechanical resistance of the welded joint. Pb residues were observed with levels up to 700 times greater than allowed by national legislation. The presence of these metals in the coatings evidences the need for protective measures when handling the E6013 electrodes.

Key-words: Coated electrodes; AWS A5.1 E6013; Chemical composition; X-ray fluorescence; ICP-MS.

1. Introdução

Dentre os diversos processos de soldagem por fusão, o que utiliza o arco voltaico é o mais empregado para união de peças metálicas, pois permite o uso de equipamentos de baixo custo e é facilmente controlado e operado [1]. Dentre os processos a arco, o denominado SMAW (do inglês: Shielded Metal Arc Welding) que utiliza eletrodos revestidos se destaca pela simplicidade e elevada aplicabilidade [2].

Os eletrodos revestidos são classificados em quatro grupos: os celulósicos que possuem em seus revestimentos um alto teor de material orgânico e geram gases protetores a base de CO_2 , CO, H_2 e vapores de água; os básicos que apresentam um maior teor de minerais que geram soldas altamente desoxidadas; os de altíssimo rendimento que contém pó de ferro e fornece uma alta taxa de deposição e por fim os rutílicos que são de uso geral e possuem até 50% de TiO₂ em seus revestimentos [3].

Recebido: 08 Fev., 2021. Aceito: 08 Jul., 2021.

brunolfernandes.ufjf@gmail.com (BLMF), tata_polidoro@hotmail.com (TPF), rafael.arromba@gmail.com (RAS), walterdrpf@gmail.com (WRPF), denise.lowinsohn@ufjf.edu.br (DL)

Este é um artigo publicado em acesso aberto (*Open Access*) sob a licença *Creative Commons Attribution Non-Commercial*, que permite uso, distribuição e reprodução em qualquer meio, sem restrições desde que sem fins comerciais e que o trabalho original seja corretamente citado.

A fabricação destes eletrodos se dá através da extrusão do revestimento sobre um arame de aço carbono denominado alma [2]. A composição do primeiro revestimento foi desenvolvido por Oscar Kjellberg em 1907 [4], que empregou na fabricação uma mistura de carbonato de cálcio (CaCO₃), carbonato de potássio (K₂CO₃), óxido de zircônio (ZrO₂), óxido de magnésio (MgO), ácido aluminosilícico (HAISiO₄), óxido de potássio (K₂O), óxido de sódio (Na₂O), dióxido de silício (SiO₂), podendo ainda conter dolomita (CaMg(CO₃)₂), bauxita (Al₂O₃ majoritariamente), caulino ((Al,Mg,Fe)₄(Si₄O₁₀)(OH)₈) e carbetos.

Esses compostos fornecem uma série de características aos eletrodos, tais como: gerar uma adequada proteção atmosférica, minimizar a ocorrência de defeitos nas zonas fundidas (ZF) e nas termicamente afetadas (ZTA), ser não higroscópico, gerar o mínimo de fumos e odores, ser flexível e aderir fortemente à alma do eletrodo, possuir composição química homogênea ao longo do arame e conferir propriedades adequadas à escória [5].

Dentre os eletrodos rutílicos, o denominado AWS A5.1 E6013, ou simplesmente eletrodo E6013, destaca-se por ser o mais facilmente encontrado no mercado e possuir custo bem menor que os outros eletrodos com características semelhantes [6-8]. Em seus revestimentos estão presentes também a celulose, o rutilo (TiO₂), titanato de potássio (K₂Ti₄O₉), feldspato ((K,Na,Ca)(Si,Al)₄O₈), alumina (Al₂O₃), talco (Mg₃Si₄O₁₀(OH)₂) e silicato de potássio (K₂SiO₃) [2,3].

Para aumentar a resistência à corrosão, a condutividade térmica das ZF e balancear as perdas de metais que ocorrem em decorrência de reações paralelas de oxidação com o oxigênio atmosférico, podem ser adicionados aos revestimentos elementos como o cromo (Cr), níquel (Ni), cobre (Cu), molibdênio (Mo) e vanádio (V) que agregam valor comercial e aplicacional aos eletrodos revestidos [2,3].

A presença destes metais nos revestimentos torna-se um problema de exposição dos soldadores a agentes químicos, visto que cerca de 90% do material particulado que fica suspenso no ambiente ocupacional pode advir dos eletrodos consumíveis, que é o caso do eletrodo E6013. Essas partículas denominadas de fumos de solda podem conter óxidos de metais pesados que se inalados ocasionam diversas enfermidades, tais como degeneração do sistema nervoso, dores pelo corpo e edemas pulmonares [9].

Este trabalho teve como objetivo realizar uma investigação da composição química dos revestimentos dos eletrodos AWS A5.1 E6013 de quatro diferentes fabricantes nacionais. A investigação torna-se relevante uma vez que os compostos e metais presentes nos revestimentos influenciam diretamente no processo de soldagem e na exposição dos soldadores a agentes químicos de risco [9,10].

A espectrometria de fluorescência de raios X por energia dispersiva (FRXED) acoplada a um microscópio eletrônico de varredura (MEV) e a espectrometria de massas com plasma acoplado indutivamente (do inglês: inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS) foram utilizados respectivamente nas investigações composicionais e nas determinações de cádmio (Cd), cobalto (Co), cromo (Cr), cobre (Cu), níquel (Ni) e chumbo (Pb) nas amostras de interesse.

2. Experimental

2.1. Amostras

Eletrodos AWS A5.1 E6013 de quatro diferentes fabricantes nacionais, denominados R1, R2, R3 e R4 foram adquiridos de uma loja especializada em ferragens localizada na cidade de Juiz de Fora, MG, Brasil. As amostras foram devidamente armazenadas para evitar contaminações.

2.2. Reagentes e produtos químicos

HNO₃ (65% m/m, suprapur) e HCl (37% m/m, ultra puro) foram adquiridos da Sigma-Aldrich (Rio de Janeiro, Brasil). As soluções padrões dos metais analisados foram preparados por diluição dos estoques de 1000 mg L⁻¹ da SpecSol (São José dos Campos, Brasil). Todas as vidrarias utilizadas no trabalho foram descontaminadas em solução HNO₃ 10% v/v por pelo menos 24 horas e lavadas com água deionizada antes do uso. Todas as soluções utilizadas foram preparadas usando água deionizada Milli-Q-Quantum EX, com resistividade igual a 18,0 MΩ cm.

2.3. Instrumentação

As medidas empregando a FRXED foram realizadas usando o equipamento Bruker Nano GmbH (Berlin, Alemanha). O tempo de acúmulo para coleta dos espectros foi de 100 s e uma tensão de 15,0 keV foi utilizada. A análise microestrutural das amostras de revestimento foi realizada em um MEV Hitachi TM3000, que permite uma ampliação de até 30.000 vezes.

Um equipamento de Espectrometria de massas com fonte de plasma acoplado indutivamente (ICP-MS) modelo 7700x (Agilent Technologies) com amostrador automático e capacidade para 91 medidas por corrida foi usado na quantificação de traços de Cd, Co, Cr, Cu, Ni e Pb nas amostras de revestimento dos eletrodos de solda E6013. Os isótopos mais abundantes ¹¹⁴Cd, ⁵⁹Co, ⁵²Cr, ⁶³Cu, ⁶⁰Ni e ²⁰⁸Pb foram selecionados para as análises.

Os parâmetros instrumentais do ICP-MS foram selecionados usando o software MassHunter Workstation, sendo que o fluxo de gás auxiliar (Ar) foi de 1,00 L min⁻¹, o fluxo de gás nebulizador (Ar) foi de 1,05 L min⁻¹, o fluxo do gás de plasma (Ar) foi

de 15,0 L min⁻¹, o fluxo de gás na célula de colisão foi de 5 mL min⁻¹, energia de radiofrequência foi de 1550 W, bico injetor de quartzo e nebulizador Meinhard com interface Skimmer e cones de níquel foram usados. Curvas de calibração externa para quantificação dos metais foram construídas por diluição dos padrões metálicos 1000 mg L⁻¹ em meio HNO₃ (2% v/v) com as concentrações dos padrões variando de 0,1 a 100,0 µg L⁻¹.

2.4. Preparo das amostras para análise por MEV e FRXED

Aproximadamente 30 mg dos revestimentos foram separados da alma do eletrodo com o auxílio de uma espátula de aço inoxidável e foram colocadas em fitas adesivas de carbono presas ao disco de metal amostrador do equipamento. Nenhuma outra manipulação das amostras foi necessária.

2.5. Preparo das amostras para análise por ICP-MS

Cerca de 100 mg das amostras dos revestimentos foram digeridas em triplicata, usando digestão ácida em chapa de aquecimento com frasco aberto a partir da adição de 3,0 mL de HNO₃ e 1,0 mL de HCl concentrados à 80 °C. Esta mistura é conhecida pelo forte poder oxidante e complexante que possibilita a solubilização total dos íons metálicos presentes nas amostras [11,12].

Uma digestão parcial das amostras foi observada e a parte solubilizada foi transferida para um balão volumétrico de 25,0 mL e diluída com água deionizada. Para garantir que os resultados se adequem às curvas de calibração externa, as amostras foram diluídas mais 20 vezes com água deionizada antes das medidas. Os resíduos não digeridos foram lavados com água deionizada e secos em estufa a 120 ° C por 2 h. Após a secagem, os mesmos foram novamente pesados para determinar a porcentagem da amostra dissolvida.

Para avaliar se os metais de interesse foram integralmente dissolvidos na digestão, o test-t de Student foi utilizado para comparar os teores dos compostos insolúveis da digestão com os teores dos compostos insolúveis obtidos por FRXED.

3. Resultados e Discussões

3.1. Análise por MEV e FRXED

Na Figura 1 apresenta-se a micrografia obtida por MEV para o revestimento R1 (a) e o mapeamento de energia dispersiva para o Si (b) e Al (c). Esses dois elementos encontram-se distribuídos por toda a superfície das amostras e em quantidade considerável, Si (15,7 – 18,3% m/m) e Al (4,8 – 8,7% m/m), fornecendo um indicativo da presença de aluminosilicatos normalmente encontrados em argilas. As principais funções destes compostos são aumentar a extrusão do revestimento na alma metálica durante o processo de fabricação do eletrodo e favorecer a formação da escória durante o processo de soldagem [2,13].



Figura 1. Micrografia gerada por MEV (a) e mapeamento gerado por FRXED que mostra a distribuição de Si (b) e Al (c) na superfície da amostra R1.

Além do Si e Al, diversos outros elementos foram detectados por FRXED, tais como os metais alcalinos Na (0,6 - 1,7% m/m) e K (5,4 - 11,7% m/m) e metais alcalinos terrosos Ca (3,3 - 8,0% m/m) e Mg (0,1 - 1,8% m/m) (Figura 2) presentes nas formas de seus respectivos óxidos Na₂O e K₂O, CaO e MgO e carbonatos Na₂CO₃, K₂CO₃, CaCO₃ e MgCO₃. Estes compostos possuem a função de gerar gases que formam uma atmosfera protetora através das suas decomposições térmicas. Além disso, esses compostos aumentam a basicidade da escória gerada na soldagem, o que garante um menor teor de oxigênio e enxofre na solda, melhorando a resistência mecânica da junta impedindo a formação de fissuras [2,7].



Figura 2. Mapeamento gerado por FRXED para a distribuição de Na (a), K (b), Ca (c) e Mg (d) na superfície da amostra R1.

Outro metal observado nas amostras foi o Ti (Figura 3) que apresentou concentrações que variaram de 1,7% a 10,7% m/m entre os revestimentos. Este elemento, presente nas amostras principalmente na forma de rutila (TiO₂), possui a finalidade de aumentar a formação e inclusão de ferrita acicular intragranular na solda, o que aumenta consideravelmente a resistência mecânica e tenacidade da ZF [14,15]. A presença de rutila nos revestimentos favorece também no aumento da estabilidade do arco elétrico gerado durante o processo de soldagem [2].



Figura 3. Mapeamento gerado por FRXED para a distribuição de Ti na superfície da amostra R1.

3.2. Análise de metais por ICP-MS

Uma vez que a digestão das amostras de revestimento foi parcial, devido à presença de óxidos de Al, Si, e Ti que são praticamente insolúveis mesmo na presença de ácidos concentrados [16-19], uma avaliação para verificar se todos os metais de interesse foram solubilizados no processo foi realizado através da comparação entre a porcentagem em massa de Al, Si e Ti encontrada nos resíduos da digestão com a porcentagem em massa de Al, Si e Ti obtida por FRXED.

A comparação foi realizada pela aplicação do teste t de Student para os dois conjuntos de resultados contidos na Tabela 1, com 95% de confiança. Obteve-se t calculado igual a 0,61 que é menor que o t crítico bilateral (3,18). Estes valores evidenciam que não há diferença significativa entre as medidas, podendo então considerar que os resíduos não digeridos advêm dos compostos insolúveis de Al, Si e Ti.

	Resíduos de Al, Si e Ti insolúveis (% m/m)	Al, Si e Ti obtidos por FRXED (% m/m)
R1	28,6	29,2
R2	27,0	31,6
R3	30,2	27,3
R4	26,9	28,4

Tabela 1. Teores de Al, Si e Ti nos resíduos insolúveis da digestão dos revestimentos e teores de Al, Si e Ti obtidos por FRXED.

A partir das curvas de calibração externa foi possível estimar os valores de limites de detecção que foram iguais a 4,4x10⁻³ mg m⁻³ para Cd, 5,6x10⁻³ mg m⁻³ para Co, 2,8x10⁻² mg m⁻³ para Cr, 3,5x10⁻² mg m⁻³ para Cu, 6,0x10⁻³ mg m⁻³ para Ni e 8,0x10⁻³ mg m⁻³ para Pb. Estes valores foram fornecidos pelo software do equipamento que seguiu a definição da IUPAC [20].

Dentre os metais analisados o Cr foi o que apresentou o maior teor nas amostras de revestimento, chegando a 881,6 mg m⁻³ (Tabela 2). Este metal, juntamente com o Ni, Co e o Cu podem estar presentes nos revestimentos para garantir um aumento da resistência mecânica, da resistência à oxidação e da condutividade térmica da junta soldada [21-24].

Metais	R1	R2	R3	R4
Cd (mg m ⁻³)	< L.D	<l.d< th=""><th><l.d< th=""><th><l.d< th=""></l.d<></th></l.d<></th></l.d<>	<l.d< th=""><th><l.d< th=""></l.d<></th></l.d<>	<l.d< th=""></l.d<>
Co (mg m ⁻³)	135,0 ± 0.1	197,6 ± 0.1	192,0 ± 0.2	163,2 ± 0.2
Cr (mg m⁻³)	340,0 ± 0.3	881,6 ± 0.8	612,0 ± 0.6	190,4 ± 0.3
Cu (mg m ⁻³)	285,6 ± 0.1	152,0 ± 0.1	204,0 ± 0.2	136,0 ± 0.2
Ni (mg m⁻³)	244,8 ± 0.1	152,0 ± 0.1	384,0 ± 0.3	190,4 ± 0.3
Pb (mg m ⁻³)	2,7 ± 0,5	71,6 ± 0,1	36,0 ± 0,2	$19,0 \pm 0,1$

Nota: Os valores são média ± SD.

Os teores de Cr, Ni, Co e Cu observados estão consideravelmente maiores que o permitido pelo limite de exposição ocupacional fornecido pela Conferência Americana de Higienistas Industriais Governamentais, do inglês: *American Conference of Governmental Industrial Hygienists* (ACGIH) que fixam os teores em 0,5 mg m⁻³, 1,00 mg m⁻³, 0,02 mg m⁻³ e 0,2 mg m⁻³ para Cr, Ni, Co e Cu respectivamente [9]. Estes metais estão sujeitos à oxidação durante o processo de soldagem, podendo ficar suspensos na forma de fumos de solda que se inalado pelo soldador podem causar lesões no sistema respiratório, pneumoconiose e edemas pulmonares [25].

O cádmio e o chumbo podem estar presentes nos revestimentos como resíduos inicialmente presentes nos minerais de produção, o que faz com que seus teores variem significativamente entre as amostras [26]. O Cd apresentou-se abaixo do limite de detecção (< L.D) em todas as amostras analisadas e a concentração de Pb variou de 2,72 a 71,60 mg m⁻³. Este contaminante é conhecido por ser um metal pesado bioacumulador e nocivos a saúde, por conta disto, a inalação de fumos contendo este metal podem ocasionar problemas crônicos como anemia e degeneração do sistema nervoso central [9].

Levando em consideração as normas regulamentadoras, as concentrações de Pb nas amostras chegam a ser até 700 vezes maior que o valor de limite de tolerância no ambiente ocupacional (0,1 mg m⁻³) estabelecida nacionalmente pela NR-15 anexo n°11, Portaria n° 12/83 [27]. Considerando a ACGIH que impõe um limite de 0,05 mg m⁻³, a concentração de Pb nas amostras chega a ser 1.400 vezes maior que o permitido [9].

Essas altas concentrações de metais presentes nos revestimentos e que podem estar disponíveis nos fumos de solda são indicativos da necessidade de medidas de proteção para quem atua na área de soldagem e empregam os eletrodos revestidos E6013. Uma das alternativas protetivas disponíveis para minimizar a exposição a esses agentes de risco é o uso de máscaras denominadas como peças faciais filtrantes (PFF's) que no âmbito nacional seguem as normas estabelecidas ABNT NBR 13698:2011 [28].

4. Conclusões

 As composições químicas dos revestimentos dos eletrodos AWS A5.1 E6013 de quatro fabricantes distintos foram investigadas empregando a FRXED E MEV. Foram observados elevados teores de Al e Si, o que evidenciam a presença de aluminosilicatos que facilitam a extrusão do revestimento na fabricação dos eletrodos;

- b. Uma elevada quantidade de carbonatos e óxidos de metais alcalinos e alcalinos terrosos também foi observado por FRXED. Estes compostos geram uma atmosfera protetora e influenciam na basicidade da escória, o que resulta no aumento da resistência mecânica da junta soldada;
- c. Ti foi observado nos revestimentos com teores que variaram de 1,7 a 10% m/m e possui a função de aumentar a tenacidade e a estabilidade do arco elétrico durante o processo de soldagem;
- d. Os resultados da determinação de metais empregando o ICP-MS evidenciam que metais tais como Cr, Co, Cu e Ni são adicionados aos revestimentos para compensar perdas por volatilização e agregar diversas propriedades a solda;
- e. As elevadas concentrações destes metais nos revestimentos, como exemplo o Pb que chegou a 71,60 mg m⁻³, são indicativos da necessidade de cuidados ao utilizar os eletrodos AWS A5.1 E6013, uma vez que estes metais podem estar presentes nos fumos de solda e estão associados a diversos problemas de saúde. Uma alternativa de prevenção é a utilização das PFF's.

Agradecimentos

Agradecemos o apoio financeiro das seguintes agências de pesquisa brasileiras: CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), CNPQ (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico) e FAPEMIG (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais).

Referências

- Cunha TV, Bohórquez CEN. Ultrassom na soldagem a Arco Uma revisão acerca dos métodos de aplicação e seus efeitos. Soldagem e Inspeção. 2014;19(3):221-230. http://dx.doi.org/10.1590/0104-9224/SI1903.04.
- [2] Modenesi P, Marques P, Santos D. Introdução à metalurgia da soldagem. Belo Horizonte, MG: UFMG; 2012. p. 1-21.
- [3] Fortes C, Vaz CT. Eletrodos revestidos. Contagem: ESAB; 2005. p. 32.
- [4] Kjellberg O, inventor. Preparing electrodes for electric welding or soldering. United States patent US 1,115,317. 1914. Disponível em: https://patents.google.com/patent/US1115317A/en%0Ahttps://patentimages.storage.googleapis.com/ee/2b/14/8326a51c3751c5/US1 115317.pdf
- [5] Wainer E, Brandi SD, Mello FDH. Soldagem: processos e metalurgia. São Paulo: Editora Edgard Blucher; 2004.
- [6] Surian ES, Ramini De Rissone NM. Relationships between coating composition, all weld metal properties, operational behaviour, and diffusible hydrogen in weld metal from rutile electrodes of types ANSI/AWS A5.1-91 E6013 and E7024. Science and Technology of Welding and Joining. 1999;4(3), 133-42.
- [7] Ramini M, Surian E, Conde RH. Effect of slag variations on ANSI/AWS A5.1–91 E6013 electrode properties: replacement of TiO2 in electrode coating with MnO, FeO, CaO, MgO, K2O, or Na2O. Science and Technology of Welding and Joining. 2001;6(5):323-9.
- [8] Purnama D, Winarto W, Sofyan N, Prihastomo A, Ito K. Microstructure and mechanical properties of ah-36 steel weldment welded using magnesium modified E6013 electrode. International Journal of Technology. 2020;11(1). http://dx.doi.org/10.14716/ijtech.v11i1.2737.
- [9] Ashby HS. Welding fume in the workplace. Professional Safety. 2002:55-60.
- [10] Farias JP, Scotti A, Bálsamo PSS, Surian E. The effect of wollastonite on operational characteristics of AWS E6013 electrodes. Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering. 2004;26(3). http://dx.doi.org/10.1590/S1678-58782004000300008.
- [11]Krug FJ. Métodos de preparo de amostras: fundamentos sobre preparo de amostras orgânicas e inorgânicas para análise elementar. In: Workshop sobre Preparo de Amostras; 2006; São Paulo. São paulo: USP; 2010. p. 572.
- [12] Silva FLF, Duarte TA, Melo LS, Ribeiro LP, Gouveia ST, Lopes GS, et al. Development of a wet digestion method for paints for the determination of metals and metalloids using inductively coupled plasma optical emission spectrometry. Talanta. 2016;146:188-194. http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2015.08.040. PMid:26695251.
- [13] Vieira CMF, Margem JI, Monteiro SN. Alterações microestruturais de cerâmica argilosa incorporada com lodo de ETA. Matéria (Rio de Janeiro). 2008;13(2):275-281. http://dx.doi.org/10.1590/S1517-70762008000200005.
- [14] Balos S, Sidjanin L, Dramicanin M, Labus D, Pilic B, Jovicic M. Modification of cellulose and rutile welding electrode coating by infiltrated TiO2 nanoparticles. Metals and Materials International. 2016;22(3):509-518. http://dx.doi.org/10.1007/s12540-016-5637-1.
- [15] Paniagua-Mercado AM, Lopez-Hirata VM, Dorantes-Rosales HJ, Estrada Diaz P, Diaz Valdez E. Effect of TiO2-containing fluxes on the mechanical properties and microstructure in submerged-arc weld steels. Materials Characterization. 2009;60(1):36-39. http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2008.06.003.
- [16] Güngör H, Elik A. Comparison of ultrasound-assisted leaching with conventional and acid bomb digestion for determination of metals in sediment samples. Microchemical Journal. 2007;86(1):65-70. http://dx.doi.org/10.1016/j.microc.2006.10.006.
- [17] Khosravi K, Hoque ME, Dimock B, Hintelmann H, Metcalfe CD. A novel approach for determining total titanium from titanium dioxide

nanoparticles suspended in water and biosolids by digestion with ammonium persulfate. Analytica Chimica Acta. 2012;713:86-91. http://dx.doi.org/10.1016/j.aca.2011.11.048. PMid:22200312.

- [18] Lomer MCE, Thompson RP, Commisso J, Keen CL, Powell JJ. Determination of titanium dioxide in foods using inductively coupled plasma optical emission spectrometry. The Analyst. 2000;125(12):2339-2343. http://dx.doi.org/10.1039/b006285p. PMid:11219079.
- [19] Perry RH, Green DW. Perry's chemical Engineers' Handbook. 8th ed. New York: McGraw-Hill Professional Publishing.
- [20] Instituto Nacional de Metrologia e Normalização e Qualidade Industrial INMETRO. Orientação Sobre Validação de Métodos de Ensaios Químicos, DOQ-CGCRE-008, Revisão 02. Brasília: INMETRO.
- [21] Silva HR, Ferraresi VA. Effect of cobalt alloy addition in erosive wear and cavitation of coatings welds. Wear. 2019;426-427:302-313. http://dx.doi.org/10.1016/j.wear.2019.01.120.
- [22] Gomes AJC, Jorge JCF, Bott IS, Souza LFG, Mendes MC, Araújo LS. Influence of chemical composition on the mechanical and microstructural properties of high strength steel weld metals submitted to PWHT. Metallography, Microstructure, and Analysis. 2019;8(6):815-825. http://dx.doi.org/10.1007/s13632-019-00592-7.
- [23] Cheng Z, Huang J, Ye Z, Chen Y, Yang J, Chen S. Microstructures and mechanical properties of copper-stainless steel butt-welded joints by MIG-TIG double-sided arc welding. Journal of Materials Processing Technology. 2019;265:87-98. http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2018.10.007.
- [24] Avazkonandeh-Gharavol MH, Haddad-Sabzevar M, Haerian A. Effect of copper content on the microstructure and mechanical properties of multipass MMA, low alloy steel weld metal deposits. Materials and Design. 2009;30(6):1902-1912. http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2008.09.023.
- [25] Barros JPA, Morais MVG. Identificação dos riscos químicos no processo de soldagem e suas medidas de proteção. Nucleus. 2017;14(2):63-76. http://dx.doi.org/10.3738/1982.2278.2693.
- [26]Costa CN, Meurer EJ, Bissani CA, Tedesco MJ. Fracionamento sequencial de cádmio e chumbo em solos. Ciência Rural. 2007;37(5):1323-1328.
- [27] Araujo UC, Pivetta FR, Moreira JC. Avaliação da exposição ocupacional ao chumbo: proposta de uma estratégia de monitoramento para prevenção dos efeitos clínicos e subclínicos. Cadernos de Saúde Pública. 1999;15(1):123-132. http://dx.doi.org/10.1590/S0102-311X1999000100013.
- [28] Silva A, Tomaz LS, Barja PR, Viriato A. Proteção respiratória: indicações de uso durante a pandemia de Covid-19. Brazilian Journal of Development. 2021;7(3):30736-30752. http://dx.doi.org/10.34117/bjdv7n3-683.