

AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

ESTUDOS MICROESTRUTURAIS E POR MICROANÁLISE  
PARA IDENTIFICAÇÃO DOS PRECIPITADOS PRESENTES  
EM AMOSTRAS DA LIGA DE NÍQUEL TIPO 600 (NACIONAL)  
APÓS PROCESSOS DE SOLDAGEM

SIDNEI JOSÉ BUSO

Dissertação apresentada como parte dos  
requisitos para a obtenção do Grau De  
Mestre em Ciências na Área De Reatores  
Nucleares de Potencia e Tecnologia do  
Combustível Nuclear

Orientador:  
Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

São Paulo  
1999

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**  
Autarquia associada a Universidade de São Paulo

**ESTUDOS MICROESTRUTURAIS E POR MICROANÁLISE PARA  
IDENTIFICAÇÃO DOS PRECIPITADOS PRESENTES EM  
AMOSTRAS DA LIGA DE NÍQUEL TIPO 600 (NACIONAL) APÓS  
PROCESSOS DE SOLDAGEM**

SIDNEI JOSÉ BUSO



Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do grau de Mestre em Ciências na Área de Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear.

Orientador:

Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

SÃO PAULO

1999

À minha esposa Jacqueline e a  
todos que, direta ou indiretamente,  
participaram na realização deste trabalho.

## AGRADECIMENTOS

- Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares pela oportunidade para realização deste trabalho.
- Ao Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo, ao Instituto Presbiteriano Mackenzie, a Universidade de Mogi das Cruzes e aos Departamentos de Engenharia de Metalurgia e de Minas da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, pelos equipamentos utilizados, sem os quais este trabalho não seria possível.
- Ao Dr. Waldemar Alfredo Monteiro pela orientação, amizade, incentivo e empenho durante a execução deste trabalho.
- Ao Dr. Jan Vatajuk pela amizade, colaboração e sugestões durante o decorrer do trabalho.
- Ao MSc. Adayr Borro Junior pela amizade, incentivo e colaboração em diversas etapas da elaboração do trabalho.
- Ao MSc. Wilson Aparecido Parejo Calvo pela colaboração em diversas etapas da elaboração do trabalho.
- Ao Eng. Américo de Almeida Filho pela amizade, incentivo e colaboração em diversas etapas da elaboração deste trabalho.
- Ao Eng. Pedro Augusto da Silva Lopes Cardoso pela amizade, incentivo e sugestões durante o decorrer do trabalho.
- Aos Srs. Nildemar A. M. Ferreira, Luis Carlos Elias da Silva do Departamento do Ciclo de Combustível, a Sra Léa Sarita Montagna do Centro Tecnológico da Marinha em São

Paulo e ao Sr. Rogério Aparecido Lopes da Silva do Laboratório de Metalurgia da Escola de Engenharia Mackenzie, pela colaboração na realização da fase experimental do trabalho.

- À Eletrometal Metais Especiais (Villares Metals) pelo fornecimento do material sem o qual este trabalho não seria possível.
- Ao CNPq - Conselho Nacional de Pesquisa, pelo auxílio financeiro durante a realização do trabalho e que sem o qual não seria possível.

E a todos que direta ou indiretamente colaboraram para a execução deste trabalho.

**“ESTUDOS MICROESTRUTURAIS E POR MICROANÁLISE PARA IDENTIFICAÇÃO DOS PRECIPITADOS PRESENTES EM AMOSTRAS DA LIGA DE NÍQUEL TIPO 600 (NACIONAL) APÓS PROCESSOS DE SOLDAGEM”**

*Sidnei José Buso*

**RESUMO**

A superliga de níquel nacional EMVAC 600 apresenta alta resistência mecânica, resistência a corrosão e a oxidação em temperaturas elevadas, sendo empregada nas indústrias de processamento, química e no setor energético e nuclear. A superliga em estudo, fornecida pela empresa Eletrometal Metais Especiais, apresentava-se na forma de peças com dimensões de 50x14x1,4 mm (91,2% de redução em espessura e solubilizadas a 1423 K por 1800 s), soldadas pelos processos TIG, Arco Plasma e LASER. Caracterizou-se, mecânica e microestruturalmente amostras da superliga por Microscopia Óptica (ataque colorido) e Eletrônica (Varredura e Transmissão), Microdureza Vickers, Medidas do Espaçamento Médio de Grão e Espaçamento Interdendrítico Médio. A Microanálise para identificação de precipitados presentes, foi feita através de Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS). Dos processos de soldagem analisados, ficou patente que, quanto a técnica e aspecto metalúrgico, o LASER é o mais indicado para soldagem destas ligas. A identificação de precipitados presentes mostra uma dispersão tal que, não acarreta alterações significativas nas propriedades mecânicas da liga.

**“MICROSTRUCTURAL AND MICROANALYSIS STUDIES FOR IDENTIFICATION OF PRECIPITATES IN SAMPLES OF NICKEL ALLOY 600 (NATIONAL) AFTER WELDING PROCESSES”**

*Sidnei José Buso*

**ABSTRACT**

The brazilian nickel based superalloy EMVAC 600, has high mechanical, oxidation and corrosion on high temperatures, it being used in processing and chemical industry, in power and nuclear sectors. The superalloy in study, supplied by Eletrometal Metais Especiais company, was on form of flat pieces, 50x14x1,4 mm (91,2% cold worked and annealed at 1423 K by 1800 s), welded by TIG, Plasm Arc and LASER welding processes.

Was characterized samples of superalloy, mechanical and microstructurally, by Optical (color etching) and Eletronic Microscopy (Scanning and Transmission), Vickers Microhardness, Size Grain and Mean Dendritic Spacing Measurements. The microanalysis to identify precipitates, was made by Energy Dispersive Spectroscopy (EDS). From the processes analized, was clear that, about the technic and metalurgical aspects, the LASER is more indicate for weld of these alloys. The precipitates identification show a fine dispersion which do not cause significant alterations in the mechanical properties.

## SUMÁRIO

<i>Tópicos</i>	<i>Páginas</i>
<b>CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO</b>	<b>1</b>
<b>CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>9</b>
<b>2.1. SUPERLIGAS BASE NÍQUEL</b>	<b>9</b>
<b>2.2. METALURGIA DA SOLDAGEM</b>	<b>13</b>
2.2.1. Elaboração da Zona Fundida	15
2.2.2. Solidificação	16
2.2.2.1. Solidificação de Ligas de Solução Sólida	18
2.2.2.2. Dendritas	20
2.2.3. Solidificação da Poça de Fusão em uma Junta Soldada	24
<b>2.3. SOLDAGEM DE SUPERLIGAS</b>	<b>28</b>
2.3.1. Processo de Soldagem TIG/GTAW (Tungsten Inert Gas/Gas Tungsten Arc Welding)	31
2.3.2. Processo de Soldagem Arco Plasma	33
2.3.3. Processo de Soldagem LASER	35
<b>2.4. MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL</b>	<b>37</b>
2.4.1. Microscopia Óptica e Metalografia em Cores	38
2.4.2. Microscopia Eletrônica	40
2.4.2.1. Microscopia Eletrônica de Varredura	40
2.4.2.2. Microanálise e Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS) e por Dispersão de Comprimento de Onda (WDS)	42
2.4.2.3. Microscopia Eletrônica de Transmissão	45
<b>CAPÍTULO 3 - MÉTODOS EXPERIMENTAIS</b>	<b>48</b>
<b>3.1. MATERIAL UTILIZADO E CONDIÇÃO INICIAL</b>	<b>48</b>
<b>3.2. TÉCNICAS EXPERIMENTAIS UTILIZADAS</b>	<b>51</b>
<b>3.3. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS</b>	<b>53</b>
3.3.1. Análise por Microscopia Óptica	53
3.3.2. Ensaio de Microdureza Vickers	55
3.3.3. Medida do Tamanho Médio de Grão	56
3.3.4. Medida do Espaçamento Interdendrítico	56
3.3.5. Microscopia Eletrônica de Varredura	57
3.3.6. Microanálise e Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS)	57
3.3.7. Microscopia Eletrônica de Transmissão	58
<b>CAPÍTULO 4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>60</b>
<b>4.1. ANÁLISE POR MICROSCOPIA ÓPTICA</b>	<b>60</b>
4.1.1. Processo de Soldagem TIG	60
4.1.2. Processo de Soldagem Arco Plasma	61
4.1.3. Processo de Soldagem LASER	64

<b>4.2. MEDIDA DO TAMANHO MÉDIO DE GRÃO</b>	<b>67</b>
<b>4.3. MEDIDA DO ESPAÇAMENTO INTERDENDRÍTICO</b>	<b>69</b>
<b>4.4. ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA</b>	<b>70</b>
4.4.1. Processo de Soldagem TIG	70
4.4.2. Processo de Soldagem Arco Plasma	71
4.4.3. Processo de Soldagem LASER	71
<b>4.5. ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO</b>	<b>74</b>
4.5.1. Processo de Soldagem TIG	74
4.5.2. Processo de Soldagem Arco Plasma	74
4.5.3. Processo de Soldagem LASER	75
4.5.4. Análise de segundas fases por Microscopia Eletrônica de Transmissão	80
<b>4.6. MICROANÁLISE POR ESPECTROMETRIA POR DISPERSÃO DE ENERGIA (EDS)</b>	<b>83</b>
4.6.1. Partição dos elementos de liga e microligantes	83
4.6.2. Análise de segundas fases presentes	86
<b>4.7. ENSAIOS DE MICRODUREZA VICKERS</b>	<b>88</b>
 <b>CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES</b>	 <b>92</b>
 <b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	 <b>96</b>

## ***CAPÍTULO 1***

### **INTRODUÇÃO**

O elemento Níquel foi descoberto oficialmente em 1751 por Cronstedt, na Suécia, com o primeiro refino do elemento em 1803 por Richter, que em 1804 procurou desenvolver a maleabilidade e dutibilidade do elemento, mas somente 75 anos depois, que Fleitmann descobriu que a fragilização, que causa ruptura quando laminado, podia ser eliminado pela adição de Magnésio metálico ao Níquel quando em fusão. Neste período, foram feitas consideráveis pesquisas em torno da extração e refino.

Durante o início da história da exploração do elemento, de 1850 a 1870, a Alemanha apresenta-se como a maior produtora, enquanto que a Nova Caledônia foi o principal provedor mundial de 1876 a 1890, período em que se formaram as primeiras sociedades organizadas exclusivamente dedicadas a exploração e comercialização do Níquel.

Experiências com ligas de níquel-ferro começaram a partir de 1799, quando Hickling confeccionou “vasos ocos de ferro fundido ligados com níquel”. Além deste, outros como

Stodart e Faraday, produziram tais ligas, com o intuito de estudá-las quanto à resistência, a corrosão e propriedades mecânicas.

Em 1889, Mond desenvolveu um processo de extração de níquel, conhecido como “Mond Carbonyl Process”, permitindo a produção de uma matéria prima de melhor qualidade. Mond fundou a Mond Nickel Company que mais tarde, tornou-se a International Nickel Company, fabricante das ligas Inconel.

A demanda por aço-níquel para fabricação de placas blindadas cresceu rapidamente com a guerra Américo-Espanhola (1898) e durante a guerra Sino-Russa (1904), assim como o desenvolvimento da indústria de níquel cresceu rapidamente durante o período em que as nações européias se armaram para a Primeira Guerra Mundial.

Nos Estados Unidos, neste período, desenvolviam-se utilizações pacíficas para o Níquel e suas ligas (aços estruturais, novas ligas cobre-níquel chamadas monel, aço-níquel para peças automotivas entre outras).

Após a Primeira Guerra Mundial, a indústria de Níquel passou por um período de dificuldade, devido aos grandes estoques criados pela demanda da guerra. Os mercados pouco desenvolvidos, o rápido crescimento da recessão econômica em 1921 e o Tratado Naval de Desarmamento, criaram ainda mais dificuldades.

Neste período, a International Nickel e a Mond (ainda não completamente fundidas) dispõem esforços para desenvolver novos usos, sendo que a indústria automobilística e eletrônica vêm a ser neste período importantes utilizadoras do Níquel.

Ainda nos anos 20, dois fatos importantes marcaram a história do Níquel: o início da produção do aço inoxidável pela Krupp na Alemanha e o desenvolvimento da Permalloy pela Western Electric Company, nos Estados Unidos.

Às vésperas da Segunda Guerra Mundial, o Canadá é o principal provedor mundial de Níquel. Com o advento da guerra, novamente o Níquel é utilizado extensivamente na indústria bélica. O fim da guerra em 1945, gera nova força para a utilização civil do Níquel, pesquisas e desenvolvimento e programas de marketing iniciam-se em 1946 e cessam momentaneamente entre 1950 e 1957 (Guerra da Coréia). Desde então, o suprimento de Níquel mantém-se estabilizado com as demandas mundiais. Atualmente, o Canadá é o principal país fornecedor mundial de Níquel<sup>[1]</sup>.

O Níquel contribui enormemente para a qualidade de nossas vidas diárias, ao ponto de se tornar indispensável para a sociedade moderna. Suas características como, resistência a corrosão geral, corrosão a altas temperaturas, boa tenacidade, propriedades catalíticas e magnéticas fazem com que hoje encontremos milhares de aplicações individuais.

A distribuição em forma metálica pura é apenas 10% de sua produção total, sendo que, substancialmente, 90% é distribuída em forma de elemento de liga de mais de 3000 ligas diferentes, sendo que 11% da produção total são as chamadas ligas a base de níquel.

A utilização final do Níquel, tanto em forma de ligas, pode ser dividida em quatro grandes setores: comercial, industrial, construção e transporte. A tabela 1.1. mostra a distribuição por categorias da utilização final do Níquel.

**TABELA 1.1. UTILIZAÇÃO FINAL DO NÍQUEL**

Setor	Categorias de Utilização Final	Distribuição %	
		Categorias	Setor
Comercial	Produtos de Consumo	19	30
	Eletrônicos	8	
	Outros “Comerciais”	3	
Indústrial	Indústria Química	9	25
	Outros Equipamentos de Processos	10	
	Petróleo e Derivados	3	
	Produção de Energia	2	
	Outros “Indústriais”	1	
Construção	Geral	23	23
Transportes	Automotivo	14	22
	Ferroviário	3	
	Aeronáutico e Aeroespacial	3	
	Marítimo	2	
<b>Total</b>		<b>100</b>	<b>100</b>

Fonte: Nickel Cobalt 97 <sup>[2]</sup>

Existem muitos pontos favoráveis que dirigem o crescimento da utilização do Níquel e suas ligas para os anos futuros, tais como: proteção ambiental, eficiência e segurança, aumento da eficiência da produção e reduzido custo de manutenção.

Apesar de existirem boas expectativas quanto ao crescimento da utilização do Níquel no futuro, existem também certos fatores que podem vir a alterar ligeiramente a demanda, tais como: o amadurecimento dos mercados industrializados, a substituição por outros produtos, as regulamentações ambientais e o desconhecimento da utilidade do Níquel e suas ligas em geral. <sup>[2]</sup>

As ligas de Níquel podem ser classificadas em 10 grupos, em que seus elementos, incluindo o próprio Níquel, estão presentes em um nível maior que 10%. Dentre estas, destacam-se as superligas, que contém uma alta quantidade de Níquel (acima de 30% em peso), aplicadas quando existem severas condições de corrosão ou alta temperatura onde ligas ferrosas são inadequadas.<sup>[1-6]</sup>

A tabela 1.2. mostra as principais ligas a base de níquel, utilizadas quando resistência a alta temperatura e corrosão é necessária.<sup>[6]</sup>

As ligas INCONEL\* são basicamente ligas de níquel-cromo-ferro, embora adições de outros elementos possam ser feitas a várias ligas; a fim de proporcionar características especiais. A raiz da família de ligas INCONEL\* é a liga 600, cuja composição baseia-se em sistema de solução sólida contendo 15% de cromo, 8% de ferro e 76% de níquel, sendo que o 1% restante é composto por vários microligantes.

A liga 600 é uma superliga renomada, disponível desde 1932. O mercado inicial da liga era a indústria de processamento de alimentos, especificamente desenvolvida para a indústria de laticínios e lançado na Exposição Nacional de Laticínios em Atlantic City no dia 26 de outubro de 1931.

As aplicações da liga 600, nas indústrias de processamento e no setor energético aparecem em aplicações tais como em tubulações trocadoras de calor, especialmente onde o vapor e água estão presentes além da preocupação com o aparecimento de fissuras advindas da corrosão sob tensão por ação dos íons de cloreto.

No início da indústria de geração elétrica de origem nuclear, a liga foi escolhida para áreas críticas de aplicação em reatores de água leve. A figura 1.1. mostra a instalação de tubos da liga 600 no gerador de vapor de um reator do tipo PWR. Novamente devido a este

---

\* INCONEL é marca registrada para os produtos da Huntington Alloys, Inc.

cuidado, a liga é usada em muitas usinas termoeletricas, como material para foles transversais, para turbina.<sup>[6-8]</sup> Devido a sua alta resistência à nitretação, vem sendo aplicada com sucesso também nestas áreas.

**TABELA 1.2. PRINCIPAIS LIGAS A BASE DE NÍQUEL-COMPOSIÇÃO NOMINAL (% EM PESO)**

Liga	UNS No.	Fe	Ni	Co	Cr	Mo	W	Al	Si	C	Outros
718	N07718	18,5	bal	1	19	3		0,5	0,35	0,08	5,1 Nb/Ta, 1 Ti
600	N06600	8	bal		16				0,3	0,06	
601	N06601	14	Bal		22			1,4	0,2	0,03	0,2 Ti
Nimonic <sup>+</sup> 75	N06075	2,5	bal		19,5					0,12	0,4Ti
Nimonic <sup>+</sup> BOA	N07080	1,5	bal	1	19,5			1,4		0,05	2,25 Ti
Nimonic <sup>+</sup> 90	N07090	1,5	bal	17	19,5			1,4		0,06	2,4 Ti
Nimonic <sup>+</sup> 105			bal	20	15	5		4,7		0,08	1,2Ti
Inconel <sup>+</sup> 617	N06617		bal	12	22	9		1,2	0,2	0,07	0,4 Ti
Inconel <sup>+</sup> 690	N06690	9	bal		29				0,4	0,03	
Haynes <sup>+</sup> 214		3	bal		18			4,5	0,1	0,03	0,02 Y
INC MA 754 <sup>+</sup>			bal		20			0,3		0,05	0,6 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 0,5 Ti
Haynes <sup>+</sup> 230	N02230	3	bal	5	22	2	14	0,3	0,4	0,10	0,02La
RA <sup>+</sup> 333	N06333	18	bal	3	25	3	3		1,25	0,05	
R-41	N07041	5	bal	10	18	9		1,5	0,5	0,08	3 Ti
263	N07263	1	bal	20	20	6		0,5	0,4	0,06	2 Ti
Haynes <sup>+</sup> HR-160		4	bal	27	28				2,75	0,05	
625	N06625	3	bal		22	9		0,2	0,2	0,02	3-5Nb/Ta, 0,3Ti
Hastelloy <sup>+</sup> N	N10003	5	bal		7	17			1,0	0,06	0,3 Cu
Hastelloy <sup>+</sup> 8	N06635	2	bal	1	16	14	0,8	0,2	0,5	0,02	0,05 La
X	N06002	18	bal	2	22	9	0,5	0,2	0,5	0,15	0,15 Ti
Waspalloy <sup>+</sup>	N07001	2	bal	14	19	4		1,5		0,08	3 Ti

<sup>+</sup>Marca Registrada

Fonte: NiDI 10056 <sup>[6]</sup>

Encontram-se aplicações da liga 600 nas unidades de polimerização que convertem cataliticamente os gases olefinicos em polímeros. Nestas aplicações ela é usada pela sua resistência à alta temperatura e à oxidação cíclica.

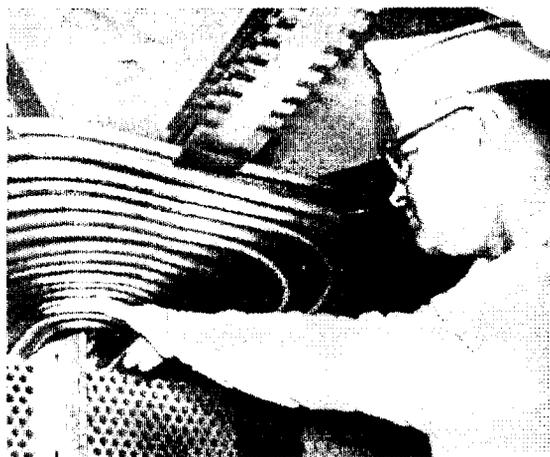


Figura 1.1. Tubos de liga INCONEL 600 sendo instalados em um reator nuclear tipo PWR.

Em equipamento termo-processador à alta temperatura, a liga 600 tornou-se padrão para confecção de muflas e dispositivos, especialmente para os que operam em ambientes de nitretação e atmosferas carburantes.<sup>[8-10]</sup>

Na maioria dos processos envolvendo fabricação, recuperação e manutenção de peças e equipamentos em ligas 600 utilizam-se processos de soldagem.

Processos de soldagem desta liga devem respeitar um certo número de regras, para levar em conta os efeitos metalúrgicos. A zona fundida e zona termicamente afetada constituem pontos críticos, devido as dificuldades de soldagem da liga sem o aparecimento de microfissuras, devido a estrutura austenítica dos materiais que são bem conhecidas, podendo estas ser ponto de partida de avarias importantes.<sup>[10-16]</sup>

Na união por soldagem da liga 600, utilizam-se os processos TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER, entre outros, onde pode-se, ou utilizar eletrodos especiais com composição química muito próximo ao da liga, ou técnicas de soldagem sem material de adição.<sup>[12, 17-19]</sup>

Os objetivos desta dissertação são:

- Realizar a caracterização microestrutural e mecânica das regiões de zona de fusão e metal de base em amostras da superliga 600 (nacional) que receberam tratamentos termomecânicos seguidos de processos de soldagem a arco-voltaico (TIG pulsado e não pulsado e Arco Plasma) e LASER;

- A caracterização dos precipitados presentes em amostras da superliga de níquel 600 (nacional), em região de zona de fusão e metal de base, que receberam tratamentos termomecânicos seguidos de processos de soldagem;

- Análise das transformações metalúrgicas ocorridas durante os processos de soldagem a arco-voltaico e LASER em amostras da superliga 600 (nacional)

A caracterização microestrutural foi feita por microscopia óptica, microscopia eletrônica e difração de elétrons. A identificação dos precipitados e análise das transformações metalúrgicas foi feita por microscopia eletrônica e microanálise (espectrometria) utilizando detetores de estado sólido em equipamento tipo “EDS”. A caracterização mecânica foi feita por medidas de microdureza Vickers.

## ***CAPÍTULO 2***

### **REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### **2.1. SUPERLIGAS A BASE DE NÍQUEL**

Uma aplicação crítica de materiais de interesse em Engenharia está em sistemas submetidos a altas temperaturas, acima de 813 K, tais como componentes para turbinas de aviões, indústrias de geração de energia elétrica, processamento químico e nuclear. As ligas usadas para estas aplicações são a base de ferro, cobalto ou níquel, sendo ligas a base de níquel as mais utilizadas.

A aplicabilidade do níquel para tais ligas, envolve seu elevado ponto de fusão (1726 K), adequada resistência a corrosão e capacidade de dissolver, de maneira limitada, um certo número de elementos metálicos, que servem para reforçar ou melhorar suas propriedades à corrosão e a altas temperaturas.<sup>[3-5, 15-16, 20-23]</sup>

As ligas a base de níquel, podem ser classificadas em dez grupos, incluindo as de alto níquel, nos quais os maiores constituintes estão em um nível superior a 10%, são elas: Níquel,

Níquel-Cobre, Níquel-Ferro, Níquel-Cromo, Níquel-Molibdênio, Níquel-Ferro-Cobalto, Níquel-Cromo-Cobalto, Níquel-Cromo-Ferro e Níquel-Cromo-Molibdênio.<sup>[2]</sup>

Com relação às ligas Níquel-Cromo-Ferro, sua aplicabilidade é baseada na presença de cromo e outros elementos de liga. O cromo é um elemento essencial para conferir resistência à corrosão, sendo normalmente encontrado nestas ligas com teor de 15% a 30%; os outros elementos, se presentes, estão normalmente em um nível menor, variando entre 3% a 20%, e estão relacionados com o aumento da resistência à deformação em altas temperaturas, dentro desta gama estão as ligas níquel-cromo-ferro, comumente conhecidas por ligas INCONEL.<sup>[3-5, 15]</sup>

A figura 2.1. mostra uma seção do diagrama de fase ternário para as ligas níquel-cromo-ferro.<sup>[26]</sup>

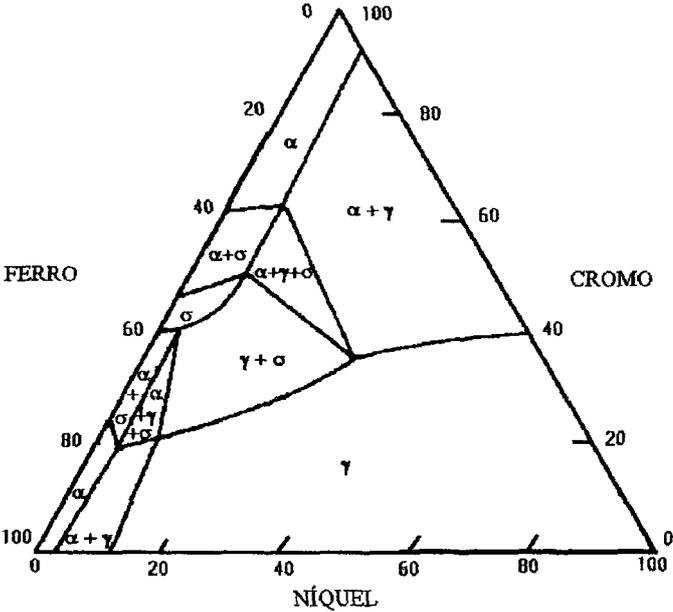


Figura 2.1. Seção do diagrama de fase ternário para ligas níquel-cromo-ferro em % em peso correspondente a temperatura de 923 K.

A raiz da família de ligas INCONEL é a INCONEL 600, que é uma liga austenítica de solução sólida contendo 76% de níquel, 15% de cromo, 8% de ferro e adições menores de outros elementos. Por conter tão alto teor de níquel, esta liga tem baixa solubilidade para o carbono. Assim, ao ser exposta a temperaturas entre 813 e 1253 K, o carbono excessivo se precipitará como carbonetos de cromo que, dependendo da temperatura de exposição, estes carbonetos se precipitarão tanto nos grãos e contornos de grão, quanto predominantemente nos contornos de grão.

Do ponto de vista prático da Engenharia, a característica física mais importante das ligas INCONEL é provavelmente sua capacidade termo-expansiva. Isto se deve a microestrutura coesa e estável em altas temperaturas apresentadas nessas ligas.<sup>[3, 4, 15]</sup> A liga 600 também apresenta um bom desempenho em atmosferas carburizantes e à nitretação.<sup>[8]</sup>

Considerando os métodos para o aumento da resistência a alta temperaturas, como a liga é uma solução sólida, um primeiro mecanismo é devido à presença de uma segunda fase estável e bem distribuída de composto intermetálico  $Ni_3(Al, Ti)$ , conhecido como  $\gamma'$ . Esta fase tem uma estrutura CFC isomorfa com a matriz e com parâmetro de rede diferindo em aproximadamente 1% daquela, e formada durante os seguintes tratamentos térmicos: solubilização a 1393 K e tratamentos de envelhecimento duplo a 1353 K (partículas grandes e estáveis) e 1118 K (dispersão de precipitados finos). A similaridade estrutural permite a esta fase ( $\gamma'$ ) formar precipitados coerentes, dando grande estabilidade a temperaturas elevadas. Outras fases dispersas, carbonetos do tipo MC e  $M_{23}C_6$ , onde M é o metal presente, podem contribuir para o aumento da resistência das superligas, mas a maior contribuição é o controle, em grande escala, do início de fratura intergranular. A constituição e morfologia dos contornos de grão depende não apenas da composição da liga e do tratamento térmico

aplicado, mas também da quantidade dos menores constituintes tais como boro e zircônio, encontrados em torno de 0.01%.<sup>[24-25]</sup> [23]

O segundo maior mecanismo de aumento da resistência a altas temperaturas a grande diferença de tamanho dos átomos de níquel com os solutos Ti, Mn, Mo entre outros, presentes em variantes da liga 600. Contudo, este efeito pode ser modificado quando muitos solutos estão presentes

A avaliação de adição de elementos de liga para resistência à corrosão geral tem sido muito mais difícil de se estabelecer do que para altas temperaturas, com exceção do cromo, que é sempre benéfico neste caso. Estas ligas tem sido analisadas em termos do efeito de adição de vários elementos. A adição de molibdênio e tungstênio aumenta pouco a resistência à oxidação, já a adição de silício a diminui. A adição de manganês e ferro tem pouco efeito. Nióbio, cobre e titânio diminuem também a resistência.

*No caso específico da corrosão, verifica-se que a resistência também é resultado da película de óxido que pode se desenvolver nas ligas. Isto se verifica especialmente em ambientes oxidantes aquosos e de alta temperatura oxidante (ar, vapor, entre outros).*

A liga nacional EMVAC 600 apresenta matriz austenítica, solução sólida, cúbica de face centrada, fase  $\gamma'$  e várias fases secundárias (carbonetos e precipitados intermetálicos), com composição química semelhante a superliga INCONEL 600.<sup>[5, 15]</sup>

Algumas propriedades mecânicas de uma barra laminada a quente, a temperaturas ambiente e elevadas, são dadas na tabela 2.1., onde pode-se verificar que a liga mantém razoável resistência a temperaturas elevadas e também apreciável resistência à deformação a temperaturas superiores a 873 K.

**TABELA 2.1. PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UMA LIGA 600 RECOZIDA**

Temperatura (K)	0.2% L.E. (MN/m <sup>2</sup> )	L.R (MN/m <sup>2</sup> )	Elongação (%)	Dureza (HV)
293	185-300	540-650	35-55	140-160
673	200	600	49	-
773	195	580	48	-
873	190	520	42	-
973	160	320	38	-
1073	95	150	58	-

Fonte: Nickel and it's alloys <sup>[24]</sup>

No que se refere aos custos, verifica-se que o custo da matéria prima não é o fator predominante, mas sim o custo de processamento, principalmente em função dos elementos constituintes desta liga e do uso de técnicas mais sofisticadas para seu processamento. Dependendo da aplicação e da composição química, as superligas podem ser fabricadas pelos processos de forjamento, fundição, laminação, extrusão e metalurgia do pó, produzidas na forma de chapas, barras, lâminas, tubulações, foles metálicos e discos. As estruturas fabricadas, podem ser unidas por processos de soldagem ou brasagem.<sup>[3-4, 6, 15, 17]</sup>

## 2.2. METALURGIA DA SOLDAGEM

A metalurgia da soldagem interpreta os fenômenos que ocorrem durante os processos de soldagem e resfriamento ao longo de toda a junta soldada. A soldabilidade dos metais varia de um elemento para outro, de forma que as juntas soldadas nem sempre apresentam a inseparabilidade ou coesão que seriam necessárias, para melhores resistências mecânicas,

sendo que os metais capazes de formar um contínuo de soluções sólidas apresentam maior grau de soldabilidade.<sup>[26]</sup>

A maioria dos processos de soldagem utiliza o calor como fonte de energia, sendo este suprido à poça de fusão em quantidade e intensidade suficientes, de modo a garantir uma solda de boa qualidade. Assim, o calor é elemento fundamental à execução de uniões soldadas mas pode, também, representar fonte de problemas em função de sua influência direta nas transformações metalúrgicas e nos fenômenos mecânicos que ocorrem na zona de solda, efeitos estes, conseqüentes dos ciclos térmicos e das temperaturas onde a zona de solda é submetida.<sup>[27]</sup>

Uma junta soldada, pode ser decomposta em quatro regiões distintas, quando observada em uma seção transversal polida e atacada convenientemente (figura 2.2.).

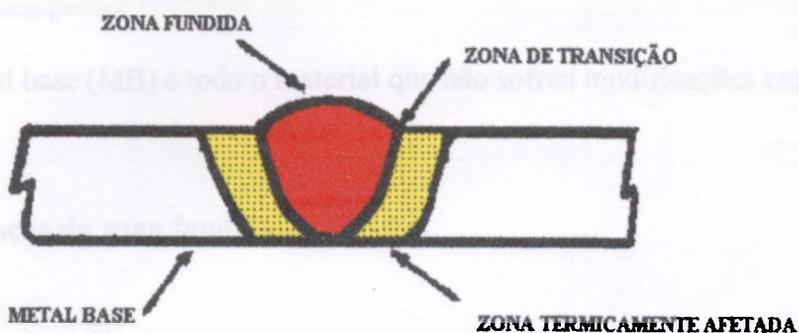


Figura 2.2. Representação esquemática de uma junta soldada

A zona fundida (ZF) é aquela que, durante a soldagem, foi levada ao estado líquido, e que após a cessação da fonte de calor, ocorreu a solidificação. Pode-se neste último caso, obter-se a zona fundida por passe único ou por passe múltiplo.

O metal fundido é o metal da zona fundida, distinto do metal depositado, que é o metal obtido a partir do metal de adição na utilização de eletrodos consumíveis.

A zona de transição, ou de ligação, encontra-se entre a zona fundida e a zona termicamente afetada. De fato, tratando-se de um metal puro, a zona de transição limita a zona fundida e o metal base não fundido. Quando se trata de uma liga ou de um metal impuro, pode-se, em certos casos, distinguir, na zona de transição, os efeitos de uma fusão parcial entre o “*liquidus*” e o “*solidus*”.

A região do metal base que não se fundiu, mas que teve sua microestrutura e propriedades alteradas em função do ciclo térmico da soldagem, é a chamada “zona termicamente afetada” (ZTA). As modificações que podem ocorrer na ZTA são frequentemente em função do tempo de permanência a altas temperaturas e do ciclo térmico de resfriamento, podendo variar de um ponto a outro, sendo observáveis através de exame micrográfico. Verifica-se que a ZTA nos processos modernos, tais como o processo LASER, praticamente desaparece.<sup>[12, 26-28]</sup>

O metal base (MB) é todo o material que não sofreu modificações estruturais.<sup>[27-28]</sup>

### **2.2.1. Elaboração da zona fundida**

Durante a soldagem, ocorre uma redistribuição dos elementos de liga na zona fundida, conforme o procedimento de soldagem e a técnica operatória utilizada, como consequência dos seguintes fenômenos:

a) comportamento físico/químico dos elementos ou compostos, presentes no estado líquido e na solidificação;

b) reações entre o metal fundido e o meio envolvente, líquido ou gasoso e;

c) diluição.<sup>[26-28]</sup>

Quanto ao comportamento físico/químico, a volatilização e o desprendimento gasoso são as mais correntes. A volatilização ocorre quando a pressão de vapor do metal envolvido é considerável na temperatura que se processa a soldagem. Quanto maior a temperatura e o tempo de permanência nas temperaturas elevadas maior será a volatilização.

As reações químicas que provocam o desprendimento gasoso, podem ser prejudiciais, podendo ocasionar inclusões metálicas ou gasosas (porosidades). Esta última ocorre quando há um rápido resfriamento da poça de fusão.

No processo de soldagem de metais não ferrosos, a porosidade costuma ser atribuída a reações a altas temperaturas, onde a presença de umidade ou impurezas acompanha ou o metal de adição ou o metal base.<sup>[13-14, 27-28]</sup>

As reações entre o metal fundido e o meio envolvente, podem ocasionar precipitação de compostos de solução sólida, a partir dos elementos de liga, ou seja, a fusão pode produzir a saída da solução de um composto, acarretando alterações químicas e/ou mecânicas na junta soldada. Como exemplo, podemos citar o fenômeno da sensitização, caracterizada pela formação de carbonetos de cromo nos aços inoxidáveis austeníticos, entre 823 e 1073 K.<sup>[26-28]</sup>

### **2.2.2. Solidificação**

O estudo dos processos de solidificação é importante porque estes controlam a formação da estrutura e, portanto, as propriedades de fundição e ditam os tratamentos térmicos anteriores aos processos de fabricação.

Todos os metais e ligas são produzidos pelos processos de solidificação da fase líquida. A mistura de componentes e a purificação de metais são melhor compreendidos no

estado de fusão e processos de fundição podem, frequentemente, ser usados para produzir uma forma desejada. A microestrutura é grandemente determinada pelos processos de solidificação. A cristalização começa com a formação de núcleos sólidos (figura 2.3.) que então crescem consumindo o material fundido. Este processo, geralmente, governa a formação de novas fases. Quando uma liga homogênea fundida se solidifica, ocorre uma redistribuição do soluto, podendo em alguns casos gerar um sólido que apresenta várias fases cristalinas.<sup>[23, 29-32]</sup>

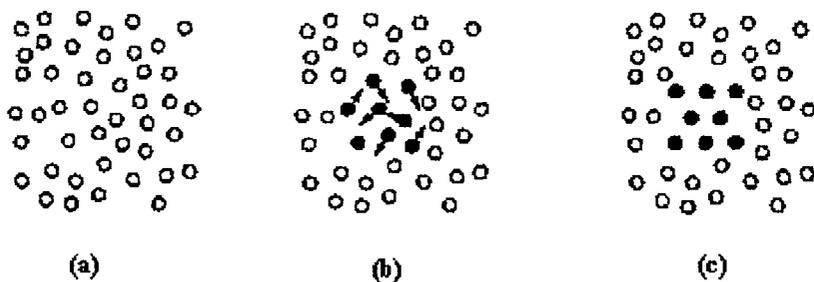


Figura 2.3. Processo de nucleação: (a) átomos no estado líquido; (b) determinados átomos movem-se para novas posições conforme setas (resfriamento); (c) átomos formando núcleo de solidificação.

Geralmente, a solidificação é acompanhada por uma contração no volume, não maior que 6%, no caso de metais e ligas comercialmente mais comuns. No caso das ligas metálicas, ocorre uma redistribuição na composição química no sólido, fenômenos de micro e macrossegregação. Tal transformação determina as propriedades mecânicas e químicas, bem como o aparecimento de trincas nas estruturas brutas de fusão.<sup>[27, 29-30, 33]</sup>

### 2.2.2.1. Solidificação de ligas de solução sólida

Na medida em que se eleva o teor de soluto em um metal, a interface entre o sólido e líquido se modifica da forma plana e lisa, para os metais puros, para estruturas celulares e em seguida dendríticas. Os cristais nucleados, por exemplo na parede de um molde, crescem ao longo da superfície deste para formar uma camada sólida fina e então esta camada sólida cresce em direção a região central do molde. Uma vez que a interface é imperfeita, os átomos de soluto rejeitados não podem se encontrar uniformemente distribuídos ao longo da interface sólido-líquido. A distribuição não uniforme de solutos no líquido junto a interface evita o crescimento uniforme dos cristais.<sup>[29-30, 32]</sup>

Se a quantidade de soluto em um metal é pequena, as projeções que crescem preferencialmente podem desenvolver-se fora do equilíbrio. A segregação local do soluto, pode aparecer como pontos separados de alta concentração na direção de crescimento. Na medida em que a concentração de soluto aumenta, a segregação aparecerá primeiramente em uma linha contínua e em seguida, aparecerá em uma forma de zigzag, quando se desenvolvem as dendritas celulares.<sup>[23, 29-31, 33]</sup>

Quanto à morfologia, na medida em que a concentração de soluto aumenta, a interface plana entre o líquido e o sólido do metal puro desenvolve-se para diferentes estruturas denominadas: nódulos, nódulos alongados, células bidimensionais, células irregulares e dendritas. A figura 2.4. mostra esquematicamente quatro tipos de estruturas na direção de crescimento e junto à interface sólido-líquido.<sup>[30]</sup>

Verifica-se que a transição da estrutura solidificada é não somente influenciada pela segregação do soluto, mas também pela taxa de resfriamento. A medida que a taxa de

resfriamento aumenta, a estrutura tende a variar de (a) a (d) na figura 2.4. A figura 2.5. mostra esquematicamente a relação entre a taxa de resfriamento e a estrutura de interface, para várias concentrações de soluto. Acredita-se que estas, relacionam-se ao decréscimo no tempo de difusão para os solutos segregados.

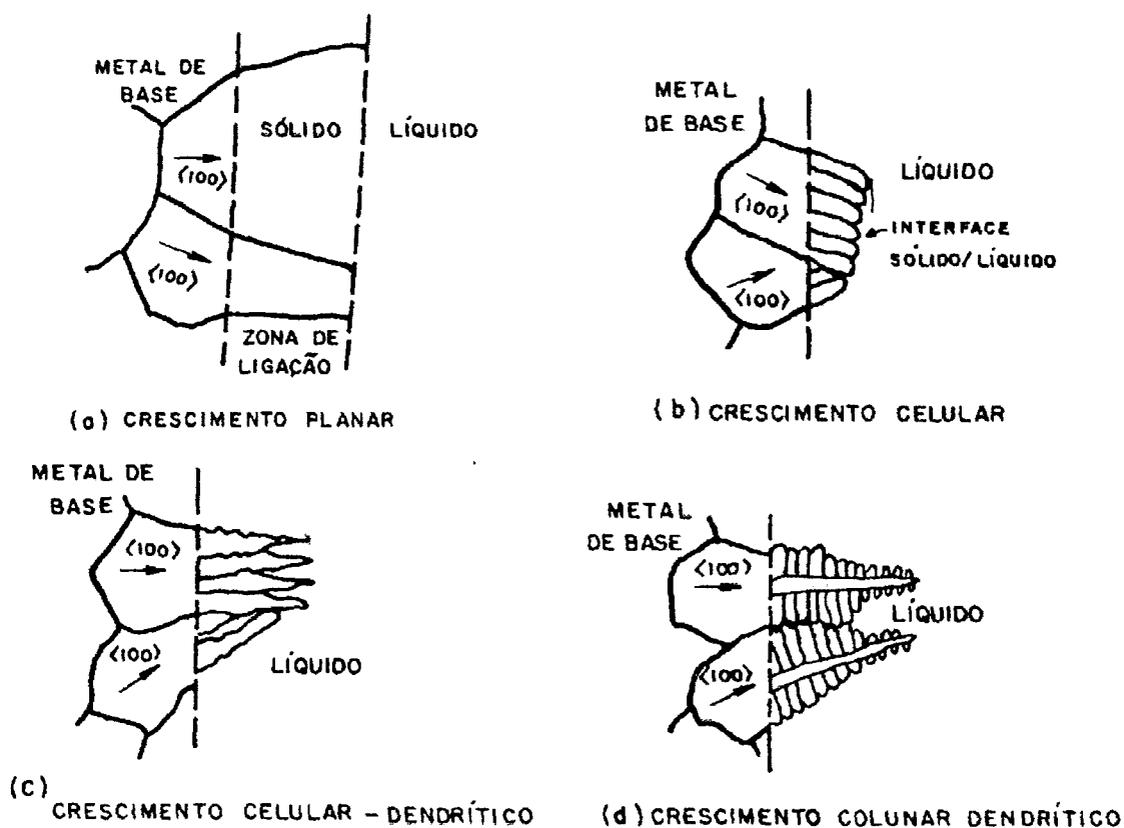


Figura 2.4. Esquema de uma interface sólido-líquido na presença de soluto.

A transição nas estruturas é influenciada pela convecção no líquido em frente à interface, já que esta convecção promove o movimento de soluto da interface em avanço à massa líquida.

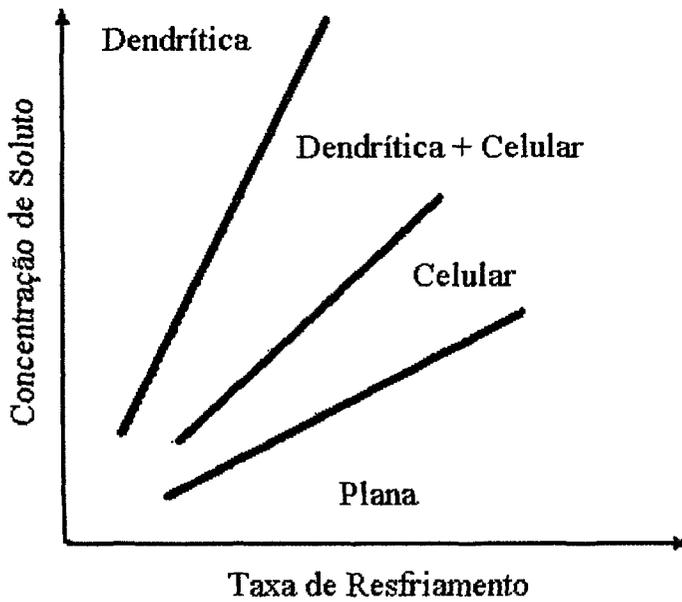


Figura 2.5. Condições de crescimento para a transição de células e dendritas

#### 2.2.2.2. Dendritas

Quando um metal fundido é resfriado dentro de um molde, por exemplo, pequenos cristais se desenvolverão ao acaso nas paredes do molde. O cristais crescem preferencialmente ao longo da superfície, das paredes do molde, para formar uma camada sólida e então crescem adiante. Esse crescimento dos cristais não se dá, na realidade, de maneira uniforme, ou seja, a velocidade de crescimento não é a mesma em todas as direções, variando de acordo com os diferentes eixos cristalográficos; além disso, no interior dos moldes, o crescimento é limitado pelas paredes destes.

A figura 2.6., mostra o desenvolvimento e a expansão de cada núcleo de cristalização, originando um tipo de cristal semelhante a uma árvore com seus ramos; a esse tipo de cristal dá-se o nome de dendrita.<sup>[23, 29-30, 33-34]</sup>

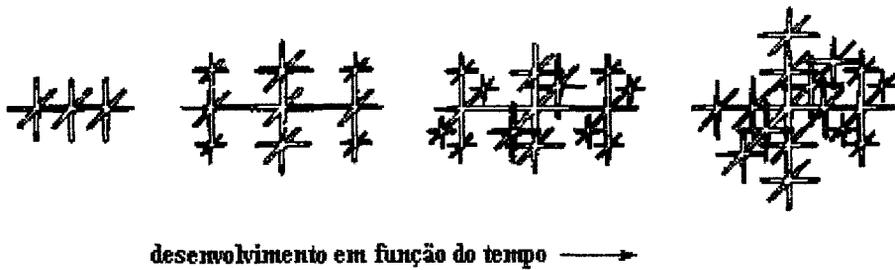


Figura 2.6. Desenvolvimento dendrítico em função do tempo.

Geralmente, a orientação cristalográfica da dendrita relaciona-se ao crescimento preferencial em certas direções cristalográficas. Em metais cúbicos de face centrada como o níquel, por exemplo, o eixo dendrítico encontra-se no eixo  $\langle 100 \rangle$  de uma pirâmide formada por quatro planos compactos  $\{111\}$ . Quando um pequeno cristal livre cresce, no líquido, na forma de octaedro, este mantém seu formato até que a segregação de soluto impeça o crescimento uniforme das superfícies do cristal. Na medida em que a segregação de soluto aumenta, as seis pontas deste octaedro, onde espera-se que a segregação de soluto na interface sólido-líquido desse cristal seja menor, começam a se projetar, formando eixos principais da dendrita. O desenvolvimento deste processo pode ser visto na figura 2.7.

Os ramos primários crescerão a partir dos eixos principais. Esses ramos começam a crescer em posições locais, com menor segregação de soluto na superfície dos eixos principais. Esta direção de crescimento refere-se a orientação cristalográfica dos metais.

Se um cristal livre cresce no líquido, os três eixos principais crescerão à mesma taxa. As ramificações subsequentes, os ramos primários, crescerão a partir dos eixos principais, e então os ramos secundários se formarão nos ramos primários. Entretanto, se um cristal é nucleado na parede do molde, os eixos principais e os ramos de uma dendrita não crescem igualmente em todas as direções. Como o super-resfriamento no líquido é maior junto à parede do molde, os dois eixos principais que crescem ao longo da superfície do molde

crecerão a uma velocidade muito maior que os eixos principais que são perpendiculares à superfície do molde. Em qualquer caso de crescimento de cristal sobre uma parede do molde, os eixos que estejam postados mais próximos da superfície do molde terão sempre maior crescimento.<sup>[30]</sup>

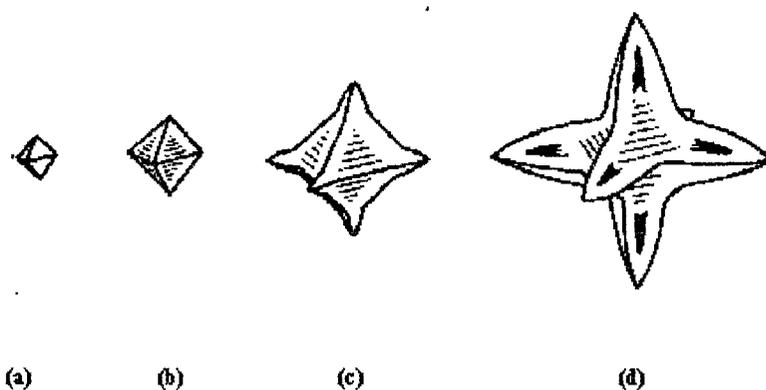


Figura 2.7. Processo de formação dos eixos principais de dendrita: (a) cristal de forma octaédrica; (b) modificação do crescimento do cristal, devido a segregação do soluto; (c) e (d) projeção dos eixos principais de dendrita.

No caso do crescimento de dendritas, quando todas são nucleadas ao mesmo tempo na superfície do molde, por exemplo, estas crescerão primeiramente ao longo da superfície do molde, devido à taxa de crescimento que depende da quantidade de super-resfriamento do líquido à frente das dendritas em avanço e porque o super-resfriamento é muito maior na superfície do molde.<sup>[29, 33]</sup>

Uma dendrita entrará em contato com dendritas adjacentes, formando uma fina camada sólida junto à parede do molde, desde que os eixos e ramos dendríticos que sejam mais paralelos à direção do fluxo de calor, possam crescer mais rapidamente, o crescimento da dendrita cujo eixo principal não é perpendicular à parede do molde, é impedido pelos cristais vizinhos.

Os ramos secundários se forma a partir dos ramos dendríticos primários que estão crescendo preferencialmente. Quando os ramos entrarem em contato com dendritas adjacentes, ocorre um aumento do diâmetro do eixo, paralelamente à direção original de crescimento dos ramos primários.

Em geral, os ramos dendríticos que crescem paralelos à direção de crescimento são chamados “ramos dendríticos primários”, mas realmente, eles consistem de eixos principais, ramos dendríticos primários, ramos secundários e, mesmo, de ramos terciários que crescem na mesma direção. Este tipo de competição de crescimento ocorre não somente na superfície do molde mas também durante o crescimento colunar.<sup>[29, 30, 33]</sup>

Geralmente, é desejável que o espaçamento entre ramos seja o mais estreito possível, uma vez que a segregação microscópica existente entre os ramos que estejam muito separados reduz as propriedades mecânicas do componente solidificado. Para remover a segregação microscópica entre os ramos dendríticos, as peças são geralmente tratadas termicamente. Devido ao fato de que o tempo de homogeneização decresce em proporção direta a um decréscimo no espaçamento interdendrítico, a condição de solidificação que propicia a produção de material com espaçamento interdendrítico estreito é a mais desejável.

As dendritas formam-se devido à segregação de soluto na interface “sólido-líquido”; assim, se o teor de soluto na liga for constante, quanto maior a taxa de solidificação (ou taxa relativa de extração de calor), menor será o espaçamento interdendrítico.

Se a condição de solidificação é constante, o espaçamento interdendrítico é influenciado pelo teor de soluto da liga. Quando o teor de soluto é muito pequeno, todos os ramos primários podem crescer uniformemente, contudo, na medida em que o teor de soluto aumenta, a segregação de soluto tende a impedir o crescimento uniforme dos ramos. Os ramos dendríticos que estão posicionados com o mesmo espaçamento no eixo principal

seriam impedidos de crescer uniformemente pela segregação de soluto em frente à interface sólido-líquido em avanço, na medida em que crescem adiante a partir de suas raízes. O crescimento de alguns ramos da dendrita pode ainda ser impedido mesmo junto aos ramos primários. A mesma tendência pode ser observada no caso do crescimento de ramos secundários e terciários. Com o aumento adicional do teor de soluto, o espaçamento entre os ramos se torna irregular porque os ramos são separados de suas raízes por refusão durante a solidificação.

Se existir convecção térmica e composicional, as dendritas crescerão irregularmente, pois os ramos dendríticos crescem evitando regiões com segregação de soluto maior.<sup>[23, 29-30, 33-34]</sup>

### **2.2.3. Solidificação da poça de fusão em uma junta soldada.**

A zona de ligação entre a solda e o metal base possui uma região parcialmente fundida, que passa por um mecanismo de solidificação. Segundo modelo proposto, existem locais onde o ponto de fusão é maior que o ponto de fusão da liga, o que é devido à concentração diferenciada de soluto. A partir da zona parcialmente fundida ocorre a solidificação da solda e o crescimento se realiza com a mesma orientação cristalográfica dos grãos da região parcialmente fundida. Esse crescimento é chamado epitaxial e sua ocorrência precisa de um pequeno super-resfriamento.<sup>[26-27]</sup>

Além do crescimento epitaxial, existe o crescimento competitivo da estrutura de solidificação, determinado pela direção do gradiente de extração de calor e a direção  $\langle 100 \rangle$  do reticulado cristalino do sistema cúbico. Os grãos que apresentam essas duas direções

coincidentes têm velocidade de crescimento maior que outros grãos. A figura 2.8. mostra este processo.<sup>[27]</sup>

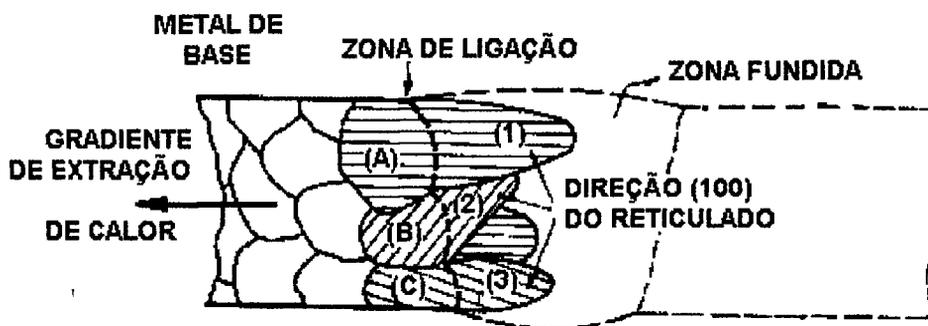


Figura 2.8. Representação esquemática do crescimento epitaxial (entre A e 1; B e 2; e C e 3) e do crescimento competitivo (entre 1, 2 e 3).<sup>[27]</sup>

A solidificação da poça de fusão envolve os crescimento epitaxial e competitivo, e esses fenômenos determinam se a estrutura final da solda será grosseira ou refinada.

Outro fator que interfere na estrutura final da solda é o tamanho de grão do metal base: quanto maior o tamanho de grão, mais grosseira é a solda obtida. Isso significa também que, quanto maior a temperatura máxima na zona de ligação, maior o tamanho de grão e mais grosseira será a solda.<sup>[27-28, 35-36]</sup>

Em uma solda, geralmente em relação aos tipos de estruturas primárias, tem-se uma pequena região de crescimento planar, seguido de crescimento celular e celular-dendrítico e, em alguns casos, uma região dendrítica. As variáveis, gradiente térmico imposto e velocidade de solidificação, podem ser relacionadas aos parâmetros de soldagem. O aumento do gradiente térmico, está relacionado com a diminuição da energia de soldagem, o que significa que a região super-resfriada constitucionalmente diminui, tendendo a um crescimento plano. Se o gradiente é diminuído, a região super-resfriada é maior e a tendência é ter um crescimento dendrítico. A velocidade de resfriamento na interface sólido-líquido está relacionada à velocidade de soldagem, que por sua vez está ligada ao gradiente térmico.<sup>[27]</sup>

Quanto à geometria, a poça de fusão pode ter basicamente dois tipos: formato elíptico ou de gota, conforme pode ser visto na figura 2.9. Essa geometria é determinada pela velocidade de soldagem e pelo balanço térmico entre a energia de soldagem e as condições de transferência de calor do metal base. O formato elíptico é determinado quando a velocidade de solidificação é igual à de soldagem, enquanto que o formato de gota ocorre quando a velocidade de solidificação é menor que a de soldagem.

A velocidade de solidificação é proporcional ao gradiente térmico. Em aproximação bastante simplificada, o gradiente térmico da poça de fusão pode ser expresso pela equação 2.1:

$$\nabla_T = (T_{\text{marco}} - T_{\text{liquidus}}) / D_{\text{C-SL}} \quad (2.1)$$

onde:  $T_{\text{marco}}$  é a temperatura média do arco na poça;

$T_{\text{liquidus}}$  é a temperatura “*liquidus*” do material e

$D_{\text{C-SL}}$  é a distância do centro do arco elétrico até a interface sólido-líquido.

A poça de fusão tem gradiente térmico praticamente constante ao longo da interface sólido líquido. A poça de fusão em formato de gota possui no centro do cordão um gradiente menor do que nas bordas.<sup>[26-27]</sup>

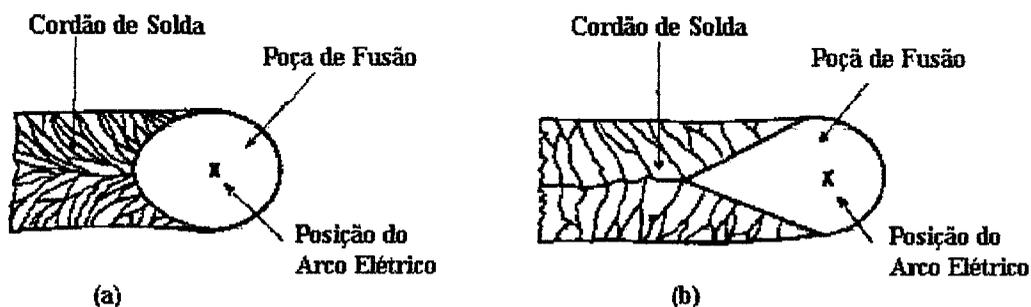


Figura 2.9. Geometria da poça de fusão: (a) formato elíptico; (b) formato de gota.

Estudos sobre o efeito da composição química e das condições de soldagem no desenvolvimento da estrutura bruta de fusão da solda, levaram a cinco tipos de macroestrutura de solda, que podem ser vistas na figura 2.10.

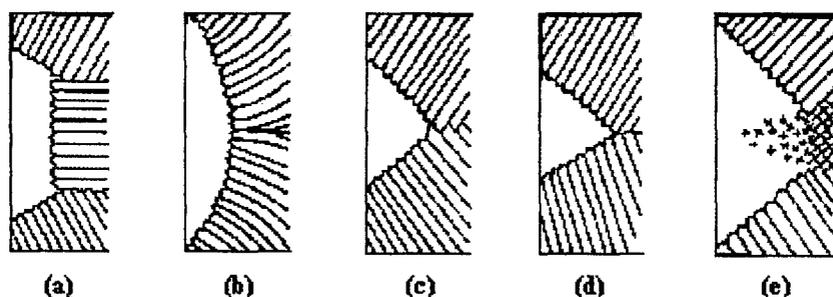


Figura 2.10. Tipos de macroestrutura de solda.

Verifica-se que (a) ocorre para todas as faixas de variáveis de soldagem em ligas binárias e, no caso dos aços, para baixa velocidade de soldagem, a macroestrutura desta forma apresenta baixa resistência ao início e propagação de trincas. Em (b) os grãos colunares concordam entre si com ângulos de  $0^\circ$ , indicando que a poça de fusão tem formato elíptico, o comportamento dessa macroestrutura é semelhante ao do tipo (a) em termos das propriedades mecânicas. O tipo (c) não ocorre com baixas velocidades de soldagem, os grãos colunares encontram-se no centro do cordão, formando uma estrutura em ziguezague, mais resistente à propagação de trincas. Quanto a (d), esta estrutura caracteriza-se por ter um ângulo de  $180^\circ$  no encontro dos grãos colunares, ocorrendo para elevadas velocidades de soldagem e seu desempenho, no que se refere a resistência a fratura é o pior de todos. Em (e), uma estrutura dendrítica desorientada no centro do cordão a caracteriza e a resistência à fratura dessa macroestrutura está entre os tipos (a) e (c).<sup>[26-27]</sup>

Pode-se promover a formação de núcleos que impedem ou diminuem o tamanho de grão na zona fundida, através do controle da solidificação na poça de fusão. Este controle

pode ser feito por inoculantes, por refino dinâmico e pela agitação da poça de fusão. No caso dos inoculantes, estes devem ter tamanho adequado e devida proteção para elevadas temperaturas do arco, dos quais destacam-se os carbonetos de titânio ou vanádio. O refino dinâmico envolve a agitação da poça de fusão pelas forças magnéticas geradas pelo arco ou convenção forçada. A agitação magnética pode ser feita pela pulsação da corrente que, neste caso, além do refino da zona fundida, a quantidade de calor durante a soldagem é muito menor.<sup>[26-27, 35]</sup>

### **2.3. SOLDAGEM DE SUPERLIGAS**

Denomina-se soldagem ao processo de união entre duas partes metálicas, usando uma fonte de energia, com ou sem aplicação de calor, a solda é resultado desse processo.<sup>[27]</sup> Como as ligas de níquel são muitas vezes usadas em ambientes agressivos, a construção soldada deve ser da mais alta qualidade.

Processos de união de muitos tipos estão disponíveis e, contudo, eles não são completamente aplicáveis para todos os tipos de ligas a base de níquel disponíveis no mercado, o que leva a uma escolha cuidadosa do processo para cada liga em específico.

As mais dúcteis ligas que apresentam extensa solução sólida são as mais facilmente manuseadas, e para estas, praticamente todos os processos de soldagem tem sido aplicados com sucesso. Estes materiais devem preferencialmente ser soldados na condição pós recozimento.<sup>[19]</sup>

Há, contudo, diferenças básicas entre a técnica de soldagem para qualquer liga de níquel, e aquela para um material como o aço doce, que necessita atenção cuidadosa. Os fatores seguintes se aplicam a qualquer processo de solda usado para as ligas de níquel:

1. A zona de solda deve estar rigorosamente limpa.
2. O metal de solda fundido deve ter viscosidade própria.
3. A penetração de solda deve ser especificamente baixa nas ligas de níquel.

A limpeza na soldagem é indubitavelmente o requisito mais importante para a união bem sucedida das ligas de níquel. No caso das ligas níquel-cromo-ferro, é importante que a superfície esteja isenta de impurezas tais como enxofre e silício.

Em função da necessidade de manipular o metal de solda na junta, as ligas a base de níquel, requerem desenhos de chanfros mais abertos, maior ângulo compreendido, a fim de permitir a técnica de tecer.

Como a penetração de solda nestas ligas é mais baixa, o chanfro requer espaços mais estreitos na raiz das juntas. Desenhos esquemáticos das juntas de solda podem ser vistos na figura 2.11.<sup>[10-19]</sup>

Verifica-se que as ligas base níquel, níquel-cromo e níquel-cromo-ferro, como a EMVAC 600 em estudo, apresentam menor soldabilidade que as ligas à base de cobalto. A presença das fases intermetálicas  $\gamma'$  precipitadas aumenta a resistência mecânica da liga, propiciando a formação de trincas de solidificação na zona de fusão (ZF) e trincas de reaquecimento na zona termicamente afetada (ZTA) durante tratamento térmico de endurecimento após a soldagem ou em serviço a temperatura elevada. A susceptibilidade às trincas de solidificação está associada ao teor de alumínio e titânio da liga, formando precipitados intermetálicos do tipo da fase  $\gamma'$  (figura 2.12).<sup>[3-4]</sup>

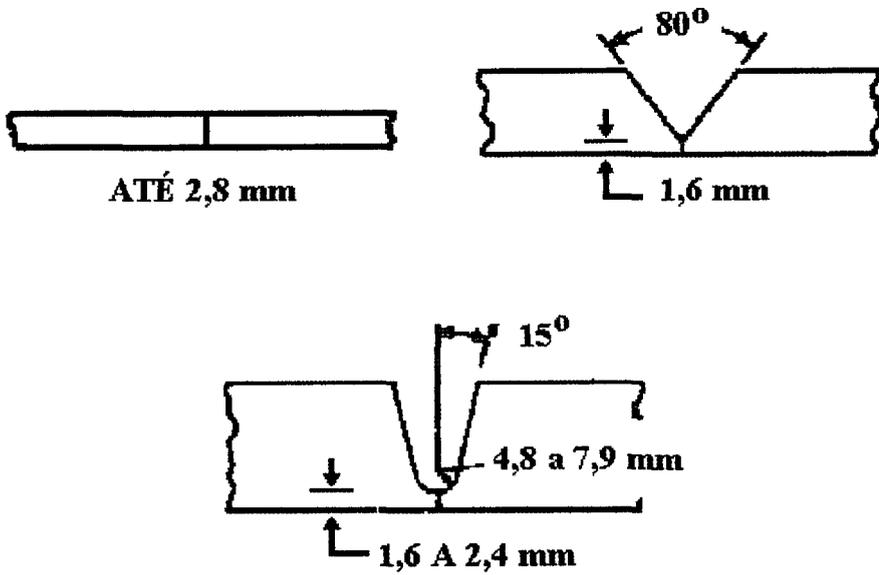


Figura 2.11. Desenhos esquemáticos de chanfros para ligas de níquel.

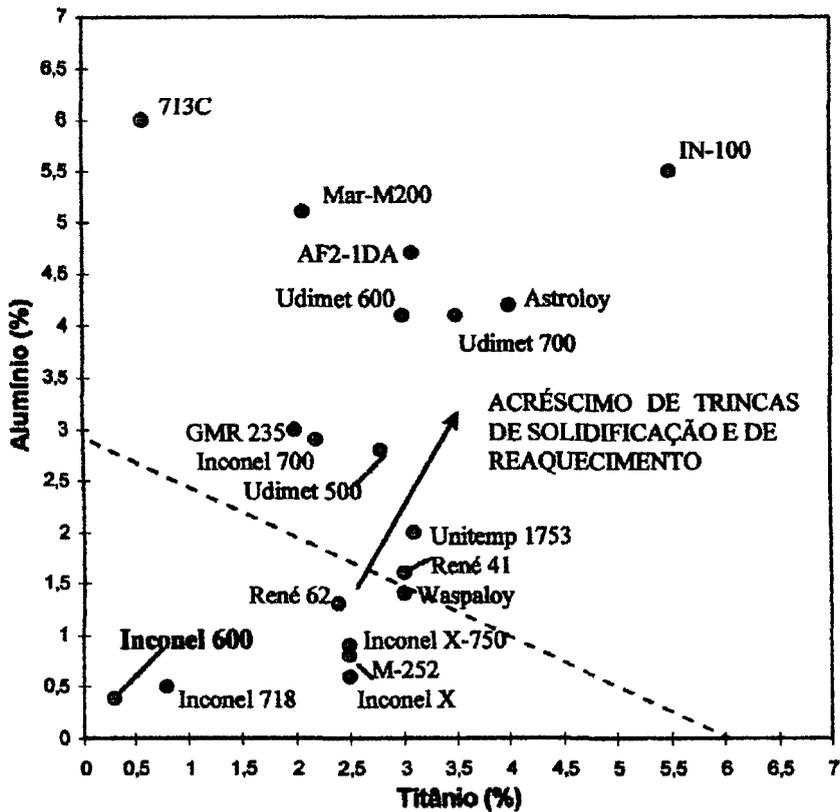


Figura 2.12. - Soldabilidade das ligas a base de níquel em função dos teores de alumínio e titânio (% em peso), formadores de fase  $\gamma'$ .<sup>[15]</sup>

Na ZF formam-se trincas de solidificação, durante a solidificação da poça metálica, seguindo os contornos dendríticos, sendo, portanto, intergranulares. Pode-se encontrá-las em todos os processos de soldagem por fusão e resultam dos efeitos combinados das condições de solidificação, principalmente na rejeição de solutos de baixo ponto de fusão (fósforo e enxofre) e tensão imposta à solda na soldagem da liga.<sup>[3, 11, 26, 34]</sup>

Trincas de reaquecimento podem provocar microfissuras subsuperficiais nas ZTA, difíceis de serem detectadas, que reduzem o limite de resistência à fadiga das ligas. São essencialmente intergranulares e ocorrem pelo efeito combinado da fragilização e deformação. Os fatores que as influenciam são: composição química, microestrutura da ZTA, alto nível de tensão residual associada ao grau de triaxilidade e temperatura na faixa de relaxação de deformação por fluência.<sup>[3, 26, 37]</sup>

Na junção por soldagem das ligas 600, pode-se utilizar os processos de soldagem Arco Tungstênio com Atmosfera Gasosa (TIG), Arco Plasma, Feixe de Elétrons e Laser.<sup>[10-16, 19, 21-23, 38, 43-44]</sup>

### **2.3.1. Processo de soldagem TIG/GTAW (Tungsten Inert Gas/Gas Tungsten Arc Welding)**

O processo de soldagem GTAW (Gas Tungsten Arc Welding/Soldagem a arco elétrico com eletrodo não consumível de tungstênio sob proteção de atmosfera gasosa) ou TIG (Tungsten Inert Gas), como é popularmente conhecido, é amplamente utilizado na soldagem das ligas de níquel. Este, frequentemente, é o único processo usado para o grupo de ligas que endurecem por precipitação.<sup>[12]</sup>

No processo TIG, a fonte de calor é obtida por meio de arco elétrico mantido entre um eletrodo não consumível de tungstênio e a peça a soldar. Um fluxo de gás inerte (em geral o argônio) é usado para proteção o metal de solda fundido e o eletrodo de tungstênio do ar. A soldagem pode ser feita com ou sem material de adição e pode ser manual ou automática.<sup>[12, 18, 27]</sup>

As vantagens deste processo concernentes às ligas de níquel são a não produção de escória (o que minimiza a limpeza pós soldagem), a possibilidade de soldar em qualquer posição sem respingos e sem perda de material durante o processo de soldagem, a possibilidade de soldar chapas finas e uma boa superfície soldada minimizando o tratamento de acabamento pós soldagem. A figura 2.13. mostra esquematicamente o processo.

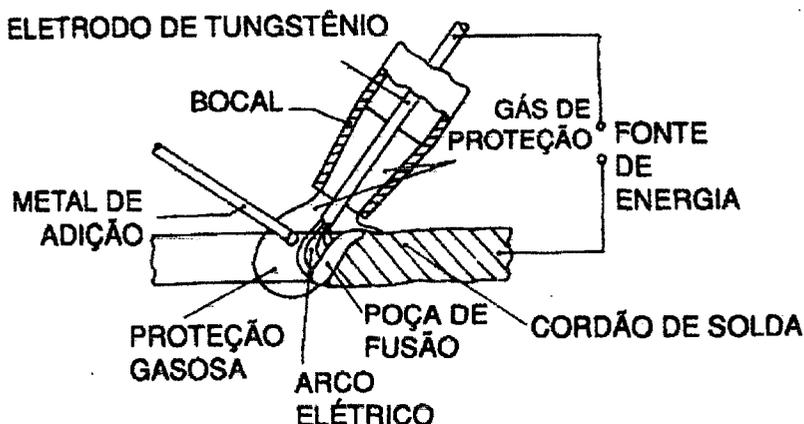


Figura 2.13. Processo de soldagem TIG.<sup>[27]</sup>

Existem algumas variantes do processo de soldagem TIG, destacando-se a soldagem em corrente contínua pulsada, TIG pulsado como popularmente é conhecido. Na soldagem com TIG pulsado, a corrente pulsada caracteriza-se por uma variação da intensidade entre um

valor mínimo e um máximo. O tipo de corrente é do tipo onda quadrada. Neste processo de soldagem deve-se estabelecer a corrente de base, o tempo de corrente de base, a corrente de pico, e a frequência de pulsação. Os valores de corrente de base e pico, o valor do tempo em cada uma delas determinam a corrente média e esta, quanto menor, menor a quantidade de calor e conseqüentemente, menor a distorção, melhorando ainda mais os parâmetros de soldagem na região de zona fundida e zona afetada pelo calor.<sup>[12, 18, 27]</sup>

### **2.3.2. Processo de soldagem a Arco Plasma**

O processo de soldagem a arco plasma, ou simplesmente plasma, é uma extensão do processo TIG/GTAW, onde a coluna do arco elétrico sofre uma constrição, obtida fazendo o arco passar através de um orifício de diâmetro reduzido e de parede fria (cobre refrigerado a água). O processo pode ser manual ou automático.<sup>[27]</sup>

A coalescência do metal neste processo, é obtida através do aquecimento feito pelo arco que sofreu constrição. O processo consiste em provocar em uma coluna de gás, com o auxílio de um arco elétrico, o aumento de sua temperatura, o suficiente para que os impactos das moléculas de gás provoquem entre si certo grau de dissociação e ionização. Assim, o gás ionizado ao passar através do orifício de parede fria, provoca um grande gradiente térmico no centro da coluna de gás em relação a periferia, que está em contato com a parede de cobre. A densidade da coluna no centro diminui, favorecendo aos elétrons adquirirem energia suficiente para provocar novas ionizações. Este efeito aumenta de maneira sensível o grau de ionização da coluna do arco e sua temperatura, aumentando por conseqüência, a taxa de

energia de transferência de energia para a peça a ser soldada, sendo o aumento da velocidade do plasma consequência direta da constrição.<sup>[18, 27]</sup>

A proteção da peça é obtida parcialmente com o gás ionizado a alta temperatura, geralmente uma mistura argônio-hidrogênio, que escoava através do bocal de constrição.

Devido a constrição do arco, várias melhorias no desempenho do processo são obtidas. A mais sensível é a estabilidade do arco, que em comparação com o processo TIG, tem seu percurso em direção para o qual ele foi apontado, e é menos afetado por campos magnéticos, o que aumenta seu grau de colimação, fazendo com que tenha uma área de aporte de energia menor que o processo TIG (figura 2.14).<sup>[27]</sup>

A constrição possibilita, grandes densidades de corrente e, conseqüentemente, grande concentração de energia, ideal para soldagem de superligas.

Pode-se utilizar dois tipos de arco no processo de soldagem a arco plasma: arco transferido e não transferido. Com arco transferido, a peça a ser soldada, faz parte do circuito elétrico, a taxa de transferência de energia para a peça é maior, e, por isto, é o mais utilizado. No arco não transferido, o calor sobre a peça a ser soldado, é obtido somente pelo jato de plasma que atravessa o orifício da boca de constrição. Este processo é utilizado para corte e na junção de peças não condutoras e em aplicações que requerem pouca concentração de energia.

As limitações do processo estão principalmente ligados com a espessura das peças a serem soldadas, que não devem exceder a 25 mm, e com a mão de obra, ou seja, a soldagem com arco plasma requer do operador mais conhecimento do processo, quando comparado com TIG. A tocha é mais complexa, o eletrodo requer configuração e posicionamento precisos, havendo também necessidade de seleção correta do diâmetro do bocal de constrição e da vazão do gás de plasma e de proteção.<sup>[12, 18, 27]</sup>

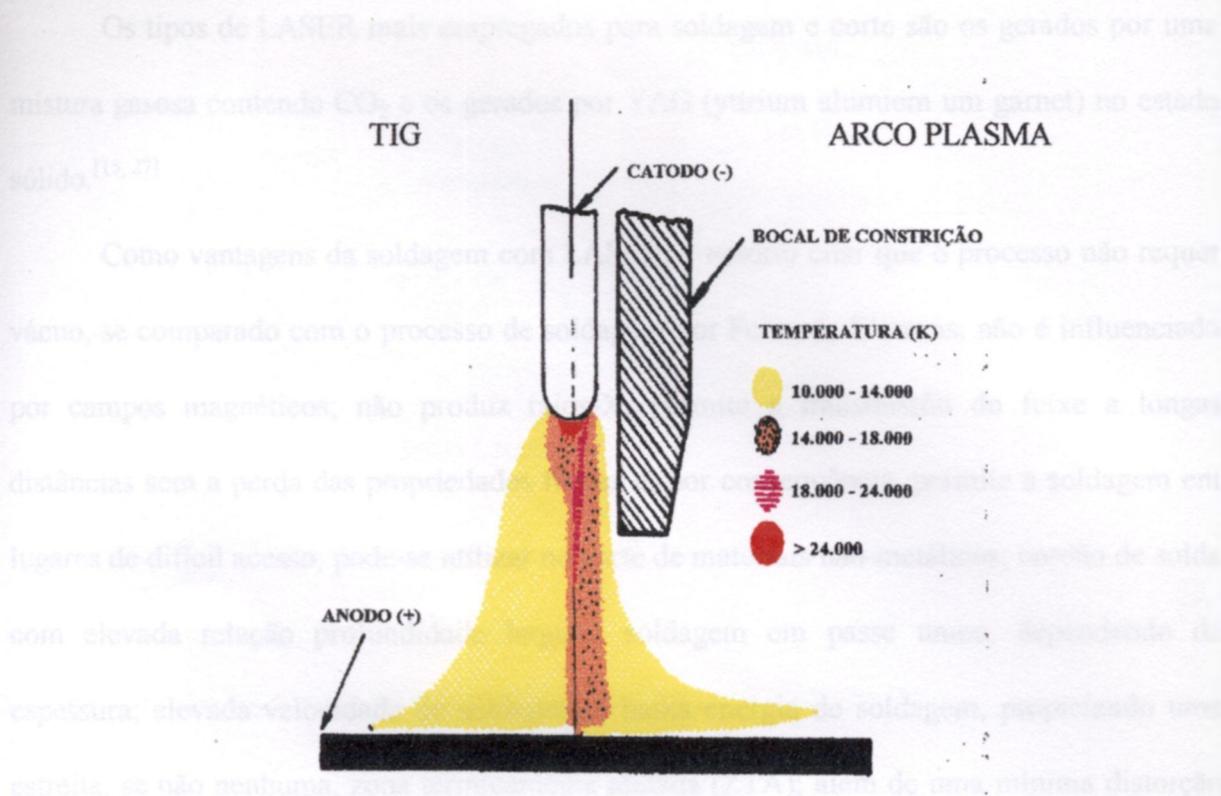


Figura 2.14. Comparação entre as características do arco elétrico TIG e Arco Plasma.<sup>[27]</sup>

### 2.3.3. Processo de soldagem LASER

No processo de soldagem LASER, a coalescência das peças a serem soldadas, é feita através do calor obtido pela aplicação de um feixe de luz (fótons) coerente, concentrado e direcional. O LASER é uma fonte de energia térmica precisamente controlada, tanto no que se refere à intensidade quanto ao posicionamento.<sup>[27]</sup>

Na soldagem, o feixe LASER é focado em um pequeno ponto para produzir uma alta densidade de potência, suficientemente alta para fundir o metal e, no caso de soldas de alta penetração, vaporizá-las em parte. A solidificação do metal gerará a zona de fusão na solda.<sup>[17-18, 27]</sup>

Os tipos de LASER mais empregados para soldagem e corte são os gerados por uma mistura gasosa contendo CO<sub>2</sub> e os gerados por YAG (yttrium alumium um garnet) no estado sólido.<sup>[15, 27]</sup>

Como vantagens da soldagem com LASER, é notório citar que o processo não requer vácuo, se comparado com o processo de soldagem por Feixe de Elétrons; não é influenciado por campos magnéticos; não produz raios-X; permite a transmissão do feixe a longas distâncias sem a perda das propriedades físicas e, por consequência, permite a soldagem em lugares de difícil acesso; pode-se utilizar no corte de materiais não-metálicos; cordão de solda com elevada relação profundidade largura; soldagem em passe único, dependendo da espessura; elevada velocidade de soldagem e baixa energia de soldagem, propiciando uma estreita, se não nenhuma, zona termicamente afetada (ZTA); além de uma mínima distorção dimensional da peça.

As limitações do processo estão relacionadas a baixa eficiência e problemas de soldagem com metais que refletem o feixe; dificuldade para mudar o ponto focal; baixa potência do equipamento; proteção do operador contra os efeitos do feixe de LASER e espessura máxima de 24 mm para corte ou soldagem.<sup>[27]</sup> A figura 2.15. mostra o esquema de soldagem LASER.

Os parâmetros operacionais gerais para soldagem LASER são: potência entre 0,3 a 25 kW com comprimento de onda em torno de 10,6 μm, para laser de CO<sub>2</sub>, para LASER do tipo estado sólido os pulsos de energia estão na faixa de 1 a 100 joules com tempo de pulso de 1 a 10 ms.<sup>[17, 18, 27]</sup>

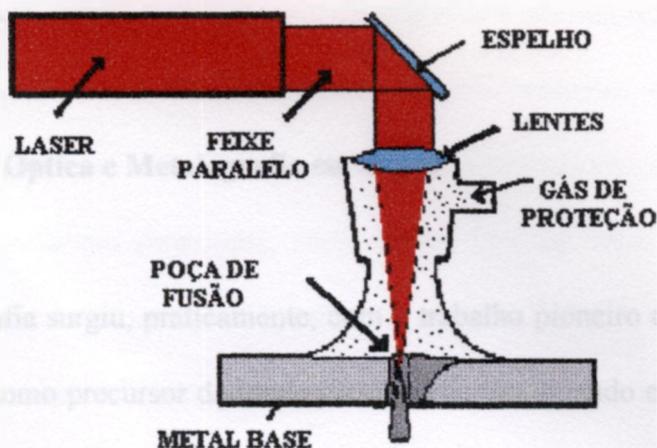


Figura 2.15. Esquema de soldagem LASER.

## 2.4. MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

A inter-relação entre as propriedades físicas e mecânicas e sua microestrutura está sempre em contínuo desenvolvimento. É evidente que as propriedades pelos quais os materiais são seleccionados para uma determinada aplicação, dependem da microestrutura que, por si, pode ser considerada extensão do nível atômico. Microestrutura é um termo genérico, que tem sido usado para descrever a constituição de um material que pode ser visualizado em uma faixa de técnicas que vão do mais simples microscópio óptico a aquelas capazes de resoluções atômicas, tais como a difração de elétrons e raios-X.<sup>[39, 45]</sup>

As técnicas utilizadas para caracterização microestrutural neste trabalho, são descritas a seguir.

### 2.4.1. Microscopia Óptica e Metalografia em Cores

A metalografia surgiu, praticamente, com o trabalho pioneiro de Henry Clifton Sorby (1826-1908), tido como precursor da moderna metalografia, quando em 1863, observou pela primeira vez uma estrutura metálica ao microscópio. Desde então, pode-se defini-la como o ramo da tecnologia que estuda e interpreta a estrutura interna dos metais e suas ligas, como também a relação entre as suas composições químicas, propriedades físicas e mecânicas.

Para a determinação de uma microestrutura, foram desenvolvidos ao longo dos anos, muitos métodos de preparação de amostras, entretanto, a observação por meio de um microscópio continua sendo um dos mais importantes.

Qualquer exame para revelar os constituintes de um metal por meio óptico, envolve basicamente três estágios de preparação de um corpo de prova: a obtenção de uma seção plana e polida, o realce da microestrutura através de um ataque químico e a sua observação posterior ao microscópio.<sup>[40-41]</sup>

No estágio de ataque químico, pode-se utilizar vários agentes. Estes são usualmente ácidos ou bases que, diferencialmente, atacam a superfície heterogênea do corpo de prova e produzem uma superfície topográfica, que possibilita o exame em um microscópio óptico. Apesar do fato de que o ataque é baseado em uma reação eletroquímica, muitos dos reagentes têm sido desenvolvidos em bases empíricas e, apenas recentemente, tem sido dada atenção para o desenvolvimento de ataques estritamente controlados, tais como ataques potencioestáticos.

As micrografias obtidas de uma superfície polida e atacada resultam do contraste luz-sombra, e, frequentemente, é difícil identificar as fases presentes, devido a deficiência de contraste. Para auxiliar na identificação destas, os pesquisadores começaram a utilizar a técnica da metalografia em cores, que, não somente tem um valor estético, mas também, aumenta a quantidade de informação disponível da amostra.<sup>[40, 42, 46]</sup>

Um dos métodos utilizados em metalografia em cores, é o ataque colorido, que tem muitas outras designações na literatura, incluindo ataque por tingimento (tint etching), ataque decorativo (decorative etching) e ataque quente (heat etching). O princípio básico para obtenção do tingimento em ataque colorido, ou envolve seletivos e diferentes tingimentos das diferentes fases químicas, ou fenômenos ópticos conectados com interferência de luz.

Existem muitos métodos para a obtenção dos tingimentos em ataque colorido:

- a - Deposição de filme por processos térmicos (heat tinting)
- b - Deposição de filme por processos químicos ou eletroquímicos
- c - Deposição de filme sob vácuo.

Existem, também, métodos puramente ópticos para obtenção e utilização de cores em metalografia em cores:

- a - Uso de luz polarizada
- b - Separação de cores

No caso específico das superligas, devido à complexidade de suas microestruturas e a sua vasta quantidade de constituintes, a eficiência e utilidade da metalografia em cores estão limitadas a intensificação do contraste, pela colorização seletiva da matriz, das segundas fases e precipitados, ou ainda, realçando os carbonetos, nitretos e precipitados presentes devido ao superenvelhecimento.<sup>[40]</sup>

## 2.4.2. Microscopia Eletrônica

### 2.4.2.1 - Microscopia Eletrônica de Varredura

O microscópio eletrônico de varredura (MEV), é geralmente utilizado para observações de amostras espessas, ou seja, basicamente não transparentes a elétrons. A razão principal de sua utilização, está associada à alta resolução que pode ser atingida, atualmente, da ordem de 3,0 nm, e à grande profundidade de foco, da ordem de 300 vezes maior que a do melhor microscópio óptico, resultando em imagens com aparência tridimensional. Informações topográficas são obtidas, utilizando-se elétrons de baixa energia, da ordem de 50 eV, e informações sobre número atômico ou orientação, são obtidas, utilizando-se elétrons de alta energia. Além disto, o MEV possibilita a obtenção de informações químicas, em áreas da ordem de micrômetros, quando acessórios próprios são acoplados.<sup>[32, 39]</sup>

Um diagrama esquemático de uma coluna óptica para um MEV de duas lentes, pode ser visto na figura 2.16. O canhão de elétrons opera tipicamente em uma faixa de tensão entre 0 e 50 kV, dependendo do tipo de instrumento e aplicação, onde a amostra é mantida sob potencial terra. O microscópio é um sistema em forma de sonda, onde cada lente condensa diferencialmente o feixe de elétrons, focando um ponto na superfície da amostra, todo dentro da coluna, sob vácuo ( $<10^{-3}$  Pa).

A amostra é varrida por um feixe de elétrons incidente e desta interação temos elétrons emitidos da superfície da amostra que são coletados e amplificados para formar um sinal que é traduzido em forma de imagem em um monitor de vídeo ou em uma câmara fotográfica.

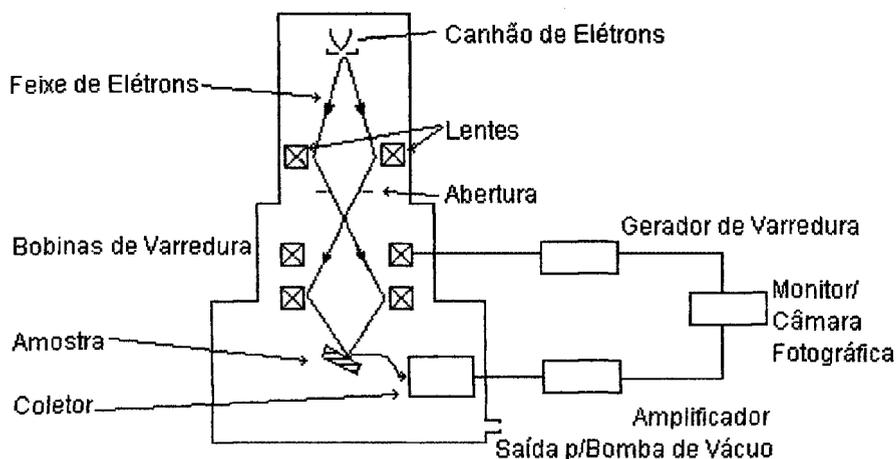


Figura 2.16. Esquema de um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

Das técnicas disponíveis para exame da microestrutura de materiais, a MEV é uma que demanda pouco trabalho para a preparação da amostra a ser examinada. Superfícies de corpos de prova de metais, polímeros, cerâmicas, vidros e compósitos podem ser preparadas facilmente por corte, ataque ou fratura. Para reduzir a saturação de carga elétrica em amostras não condutoras, que pode ser induzida pelo feixe de elétrons incidente, a superfície pode ser revestida com um metal condutor, como o ouro. Como base, uma amostra para análise em MEV deve estar com sua superfície limpa e ser condutora elétrica.<sup>[32]</sup>

Um MEV pode possuir 4 diferentes detetores, adequados aos seguintes sinais: elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raios-X e corrente da amostra.

O detetor de elétrons secundários é o mais utilizado para formar a imagem.

Os detetores de elétrons retroespalhados são basicamente de dois tipos: de estado sólido e cintilador. A principal vantagem do detetor de elétrons retroespalhados, é o melhor contraste de número atômico que se obtém, tornando-o particularmente adequado para

observações de amostras polifásicas, com poucos relevos superficiais. Além disso, estes detetores, também são superiores aos detetores de elétrons secundários, para contraste de canalização de elétrons e de domínio magnético, além de serem menos sensíveis aos efeitos de carregamento, possibilitando a observação de amostras não condutoras, sem recobrimento superficial.<sup>[32, 39]</sup>

Como os detetores de raios-X são de grande importância na microanálise, merecem uma explanação à parte.

#### **2.4.2.2. Microanálise e Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS) e por Dispersão de Comprimento de Onda (WDS)**

Microanálise eletrônica é baseada na medida de raios-X característicos, emitidos de uma região da amostra bombardeada por um feixe de elétrons. As linhas de raios-X característicos são específicas do número atômico dos elementos constituintes da amostra e os seus comprimentos de onda (ou sua energia) podem identificar o elemento que está emitindo a radiação.<sup>[39]</sup>

Os fótons de raios-X de interesse em microanálise, geralmente, possuem energia na faixa de 0,185 keV (boro) a 15 keV, onde encontra-se pelo menos uma linha útil das famílias K, L ou M para todos os elementos da tabela periódica.

Além da emissão das linhas características, o espectro de raios-X apresenta um ruído de fundo contínuo, produzido por colisões inelásticas dos elétrons com os átomos da amostra. Este ruído de fundo, sempre presente, limita a detecção de sinais fracos característicos e, conseqüentemente, a habilidade de determinação de baixas concentrações de elementos.

Os dois tipos de espectrometria por raios-X são: por dispersão de energia (EDS) e por dispersão de comprimento de onda (WDS).

O espectrômetro EDS trabalha com o princípio de que a energia de um fóton, está relacionada com frequência de onda, segundo a relação de Planck. Assim, fótons com energias correspondentes a todo o espectro de raios-X atingem o detetor do EDS, quase simultaneamente e o processo de medida deve ser rápido, possibilitando analisar todos os comprimentos de onda, também, de modo simultâneo. Os pulsos de contagem são transferidos a um analisador multicanal, que possui da ordem de 1000 canais, cada um correspondendo a uma faixa de voltagem. Quando um pulso atinge o detetor, é alocado ao canal apropriado ao seu valor e o analisador armazena o espectro, que pode ser obtido em segundos ou minutos.<sup>[32, 39]</sup>

Em geral, o detetor consiste de um cristal de silício dopado com lítio, que é polarizado por eletrodos em ambas as superfícies.

A coleta de raios-X, é muito eficiente neste tipo de detetor, que pode ser colocado muito próximo à amostra, para coletar a radiação em grandes ângulos. O detetor é mantido em nitrogênio líquido, para que o cristal não se deteriore, e é isolado da coluna por uma janela, que é feita, geralmente, de berílio com espessura de 8  $\mu\text{m}$ , suficiente para suportar uma atmosfera de pressão. Entretanto, a janela de berílio é suficientemente espessa para absorver praticamente todo raio-X abaixo de 0,75 keV, o que impossibilita a análise de elementos com número atômico menor que 10.

Em espectrômetros por WDS, a separação de raios-X de vários níveis de energia, é obtida utilizando-se o caráter ondulatório dos fótons, através do fenômeno de difração de Bragg.<sup>[39]</sup>

Um espectrômetro WDS, consiste de um sistema mecânico de alta precisão para estabelecer o ângulo de Bragg entre a amostra e o cristal analisador e entre o cristal e o detetor de raios-X. O espectrômetro utiliza a ação focalizante que resulta de uma propriedade geométrica do círculo, ou seja, que ângulos baseados em um mesmo arco são iguais. Para medir-se raios-X de diferentes comprimentos de onda, as posições do cristal difratante devem mudar mecanicamente em relação a amostra (que é fixa), para possibilitar a mudança de ângulo. Para ser possível a utilização de toda a faixa de raios-X (por exemplo, 6,8 nm para a radiação  $K\alpha$  do B, até 0,092 nm para a radiação  $L\alpha$  do U com energias da ordem de 13,4 keV), vários cristais de difração devem ser utilizados e, geralmente, os espectrômetros de difração incluem até quatro cristais intercambiáveis.

A detecção de raios-X é realizada por um detetor de fluxo proporcional. O fóton de raios-X é absorvido por um átomo de argônio no detetor e o fotoelétron emitido, ioniza outros átomos, produzindo uma cascata de elétrons emitidos, que são acelerados por potencial aplicado a um fio de tungstênio no centro do detetor. Esta ionização é tal que, o pulso de carga coletado sobre o fio é proporcional à energia do fóton de raios-X, o que permite a possibilidade de discriminação, física devido ao processo de difração.

A principal limitação de um WDS, está relacionada à natureza do processo de difração. Diferentes ordens de difração podem aparecer para um único comprimento de onda de raios-X, com um pico principal, gerando uma série de picos em outras posições angulares do difratômetro, que podem ser associados a outros elementos em baixas concentrações.

Os sistemas EDS e WDS podem ser considerados complementares, quanto à microanálise.<sup>[32, 39]</sup>

### 2.4.2.3. Microscópio Eletrônico de Transmissão

Um dos instrumentos para o estudo e análise de materiais é o microscópio eletrônico de transmissão. Neste é possível que a microestrutura seja analisada, em amostras suficientemente finas, para que o feixe de elétrons seja facilmente transmitido, sem grande perda de intensidade. A máxima espessura para que isso ocorra, depende do número atômico do material, normalmente é da ordem de 250 a 500 nm. A maior energia do elétron, gera uma melhor transmissão através da amostra, e isto leva a construção de instrumentos com tensões aceleradoras na faixa de 100 kV a 3 MV.<sup>[39]</sup>

A figura 2.17. mostra uma visão geral do MET. A parte mais importante do equipamento, é a chamada coluna onde o feixe de elétrons é gerado e dirigido para atravessar a amostra, onde a imagem é ampliada para ser observada na tela ou ser registrada na chapa fotográfica. O vácuo da coluna deve atingir  $10^{-5}$  mbar nas posições mais críticas (canhão e amostra) e, nos microscópios modernos, é controlado por um sistema pneumático de válvulas. Completam o equipamento, um sistema de geração de alta tensão (100 ou 200 kV nos microscópios tradicionais), e os sistemas de alimentação e de controle de corrente nas diversas lentes eletromagnéticas e bobinas de alinhamento do feixe.<sup>[32,39]</sup>

O poder de resolução do MET atinge hoje valores na faixa de 0,2 nm e permite a observação, não apenas, de detalhes morfológicos da microestrutura, mas também, da estrutura cristalina de materiais.

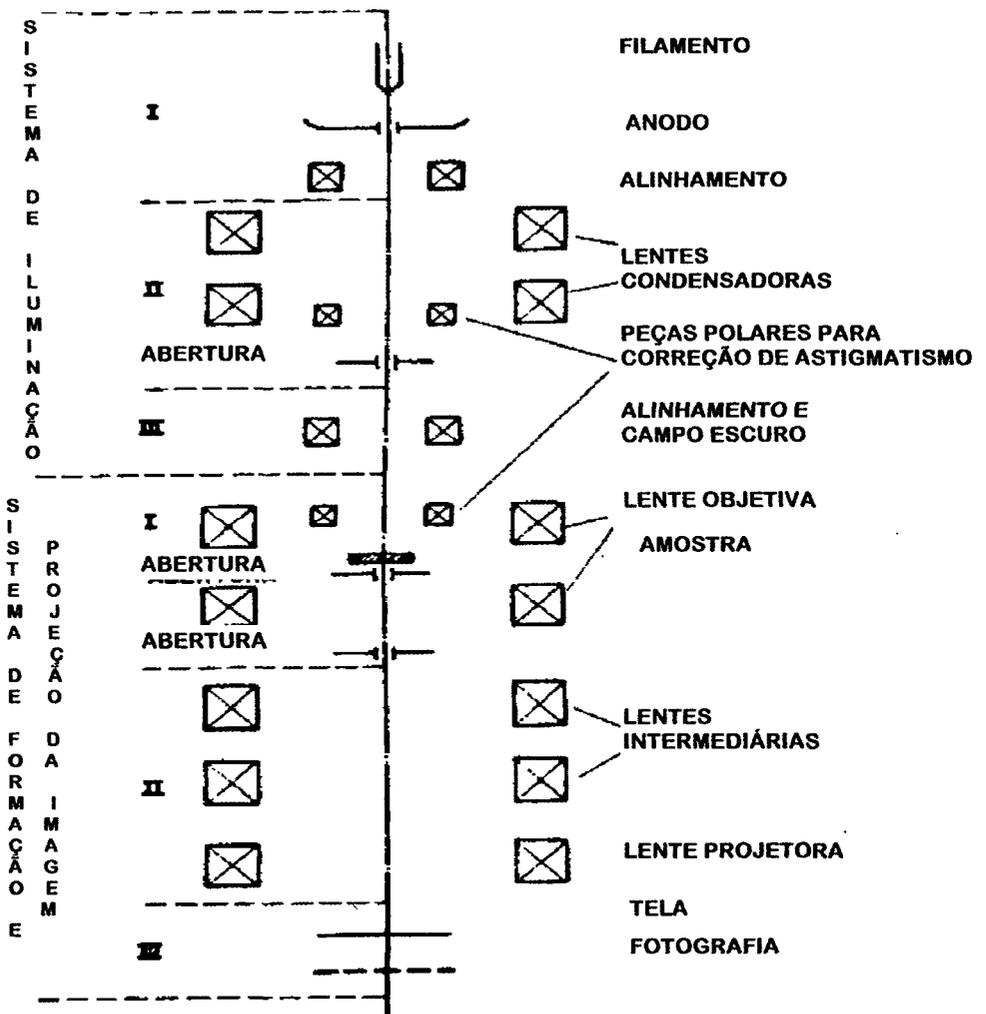


Figura 2.17. Esquema de um moderno microscópio eletrônico de transmissão.<sup>[32]</sup>

Enquanto o feixe incidente é formado e controlado pelo sistema de iluminação, o sistema de formação e projeção de imagem, determina as trajetórias dos elétrons após sua passagem pela amostra. A função mais importante, cabe à lente objetiva que, não apenas, gera uma primeira imagem, mas também, e simultaneamente, forma no seu plano focal, um diagrama de difração da amostra.

A imagem que se observa no MET nada mais é que uma reprodução fiel e ampliada da distribuição dos elétrons que deixam a amostra pela superfície inferior. O contraste na

imagem aumenta, quando a abertura objetiva bloqueia todos os elétrons espalhados ou difratados, e permite a passagem apenas dos elétrons transmitidos, conhecida como imagem em campo claro. Se a imagem for formada pelos elétrons difratados, teremos uma imagem pouco clara, por isto, chamada imagem em campo escuro.<sup>[35]</sup> Pode-se ainda utilizar os elétrons espalhados ou difratados e transmitidos, gerando o chamado diagrama de difração. A figura 2.18., mostra a formação de imagem e diagrama de difração.

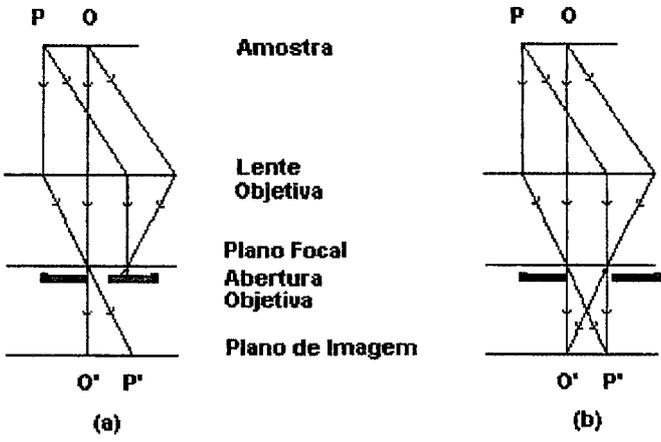


Figura 2.18 (a) Formação de imagem em campo claro. (b) Diagrama de difração.

## ***CAPÍTULO 3***

### **MÉTODOS EXPERIMENTAIS**

#### **3.1. MATERIAL UTILIZADO E CONDIÇÃO INICIAL**

O material em estudo, EMVAC 600 (similar ao INCONEL 600 ou ao UNS NO6600), fabricado pela empresa Eletrometal Metais Especiais (hoje Villares Metals), apresentava-se na forma de peças com dimensões de 50x14x1,4 mm, obtidas a partir de uma barra ( $\varnothing$  15,6 mm) laminada a frio até 2,5 % de redução em área, seguida de recozimento a 1123 K por 3600 s, então, laminadas a frio, até atingir 91,2% de redução em espessura e solubilizadas a uma temperatura de 1423 K durante 1800 s. Por fim, soldadas pelos processos TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER, em sentido longitudinal à direção de laminação, em juntas de topo, único passe, sem adição de material e utilizando um sistema de dissipação rápida de calor (chapa de cobre de dimensões próximas às das amostras soldadas). A composição química das amostras pode ser vista na tabela 3.1.. Os parâmetros de soldagem podem ser vistos na tabela 3.2..

**TABELA 3.1. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA LIGA EMVAC 600, OBTIDA ATRAVÉS DE FLUORESCÊNCIA DE RAIOS-X E ESPECTROGRAFIA DE EMISSÃO E GASES.**

<b>ELEMENTO QUÍMICO</b>	<b>COMPOSIÇÃO (% em peso)</b>
Ni	balanço
Cr	15,9
Fe	9,74
Al	0,39
Mn	0,34
Ti	0,30
Si	0,165
Nb	<0,08
Cu	0,021
Co	<0,006
Mo	0,050
P	<0,2
Ca	0,04
Zn	<0,2
Mg	0,03
Pb	0,04
Sn	0,25
Bi	<0,002
V	0,007
Sb	<0,006
Ba	<0,02
C	0,211
S	0,0077

**TABELA 3.2. PARÂMETROS DE SOLDAGEM APLICADOS ÀS PEÇAS UTILIZADAS NESTE TRABALHO.**

<b>PROCESSO</b>	<b>PARÂMETROS</b>	<b>VALORES</b>
<b>TIG</b>	corrente tensão velocidade distância do arco eletrodo gás de proteção	40 A 7 V 2,3 mm/s 3 mm W-2%Th, Ø=1,6 mm Ar(SB); 8 L/min
<b>TIG pulsado</b>	corrente máx. corrente mín. duração do pulso tensão velocidade distância do arco eletrodo gás de proteção	40 A 20 A 0,5 s 7 V 1,8 mm/s 3 mm W-2%Th, Ø=1,6 mm Ar(SB); 8 L/min
<b>Arco Plasma</b>	corrente de solda corrente piloto velocidade distância do arco eletrodo furo do bocal (Cu) gás de proteção gás do plasma	30 A 5 A 2,5 mm/s 4 mm W-2%Th, Ø=1,0 mm Ø=1,5 mm Ar(S); 10 L/min Ar(U); 0,2 L/min
<b>LASER (YAG)</b>	potência energia período do pulso frequência velocidade distância focal gás de proteção	164 W 8,2 J 6 ms 20 Hz 2,5 mm/s 0 (focado) N(S); 0,5 bar

### **3.2. TÉCNICAS EXPERIMENTAIS UTILIZADAS**

As técnicas utilizadas para a caracterização microestrutural e mecânica das amostras da liga EMVAC 600, após processos de soldagem por fusão, TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER foram: Microscopia Óptica, Microscopia Eletrônica de Varredura, Microscopia Eletrônica de Transmissão, Microanálise por Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS), Microdureza Vickers e Medidas do Tamanho Médio de Grão e Espaçamento Interdendrítico. A figura 3.1. mostra o diagrama esquemático dos procedimentos experimentais utilizados.

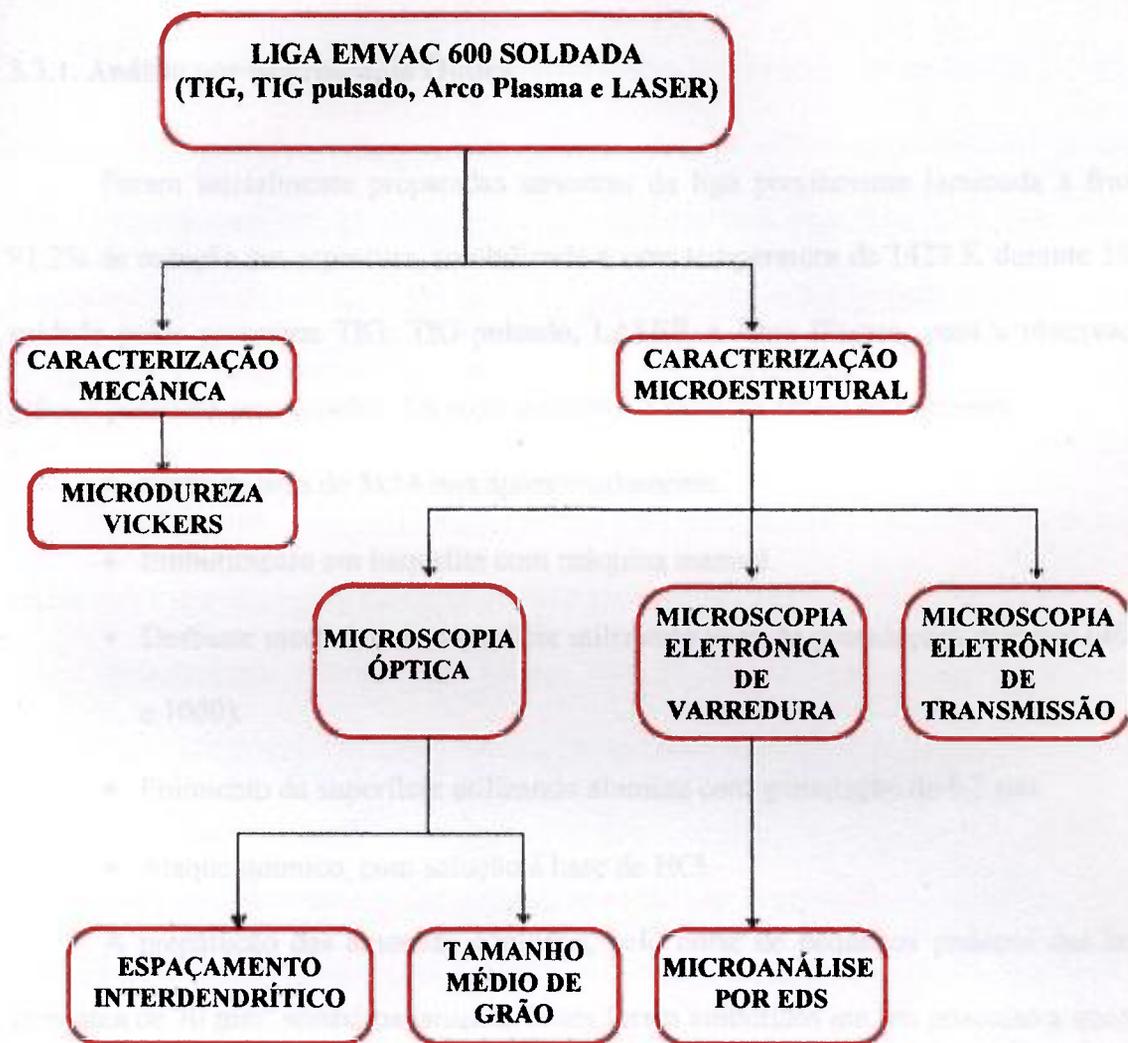


Figura 3.1. Diagrama esquemático dos procedimentos experimentais para caracterização da liga EMVAC 600 após processos de soldagem.

### **3.3. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS**

#### **3.3.1. Análise por Microscopia Óptica**

Foram inicialmente preparadas amostras da liga previamente laminada a frio, com 91,2% de redução em espessura, solubilizada a uma temperatura de 1423 K durante 1800 s e soldada pelos processos TIG, TIG pulsado, LASER e Arco Plasma, para a observação de grãos e possíveis precipitados. Os procedimentos e técnicas foram os seguintes:

- Corte de tiras de 5x14 mm aproximadamente.
- Embutimento em baquelite com máquina manual.
- Desbaste mecânico da superfície utilizando lixas de granulações diversas (400, 600 e 1000).
- Polimento da superfície utilizando alumina com granulação de 0,3  $\mu\text{m}$ .
- Ataque químico, com solução à base de HCl.

A preparação das amostras começou, pelo corte de pequenos pedaços das laminas, com área de 70 mm<sup>2</sup> aproximadamente. Estes foram embutidos em um processo a quente, em baquelite. No processo de embutimento, as amostras foram colocadas em uma embutidora manual, que opera através de um sistema termomecânico, em que é colocada uma quantidade de baquelite em uma prensa, cuja cavidade é aquecida por um sistema elétrico. São controladas pressão e temperatura da cavidade, de forma a obter a cura do material. Este processo, é feito com o intuito de se obter uma boa plataforma de sustentação das amostras para posterior desbaste, polimento e análise.

As amostras foram colocadas em posições que proporcionam a observação das regiões de zona fundida (ZF) e zona termicamente afetada (ZTA) em relação a profundidade e largura destas.

Passou-se então ao desbaste mecânico, feito por meio do lixamento da superfície da amostra. No processo, passou-se as amostras por lixas de diferentes granulações (partindo de 400 e passando por 600 e 1000) de forma a obter-se uma superfície mais lisa possível. O processo é relativamente fácil, mas como as amostras têm uma espessura pequena (da ordem de alguns mm), foram necessárias precauções quanto ao desbaste.

A partir desta etapa, passou-se ao polimento da superfície, feita com pano de polimento e alumina com granulação de  $0,3 \mu\text{m}$ . Este processo, ao contrário do desbaste mecânico, é extremamente difícil de se obter um bom polimento.

É importante salientar que durante todo o processo, observou-se as amostras em microscópio metalográfico, com o intuito de verificar se o processo estava sendo realizado, de maneira correta e eficiente.

Com as amostras polidas, passou-se então ao preparo de soluções químicas que proporcionassem um ataque com contraste colorido e um ataque profundo que revelasse as dendritas.

Para o ataque colorido, tomou-se como ponto de partida uma solução de 1 : 1 de ácido clorídrico e água destilada. Testou-se diversas combinações desta com os agentes químicos metabissulfito de potássio, bifluoreto de amônio, cloreto de cobre II e cloreto de ferro. Chegou-se a uma formulação para o ataque que evidenciou bem o ataque colorido. A formulação foi a seguinte:

- 25 ml de água destilada
- 25 ml de ácido clorídrico a 37% em concentração
- 0,55 g de metabisulfito de potássio (p.a)
- 1,2 g de cloreto de ferro (p.a)
- Tempo de ataque: 1 min.

Para o ataque químico, que proporcionou uma melhor análise das dendritas, utilizou-se a seguinte composição química:

- 30 ml de ácido clorídrico
- 10 ml de ácido nítrico
- Tempo de ataque: 7 min.

As amostras, após preparadas, foram observadas e fotografadas em microscópio óptico, tipo OLYMPUS BX60M com sistema de reprodução de imagens em equipamento do tipo vídeo-printer, modelo SONY VIDEOSCAN disponíveis no Laboratório de Metalografia da Universidade Presbiteriana Mackenzie. As fotos apresentadas neste trabalho foram reproduzidas utilizando digitalização de imagens.

### **3.3.2. Ensaio de microdureza Vickers**

As amostras laminadas, solubilizadas e soldadas pelos processos TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER, embutidas em posição de vista de topo da solda, lixadas e atacadas quimicamente conforme as condições empregadas na Análise por Microscopia Óptica (item 3.3.1.), foram analisadas em Ensaio de Microdureza Vickers.

O equipamento utilizado nos Ensaios de Microdureza Vickers (HV) foi um microdurometro SHIMADZU tipo H, disponível no Laboratório de Metalografia da Universidade de Mogi das Cruzes, com carga de 50 g. Com as medidas realizadas no interior dos grãos, foram levantadas as curvas de microdureza (HV) das amostras partindo-se do centro da zona de fusão (ZF) em direção ao metal de base (MB).

### **3.3.3. Medida do Tamanho Médio de Grão**

Utilizou-se o microscópio óptico acoplado ao microdurometro ZWICK tipo 3212 com uma grade de escala, acoplada a objetiva para método de interseção linear, disponível no Laboratório de Metalografia do Departamento de Metalurgia e Minas da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, onde fez-se a medida do tamanho médio de grão nas amostras laminadas, solubilizadas e soldadas pelos processos TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER. Nas amostras observou-se as regiões: zona fundida (ZF), zona termicamente afetada (ZTA) (quando possível) e metal de base (MB), para se evidenciar as alterações microestruturais provocadas pelos diferentes processos de soldagem empregados.

### **3.3.4. Medida do Espaçamento Interdendrítico**

Utilizou-se o microscópio óptico acoplado ao microdurometro ZWICK tipo 3212 com uma grade de escala, acoplada a objetiva para método de interseção linear, disponível no Laboratório de Metalografia do Departamento de Metalurgia e Minas da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, onde fez-se a medida da distância média interdendrítica, solubilizadas e soldadas pelos processos TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER e

posteriormente atacadas com reagente químico próprio para revelar a estrutura dendrítica, procurando evidenciar as diferenças microestruturais provocadas pelos diferentes processos de soldagem empregados.

### **3.3.5. Microscopia Eletrônica de Varredura**

Com as amostras laminadas, solubilizadas e soldadas pelos processos de soldagem TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER, atacadas com reagente para revelar as dendritas, foram analisadas na região de zona fundida ZF e zona de transição, visando revelar a estrutura dendrítica e de interface, bem como analisar o espaçamento interdendrítico. Os equipamentos utilizados foram: Microscópio Eletrônico de Varredura LEICA STEREOSCAN 440, disponível no Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, o Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL JXA6400, disponível no Centro de Tecnologia da Marinha em São Paulo/IPEN.

### **3.3.6. Microanálise por Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS)**

Foram realizadas microanálises pela técnica de Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS) em amostras da liga EMVAC 600, laminadas, solubilizadas e soldadas pelos processos TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER, preparadas conforme os procedimentos descritos na Análise por Microscopia Óptica (item 3.3.1.), onde analisaram-se as diversas regiões da superfície (ZF e MB) das amostras para identificar os possíveis precipitados presentes (fase  $\gamma'$ ).

Também foram feitas análises da região da zona de fusão com o intuito de levantar a curva de partição de elementos de liga nas regiões de centro das dendritas e na interface entre as dendritas.

O equipamento utilizado foi um NORAN (EDS) acoplado ao MEV JEOL JXA6400, disponível no Centro de Tecnologia da Marinha em São Paulo/IPEN.

### **3.3.7. Microscopia Eletrônica de Transmissão**

Foram preparadas inicialmente amostras da liga EMVAC 600, laminadas, solubilizadas e soldadas pelos processos TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER, para observação em microscópio eletrônico de transmissão. Os procedimentos e técnicas foram os seguintes:

- Corte de discos de 3 mm de diâmetro de diversas regiões de amostras soldadas por TIG, Arco Plasma e LASER, de forma a abranger as regiões ZF e ZTA.
- Redução cuidadosa da espessura por desbaste mecânico em lixa 400.
- Polimento eletrolítico automático.

Uma descrição detalhada da técnica é dada a seguir.

Das amostras soldadas e não ensaiadas foram cortados, por eletroerosão discos de 3 mm de diâmetro em equipamento disponível no laboratório de preparação de amostras para MET pertencente ao Departamento de Engenharia de Materiais/IPEN. Para verificar-se as possíveis variações microestruturais foram obtidos discos de diversas regiões, de forma a abranger as regiões ZF e ZTA.

Passou-se então ao desbaste mecânico cuidadoso da amostra, feito com lixa 400, de forma a reduzir sua espessura a algumas centenas de micrômetros. Após este processo,

passou-se a amostra (discos de 3 mm) pelo equipamento de polimento eletrolítico automático de jato duplo tipo Tenupol (Struers). O objetivo principal é a redução da espessura da região central, e o afinamento deve prosseguir até perfuração, criando assim áreas muito finas em volta do furo, neste momento, o equipamento (Tenupol) é desligado automaticamente e a amostra é retirada e submetida a um processo cuidadoso de lavagem.

As amostras, preparadas, foram observadas, analisadas e documentadas em microscópio eletrônico de transmissão, pelo método de campo claro e difração eletrônica correspondente. O equipamento, JEOL JEM200C, está disponível no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Transmissão do Departamento de Engenharia de Materiais/IPEN.

## ***CAPÍTULO 4***

### **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

#### **4.1. ANÁLISE POR MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)**

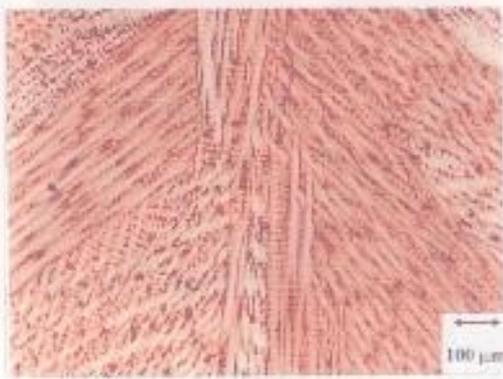
##### **4.1.1. Processo de soldagem TIG**

Observou-se por microscopia óptica, a liga EMVAC 600, laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1423 K por 1800 s, soldada por processo TIG e TIG pulsado, a morfologia da região de metal base (MB) e de solda (ZF), conforme mostram as figuras 4.1. a 4.4.. No metal base, verificam-se formações de grãos austeníticos equiaxiais ( $81,1 \pm 3,6 \mu\text{m}$ ), recristalizados e defeitos do tipo maclas térmicas. Verificaram-se na região de ZF para o processo TIG não pulsado, grãos alongados ( $110,4 \pm 3,8 \mu\text{m}$ ) se comparados com os de metal de base, formações dendríticas finas, com espaçamento interdendrítico da ordem de 15  $\mu\text{m}$ . Para o processo TIG pulsado, verificaram-se na região de ZF grãos alongados, pouco menores

( $101,6 \pm 4,3 \mu\text{m}$ ) que os encontrados em solda TIG não pulsado e um espaçamento interdendrítico pouco maior, da ordem de  $20 \mu\text{m}$ , no metal base, grãos austeníticos equiaxiais ( $79,7 \pm 4,2 \mu\text{m}$ ). O crescimento dendrítico ocorre em diversas direções, conforme vistos nas figuras 4.4.(a) e (b).

#### **4.1.2. Processo de soldagem Arco Plasma**

Na análise por microscopia óptica da liga EMVAC 600, laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1423 K por 1800 s, soldada por processo Arco Plasma, observou-se a morfologia da região de metal base (MB) e de zona de fusão (ZF), conforme as figuras 4.5. e 4.6. No metal base, verificam-se formações de grãos austeníticos equiaxiais ( $79,1 \pm 3,7 \mu\text{m}$ ), recristalizados e defeitos superficiais do tipo maclas térmicas, como os observados no processo TIG (item 4.1.1.). Verificam-se, na região de zona fundida, grãos alongados ( $94,5 \pm 4,1 \mu\text{m}$ ) em relação aos de metal de base, formações dendríticas finas, com espaçamento interdendrítico da ordem de  $20 \mu\text{m}$  (figura 4.5.b). O crescimento das dendritas ocorre em diversas direções (figura 4.5.).

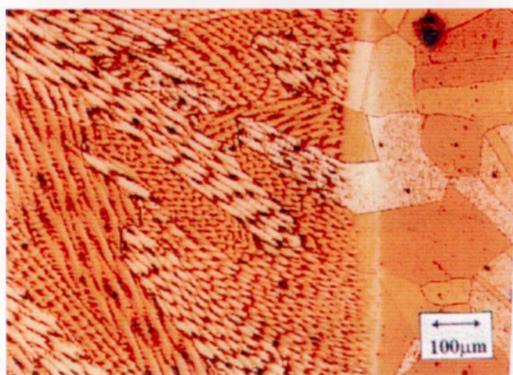


(a)

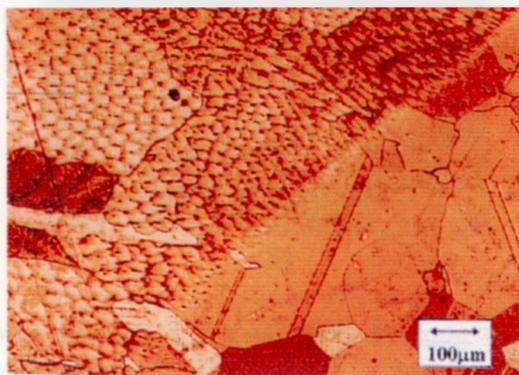


(b)

Figura 4.1. Micrografia obtida por microscopia óptica (MO) da liga EMVAC 600 soldada pelo processo: (a) TIG e (b) TIG pulsado, evidenciando a morfologia da zona fundida. Ataque colorido.



(a)

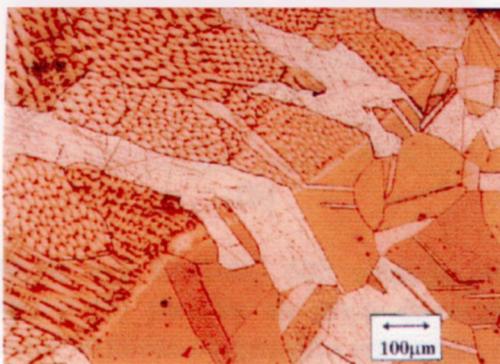


(b)

Figura 4.2. Micrografia obtida por MO da liga EMVAC 600 soldada pelo processo TIG: (a) em posição de topo e (b) posição de poço de solda, evidenciando crescimento dendrítico em ZF, maclas térmicas deformadas em região de ZF/MB e grão austeníticos equiaxiais em MB



(a)



(b)

Figura 4.3. Micrografia obtida por MO da liga EMVAC 600 soldada pelo processo TIG pulsado: (a) em posição de topo e (b) posição de poço de solda evidenciando crescimento dendrítico em ZF, maclas térmicas deformadas em região de ZF/MB, grãos austeníticos equiaxiais e maclas térmicas em MB.

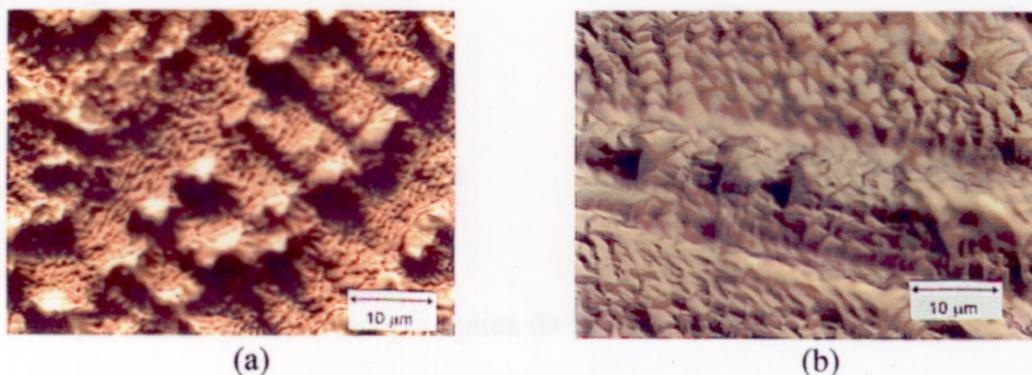


Figura 4.4. Microestrutura obtida por MO da liga EMVAC 600 soldada pelo processo: (a) TIG e (b) TIG pulsado em região de ZF evidenciando crescimento dendrítico. Ataque profundo.

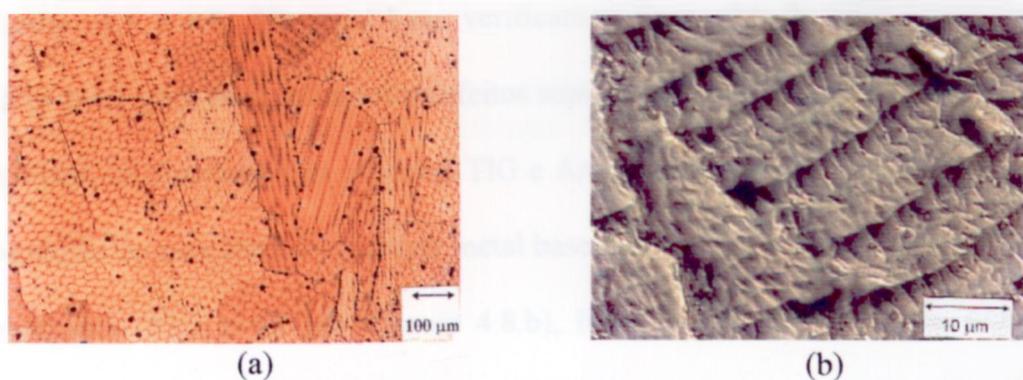


Figura 4.5. Micrografia obtida por MO da liga EMVAC 600 soldada pelo processo Arco-Plasma evidenciando: (a) morfologia de ZF (ataque colorido) (b) crescimento dendrítico (ataque profundo).

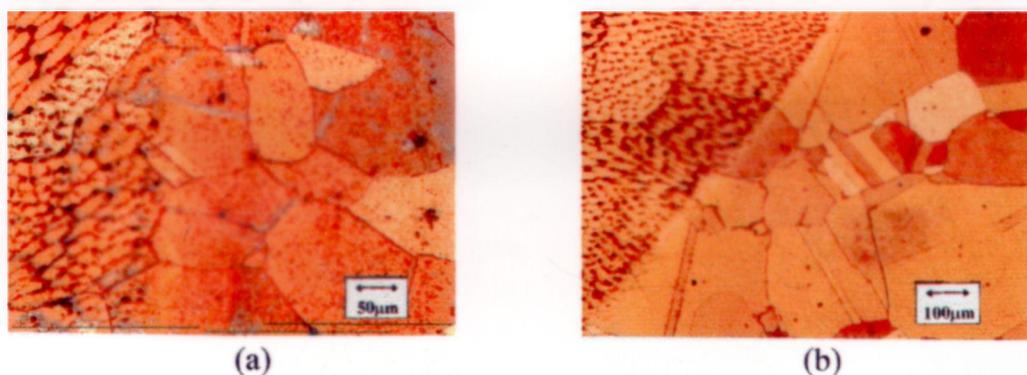


Figura 4.6. Micrografia obtida por MO da liga EMVAC 600 soldada pelo processo Arco-Plasma: (a) em posição de topo e (b) posição de poço de solda, evidenciando crescimento dendrítico em ZF, maclas térmicas deformadas em região de ZF/MB e alguns possíveis precipitados em metal base.

### 4.1.3. Processo de soldagem LASER

Na análise por microscopia óptica da liga EMVAC 600, laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1423 K por 1800 s, soldada por processo LASER, observou-se a morfologia da região de metal base (MB) e de zona de fusão (ZF), conforme mostra a figuras 4.7. e 4.8. No metal base, verificam-se formações de grãos austeníticos equiaxiais ( $80,4 \pm 4,1 \mu\text{m}$ ), recristalizados e defeitos superficiais do tipo maclas térmicas (figura 4.8. a e b) como os observados no processo TIG e Arco Plasma (itens 4.1.1. e 4.1.2.). Observam-se, na região de zona fundida, grãos de metal base distorcidos pelo processo (figura 4.8.a) e grãos alongados ( $90,5 \pm 4,2 \mu\text{m}$ ) (figura 4.8.b), formações dendríticas finas, com espaçamento interdendrítico da ordem de  $3 \mu\text{m}$ . O crescimento das dendritas ocorre em direções preferenciais (figura 4.7.b).

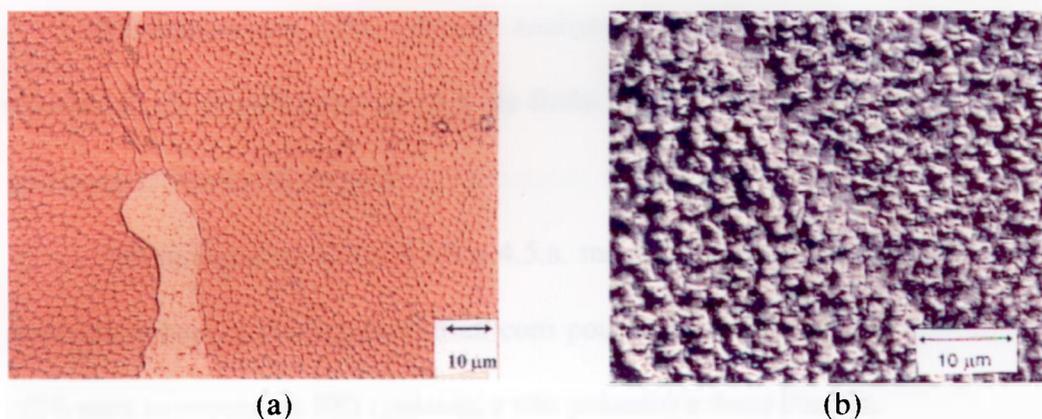


Figura 4.7. Micrografia obtida por MO da liga EMVAC 600 soldada pelo processo LASER evidenciando: (a) morfologia de ZF (ataque colorido), (b) crescimento dendrítico (ataque profundo).

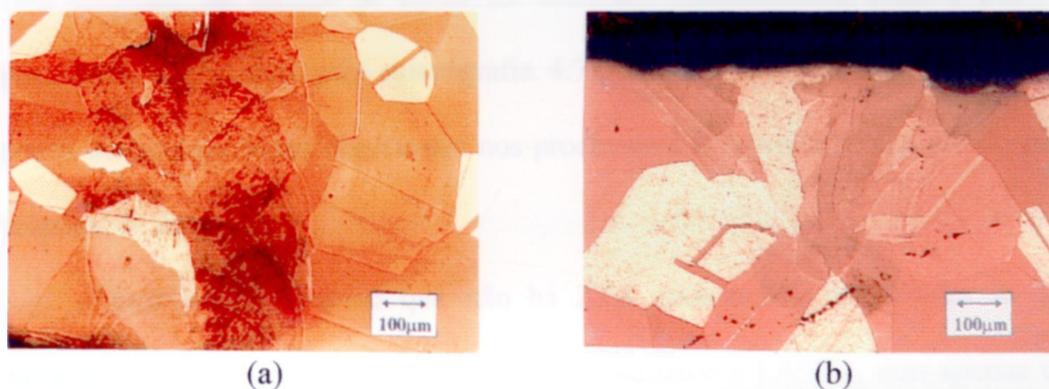


Figura 4.8. Micrografia obtida por MO da liga EMVAC 600 soldada pelo processo LASER: (a) em posição de topo e (b) posição de poço de solda, evidenciando crescimento dendrítico em ZF, maclas térmicas deformadas em região de ZF/MB e alguns possíveis precipitados em metal base.

Na análise por MO, pôde-se analisar como processou-se o aporte de energia e velocidade de solidificação na poça de fusão, bem como a interação do calor gerado pelos processos com o metal de base.

As micrografias 4.1.a, 4.1.b e 4.5.a. mostram uma estrutura bruta de solda com uma estrutura colunar e celular dendrítica com pouca orientação preferencial no cordão de solda (ZF), para os processos TIG (pulsado e não pulsado) e Arco Plasma.

Essas microestruturas, segundo literatura, têm uma resistência média ao início e propagação de trincas. Já a micrografia 4.7.a da junta soldada pelo processo LASER mostra uma estrutura, no cordão de solda, de dendritas extremamente finas e preferencialmente orientadas, confirmada pela micrografia 4.7.b e, tal estrutura, apresenta uma resistência pouco melhor que a das observadas nos processos a arco-voltaico em estudo para o início e propagação de trincas.

Observam-se também que não há ZTA pronunciada para todas as amostras que passaram pelos processos de soldagem a arco-voltaico e LASER, mas apenas uma pequena região de interface entre ZF e MB, conforme as micrografias apresentadas. A não ocorrência da ZTA nas amostras se deve aos seguintes fatos:

a) tamanho de grão do metal base, cujo crescimento ocorreu em etapas de tratamento térmico anteriores a soldagem. Estes tamanhos mostram-se suficientemente grandes para que os gradientes térmicos envolvidos nos processos de soldagem não consigam reiniciar o processo de crescimento de grão;

b) utilização do sistema de dissipação de calor eficiente;

c) as pequenas dimensões das peças soldadas.

Quanto ao aspecto metalúrgico, o não aparecimento de uma ZTA pronunciada é importante pois, sabe-se que, grande parte dos problemas encontrados em peças soldadas, em geral, encontram-se nas regiões termicamente afetadas.

Isto mostra que o alívio de tensões feito anteriormente aos processos de soldagem das peças é importante e necessário pois, além de minimizar as tensões térmicas residuais que ocorrem durante o processo, nas regiões de ZF, também ajuda a minimizar as transformações metalúrgicas que geram as ZTA.

Com a técnica de ataque colorido, podem-se verificar grãos de mesma coloração, o que sugerem que estes estão numa mesma orientação cristalográfica. Isto fica patente quando se observam, nas micrografias, a coloração das maclas térmicas, e de grãos, que tanto na estrutura do MB como na de ZF têm a mesma coloração. Pode-se observar, também, pequenos pontos não coloridos nas micrografias, que segundo a literatura, são possivelmente precipitados<sup>[40]</sup>.

## **4.2. MEDIDA DO TAMANHO MÉDIO DE GRÃO**

Os valores obtidos para o tamanho médio de grão da liga EMVAC 600, laminada, solubilizada e soldada pelos processos de soldagem TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER, nas regiões de zona fundida (ZF) e metal base encontram-se na tabela 4.1.

**TABELA 4.1. VALORES OBTIDOS PARA OS TAMANHOS MÉDIOS DE GRÃOS ( $\mu\text{m}$ ) DA LIGA EMVAC 600 SOLDADA PELOS PROCESSOS TIG, TIG PULSADO, ARCO PLASMA E LASER NAS ZF E MB.**

PROCESSO	TAMANHO MÉDIO DE GRÃO ( $\mu\text{m}$ )	
	ZF	MB
<b>TIG</b>	110,4 $\pm$ 3,8	81,1 $\pm$ 3,6
<b>TIG PULSADO</b>	101,6 $\pm$ 4,3	79,7 $\pm$ 4,2
<b>ARCO PLASMA</b>	94,5 $\pm$ 4,1	79,1 $\pm$ 3,7
<b>LASER(YAG)</b>	90,5 $\pm$ 4,2	80,4 $\pm$ 4,1

Através da técnica de interseção linear, pode-se constatar que o maior tamanho médio de grão é encontrado na ZF do processo de soldagem TIG não pulsado, quando comparado aos valores dos processos TIG pulsado, Arco Plasma e LASER, conforme mostra a tabela 4.1.. Verifica-se também que o maior tamanho médio de grão em MB é, encontrado no processo TIG não pulsado, também, quando comparado com os processos de soldagem TIG pulsado, Arco Plasma e LASER.

As análises feitas através da técnica de interseção linear no que concerne a presença ou não da região de ZTA nas amostras, mostraram que esta não é pronunciada para as amostras soldadas pelos processos TIG pulsado e não pulsado, Arco Plasma e LASER, já que não há um aumento substancial no tamanho médio de grão, comparado com outras regiões de metal base. A não existência da ZTA pode ser atribuída aos seguintes fatores:

- tratamentos térmicos e alívio de tensões anteriores aos processos de soldagem, o que resultaram em um aumento do tamanho de grão de  $2,41 \pm 0,12 \mu\text{m}$  para amostras da

liga EMVAC 600 como recebida<sup>[45]</sup> a uma média de  $80,1 \pm 3,9 \mu\text{m}$ , o qual, pelo aporte de energia, durante o ciclo térmico dos processos de soldagem, não foram suficientes para alterar a microestrutura significativamente;

- eficiente sistema de dissipação de calor;
- pequenas dimensões das peças soldadas.

### 4.3. MEDIDA DO ESPAÇAMENTO INTERDENDRÍTICO

Os valores obtidos para o espaçamento interdendrítico médio observados em região de ZF, em amostras da liga EMVAC 600, laminadas, solubilizadas e soldadas pelos processos de soldagem TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER, encontram-se na tabela 4.2.

**TABELA 4.2. VALORES OBTIDOS PARA OS TAMANHOS MÉDIOS DE GRÃOS ( $\mu\text{m}$ ) DA LIGA EMVAC 600 SOLDADA PELOS PROCESSOS TIG, TIG PULSADO, ARCO PLASMA E LASER NAS ZF E ZTA.**

<b>PROCESSO</b>	<b>ESPAÇAMENTO INTERDENDRÍTICO MÉDIO (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<b>TIG</b>	15
<b>TIG PULSADO</b>	20
<b>ARCO PLASMA</b>	20
<b>LASER(YAG)</b>	3

Através da técnica de interseção linear, pode-se constatar que os maiores espaçamentos interdendríticos médios, são encontrados na ZF nas amostras soldadas pelos processos de soldagem TIG pulsado e Arco Plasma, quando comparado aos valores dos

processos TIG e LASER., indicando diferentes velocidades de solidificação para as regiões de ZF das amostras da liga EMVAC 600 devidas aos processos de soldagem envolvidos.

Os valores encontrados para os espaçamentos interdendríticos para as amostras soldadas pelo processo LASER indicam uma maior velocidade de solidificação para o processo de soldagem LASER, comparado aos demais processos, e que possivelmente se devem a fatores tais como:

- A pequena largura da zona de fusão gerada,
- A utilização de um sistema de extração de calor eficiente, no auxílio da dispersão do calor.

Quanto ao aspecto metalúrgico, as estruturas das dendritas observadas na ZF para as amostras soldadas pelo processo LASER, indicam uma boa resistência ao início e propagação de trincas, em comparação às estruturas observadas na ZF para os processos de soldagem a arco-voltaico em estudo. Além desta propriedade, as estruturas observadas para as amostras soldadas pelo processo LASER, podem estar relacionadas com o aumento da microdureza observada e discutida no item 4.7. deste trabalho.

#### **4.4. ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)**

##### **4.4.1. Processo de soldagem TIG**

Observou-se por microscopia eletrônica de varredura, a liga EMVAC 600, laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1423 K por 1800 s, soldada por processo TIG e TIG pulsado, a morfologia da região de solda, nas regiões de zona fundida (ZF) e zona de transição, conforme mostra a figura 4.9.. Verificaram-se, na região de zona fundida,

formações dendríticas finas, com espaçamento interdendrítico da ordem de 15  $\mu\text{m}$  para o processo de solda TIG não pulsado e de 20  $\mu\text{m}$  para TIG pulsado, conforme previamente analisado nos itens 4.1.1. e 4.3. e também trincas de microsegregação (figura 4.9.b).

#### **4.4.2. Processo de soldagem Arco Plasma**

Na análise por microscopia eletrônica de varredura da liga EMVAC 600, laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1423 K por 1800 s, soldada por processo Arco Plasma, observou-se a morfologia da região de zona fundida (ZF) e zona termicamente afetada (ZTA), conforme mostra a figura 4.10.a.. Verificam-se, na região de zona fundida, formações dendríticas finas, com espaçamento interdendrítico da ordem de 20  $\mu\text{m}$ , conforme previamente analisado nos itens 4.1.2. e 4.3. e também trincas de microsegregação.

#### **4.4.3. Processo de soldagem LASER**

Na análise por microscopia eletrônica de varredura da liga EMVAC 600, laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1423 K por 1800 s, soldada por processo LASER, observou-se a região de zona fundida (ZF) e zona termicamente afetada (ZTA), conforme mostra a figura 4.10.b.. Observam-se, na região de zona fundida, formações dendríticas finas, com espaçamento interdendrítico da ordem de 3  $\mu\text{m}$ , conforme previamente analisado nos itens 4.1.2. e 4.3.

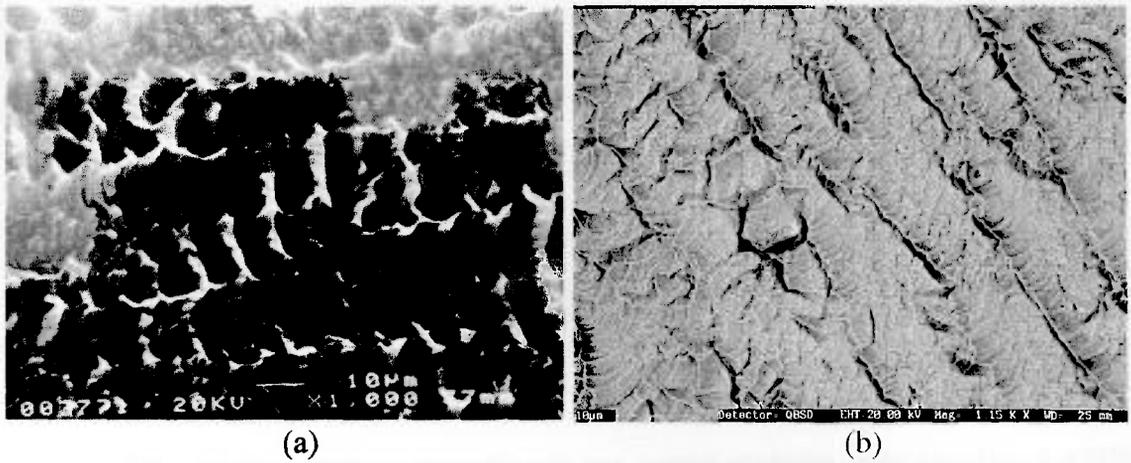


Figura 4.9. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da liga EMVAC 600 soldada pelo processo: (a) TIG evidenciando morfologia de ZF, (b) TIG pulsado evidenciando trincas de microsegregação em ZF. Ataque profundo

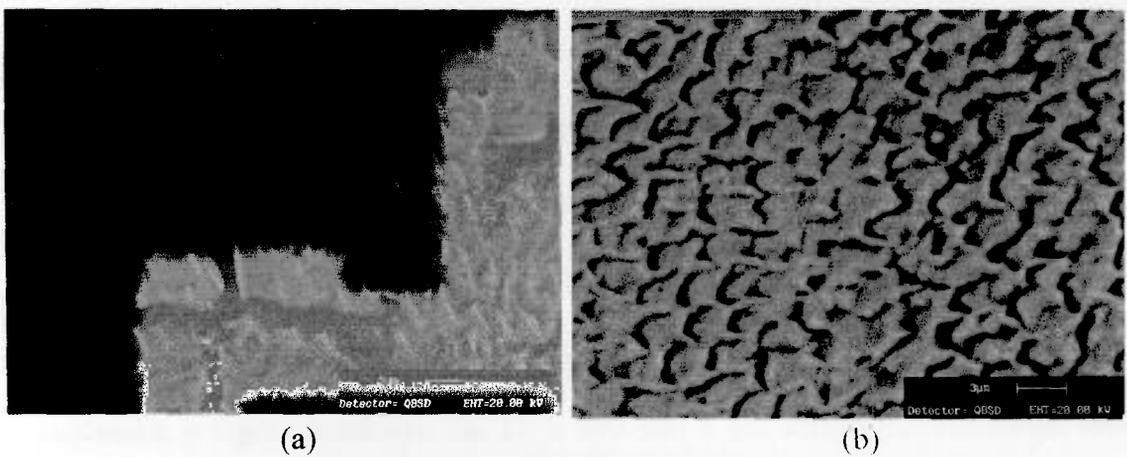


Figura 4.10. Micrografia obtida por MEV da liga EMVAC 600 soldada pelo processo: (a) Arco-Plasma evidenciando trincas de microsegregação, (b) LASER evidenciando crescimento dendrítico em ZF. Ataque profundo.

As micrografias obtidas por MEV das juntas soldadas pelos processos TIG e ARCO Plasma, evidenciam microtrincas intergranulares com separação do material ocorrendo na região interdendrítica. Estas microtrincas são comuns nas juntas soldadas da liga 600 quando utilizam-se processos de soldagem a arco-voltaico e consideradas como trincas devido a microsegregação do tipo trinca de solidificação.<sup>[27]</sup>

A formação destas trincas dá-se pela ação de tensões geradas durante o resfriamento nas regiões interdendríticas que estão com líquido de baixo ponto de fusão. A ação destas tensões poderá, em muitos casos, gerar a separação das duas superfícies.

Não evidenciaram-se microtrincas nas juntas soldadas pelo processo LASER, o que deve-se, possivelmente, aos seguintes fatores:

- a) O maior aporte de energia, em relação aos processos a arco-voltaico, gerando uma distribuição de soluto mais homogênea;
- b) A menor largura do poço, associada a distribuição de soluto, pode ter minimizado a ação das tensões geradas durante o resfriamento da poça de fusão;
- c) A estrutura de dendritas mais finas geradas neste processo.

É interessante ressaltar que o ataque químico utilizado, tinha como função básica evidenciar a região dendrítica em ZF e este não é um ataque rigorosamente seletivo que poderia ter gerado sulcos de ataque, confundindo com a formação de microtrincas.

As micrografias obtidas por MEV, também ajudaram nas análises da morfologia e das medidas dos espaçamentos interdendríticos. Verificam-se nas micrografias que, para os processos que utilizaram arco-voltaico a ocorrência de uma grande dispersão nas orientações de crescimento das dendritas devido aos parâmetros de velocidade de resfriamento e de extração de calor. Já para o processo LASER, a pequena largura da zona de fusão gerada e a utilização de um sistema de extração de calor eficiente, mais uma vez, parece ter auxiliado,

em muito, na dispersão do calor, pois encontramos os menores espaçamentos interdendríticos, além de um crescimento preferencial das dendritas em uma única direção.

A MEV revelou uma grande dispersão de precipitados intermetálicos do tipo  $Ni_3(Al, Ti)$ , extremamente finos e que são formados basicamente durante os tratamentos térmicos pré-soldagem e indicam que não houve mudança destes devido aos ciclos térmicos durante os processos de soldagem.

## **4.5. ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO**

### **4.5.1. Processo de soldagem TIG**

Observou-se por microscopia eletrônica de transmissão, a liga EMVAC 600, laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1423 K por 1800 s, soldada por processo TIG e TIG pulsado, a morfologia da região de solda, nas regiões de zona fundida (ZF) e zona de transição, conforme mostram as figuras 4.11. e 4.12, onde verificaram-se muitos defeitos, tais como redes de discordâncias, e carbonetos precipitados em contorno de grão.

### **4.5.2. Processo de soldagem Arco Plasma**

Na análise por microscopia eletrônica de transmissão da liga EMVAC 600, laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1423 K por 1800 s, soldada por processo Arco Plasma, observou-se “aglomerados”, muitos deles, da própria matriz e carbonetos precipitados, na região de ZF mas, também, próxima a zona de transição ZF/MB.

Verificaram-se também redes de discordâncias próxima a carbonetos precipitados dentro do grão, na zona de transição, conforme mostram as figuras 4.13. e 4.14.

#### **4.5.3. Processo de soldagem LASER**

Na análise por microscopia eletrônica de transmissão da liga EMVAC 600, laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1423 K por 1800 s, soldada por processo LASER, observou-se a região de zona fundida (ZF) e zona de transição ZF/MB, conforme mostram as figuras 4.15 e 4.16.. Observam-se, na região de zona fundida a formação de subgrãos com intensas redes de discordâncias e alguns carbonetos precipitados. Foram encontrados muitos defeitos cristalinos (tais como discordâncias alongadas) e finos precipitados de cromo-carbonetos próximos ao contorno de grão e dentro do grão, na zona de transição ZF/MB.

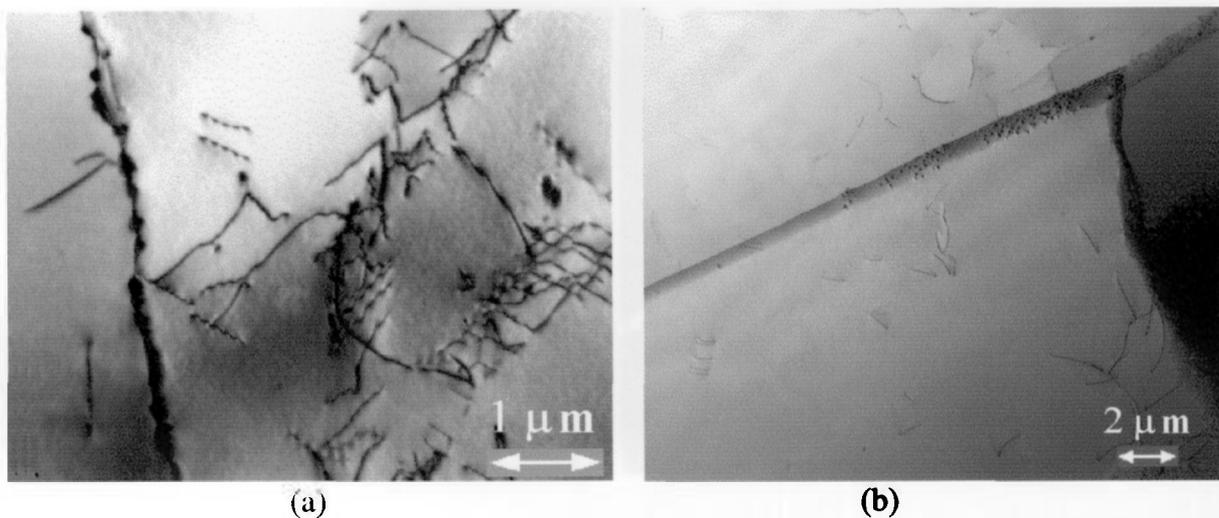


Figura 4.11. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de transmissão (MET) da liga EMVAC 600 soldada pelo processo TIG não pulsado evidenciando: (a) rede de discordâncias, interagindo com carbonetos precipitados e também precipitados em contorno de grão em ZF, eixo zonal (011); (b) precipitados finos em contorno de grão em zona de transição ZF/MB (200 kV, Campo Claro).

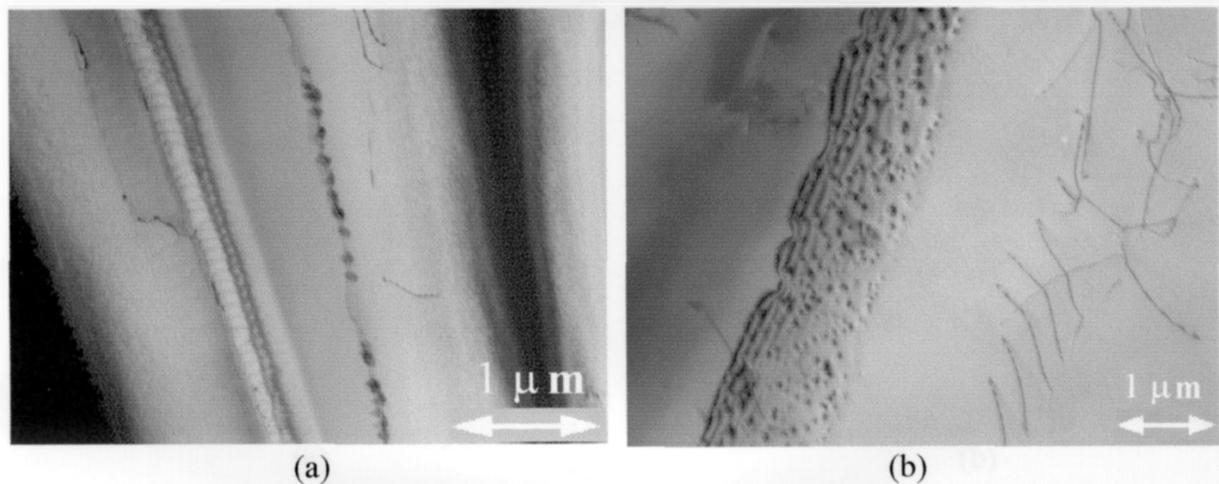


Figura 4.12. Micrografia obtida por MET da liga EMVAC 600 soldada pelo processo TIG pulsado evidenciando: (a) carbonetos precipitados em contorno de grão e falha de empilhamento em ZF, (b) precipitados finos em contorno de grão e discordâncias em ZF, eixo zonal (013) (200 kV, Campo Claro).

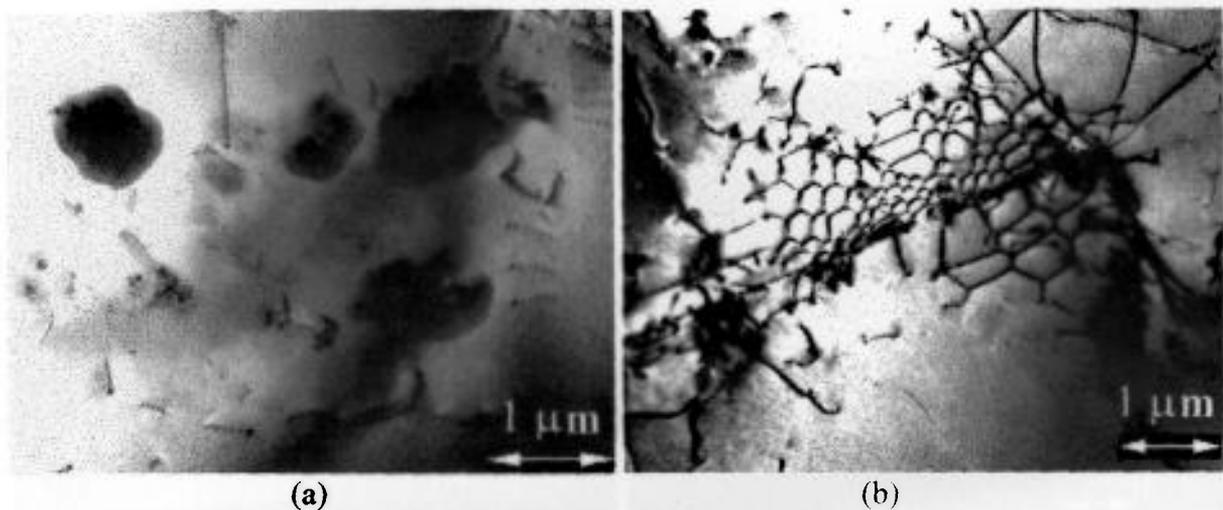


Figura 4.13. Micrografia obtida por MET da liga EMVAC 600 soldada pelo processo Arco-Plasma evidenciando: (a) aglomerados de mesmo material da matriz e carbonetos precipitados em ZF, eixo zonal (011); (b) rede de discordâncias próxima a carbonetos precipitados dentro do grão em zona de transição ZF/MB, eixo zonal  $\approx$  (011) (200 kV, Campo Claro).

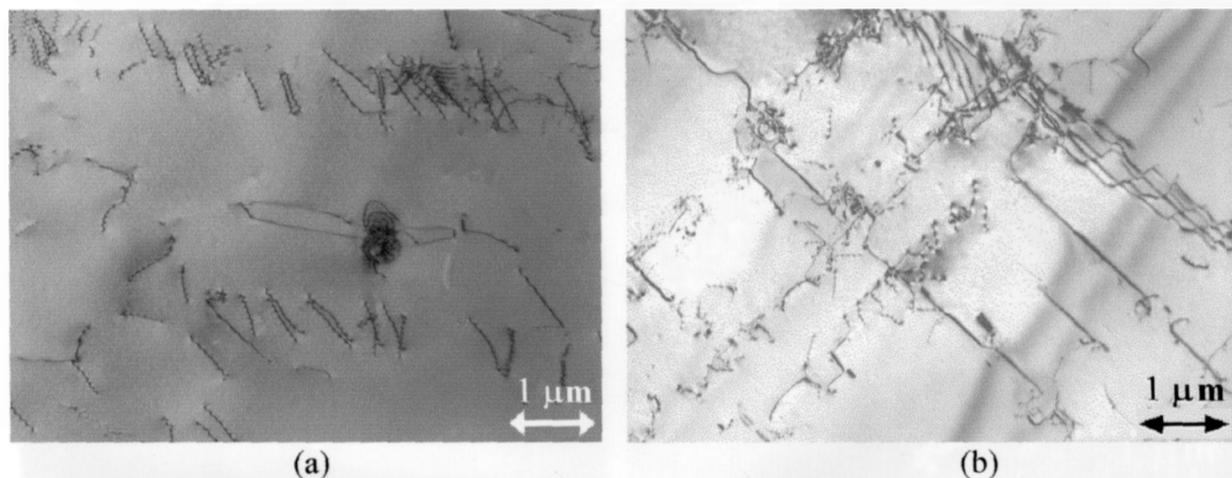


Figura 4.14. Micrografia obtida por MET da liga EMVAC 600 soldada pelo processo Arco-Plasma evidenciando: (a) redes de discordâncias interagindo com precipitados e falha de empilhamento no interior de grão em região de ZF, (b) redes de discordâncias no interior de grão em região de ZF. (200 kV, Campo Claro).

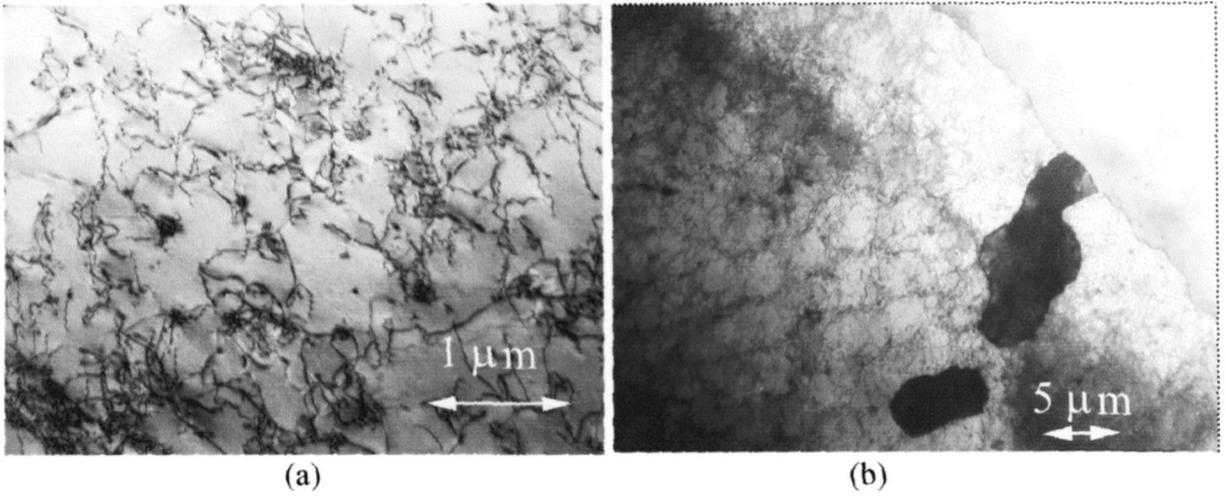


Figura 4.15. Micrografia obtida por MET da liga EMVAC 600 soldada por processo LASER evidenciando: (a) discordâncias interagindo com precipitados em interior de grão em zona de interface ZF/MB, eixo zonal  $\approx (011)$ , (b) formação de subgrãos em ZF, eixo zonal  $\approx (013)$  (200 kV, Campo Claro).

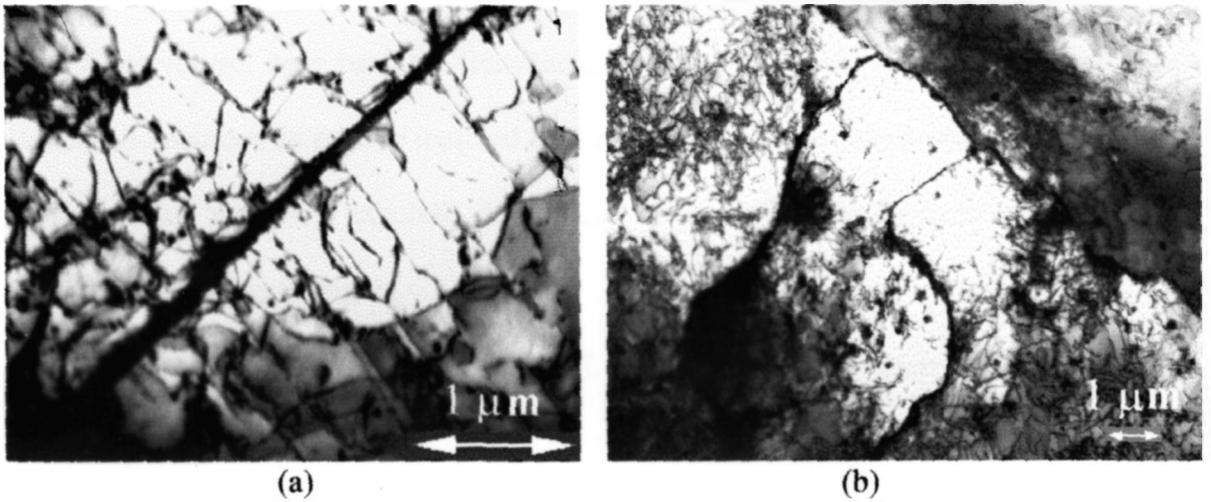


Figura 4.16. Micrografia obtida por MET da liga EMVAC 600 soldada por processo LASER evidenciando: (a) discordâncias alongadas e carbonetos precipitados próximo a contorno de grão em zona de transição ZF/MB, eixo zonal de ambos os grãos  $(011)$ , (b) formação de subgrãos; rede de discordâncias interagindo com carbonetos precipitados em ZF, eixo zonal  $(013)$ , (200 kV, Campo Claro).

A análise por MET contribuiu efetivamente para o entendimento dos aspectos da microestrutura das regiões de ZF e interface ZF/MB, das amostras da liga EMVAC 600 soldadas pelos processos TIG (pulsado e não pulsado), Arco Plasma e LASER.

Nas amostras soldadas pelos processos a arco-voltaico, verificam-se defeitos cristalinos, do tipo discordâncias, em ZF e interface ZF/MB, que devem ter sido produzidos, principalmente, por tensões térmicas geradas durante os processos. Neste caso, a grande diferença de temperatura foi a causa da produção da deformação plástica e, portanto, das discordâncias.

Verificam-se, também, formações de redes de discordâncias interagindo com precipitados, tanto em contorno de grão como dentro do grão, o que indica que houve movimentação de discordâncias durante o processo de soldagem envolvido.

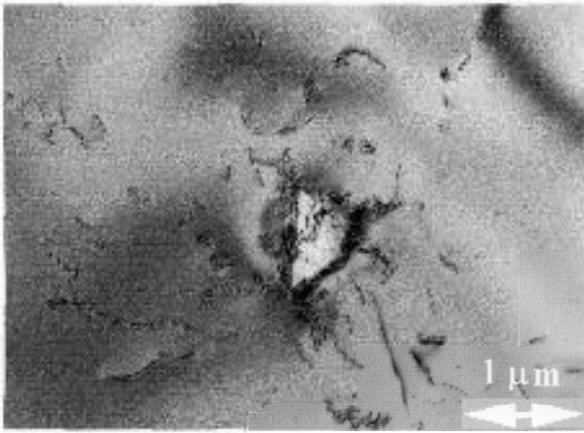
Observou-se, com bastante frequência, nas amostras soldadas pelo processo Arco Plasma, aglomerados de mesmo material da matriz, na forma de micro-respingos que foram, provavelmente, devidos a expulsão de material da superfície da ZF pelo gás de plasma, durante o processo de soldagem.

Nas amostras soldadas pelo processo LASER, além dos mesmos defeitos cristalinos observados nas amostras soldadas pelos processos a arco-voltaico, verificam-se a formação de subgrãos em ZF, o que indica que neste processo, a velocidade de solidificação foi a maior dos processos em estudo, indicando que o sistema utilizado para retirar calor usado nos processos de soldagem, associado a pequena largura da poça de fusão, foi mais eficiente neste processo comparando-se aos demais.

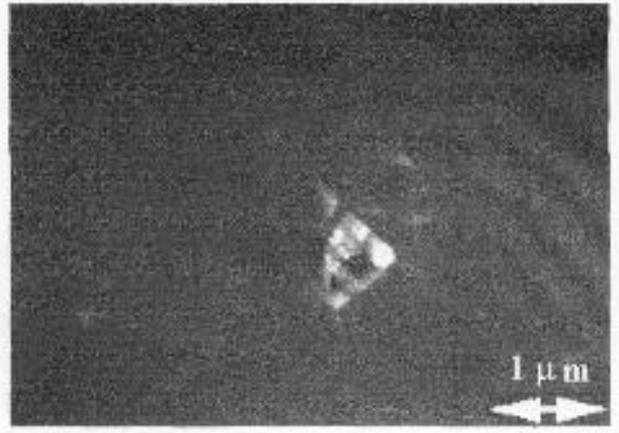
Estas diferenças encontradas nas microestruturas, observadas por MET, podem ser predominantes nas propriedades mecânicas e devem ser as causas das diferenças encontradas nas microdurezas analisadas no item 4.7. deste trabalho.

#### **4.5.4. Análise de segundas fases por Microscopia Eletrônica de Transmissão.**

Observou-se por microscopia eletrônica de transmissão, a liga EMVAC 600, laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1423 K por 1800 s, soldada pelos processos TIG (pulsado e não pulsado), Arco Plasma e LASER, para identificação de segundas fases presentes, tais como a segunda fase estável  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ) e precipitados finos do tipo carboneto de cromo comuns nas ligas 600, através da técnicas de campo claro/campo escuro e difração de elétrons, conforme podem ser vistos nas figuras 4.17. a 4.19.



(a)

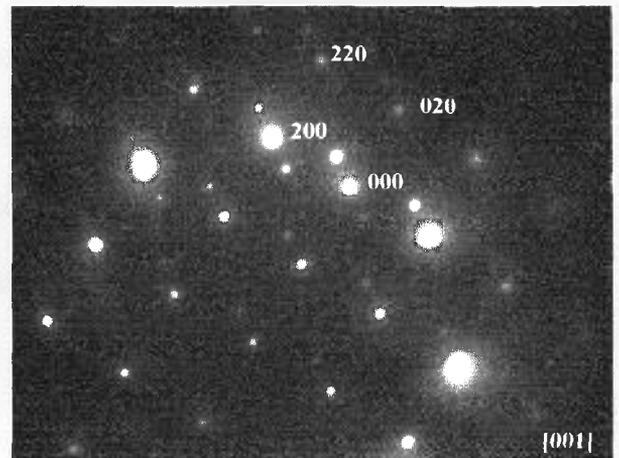


(b)

Figura 4.17. Micrografia obtida por MET da liga EMVAC 600 soldada pelo processo Arco Plasma evidenciando precipitado do tipo  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ) pela técnica de: (a) campo claro e (b) campo escuro. (200 kV)

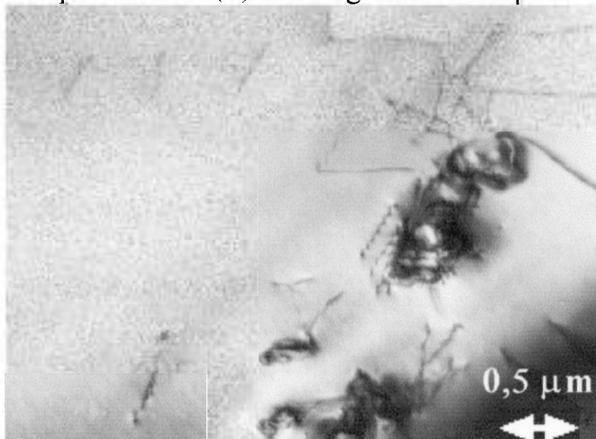


(a)

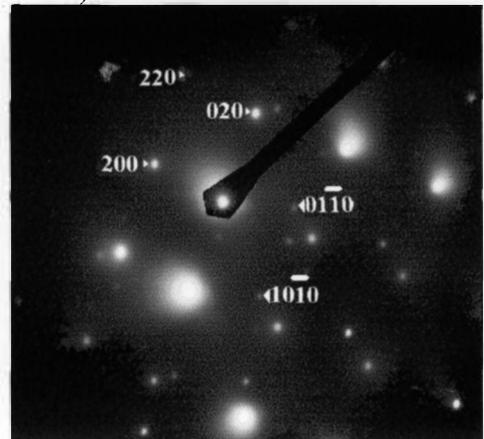


(b)

Figura 4.18. (a) Micrografia obtida por MET da liga EMVAC 600 soldada pelo processo Arco Plasma evidenciando precipitado do tipo  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ) pela técnica de campo escuro e (b) difratograma correspondente. (200 kV)



(a)



(b)

Figura 4.19. (a) Micrografia obtida por MET da liga EMVAC 600 soldada pelo processo TIG não pulsado evidenciando precipitado do tipo carboneto de cromo ( $\text{Cr}_7\text{C}_3$ ) pela técnica de campo claro e (b) difratograma correspondente. (200 kV). Eixo zonal da matriz  $\approx [001]$  e do precipitado  $\approx [0001]$ .

As análises por MET contribuíram, efetivamente, para identificação e caracterização dos precipitados e segundas fases presentes, nas amostras da liga EMVAC 600 soldada pelos processos TIG (pulsado e não pulsado), Arco Plasma e LASER.

As observações mostram uma dispersão de precipitados muito finos ( $\varnothing \approx 1 \mu\text{m}$ ), difíceis de se localizar, nas regiões de ZF e MB, do tipo da  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ) nas amostras da liga EMVAC 600 soldadas pelos processos TIG não pulsado e pulsado, Arco Plasma e LASER.

Este tipo de dispersão de precipitados observado, pode ser atribuído principalmente aos tratamentos térmicos anteriores a soldagem. Quanto ao aspecto metalúrgico este tipo de distribuição, auxilia muito pouco no endurecimento das ligas 600, não sendo, portanto, fator predominante no aumento da microdureza observado e discutido no item 4.7 deste trabalho .

A MET revelou, também, uma estrutura de precipitados finos ( $\varnothing \leq 0,2 \mu\text{m}$ ) conforme pode ser vista nas micrografias 4.11., 4.12, 4.13, 4.14, 4.15, 4.16 e 4.19, do tipo carbonetos muito comuns nestes tipos de liga. Os carbonetos com formato esférico, observados em ZF, em região de contorno de grão, são do tipo  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  <sup>[47]</sup> e foram gerados, possivelmente, durante tratamentos térmicos anteriores à soldagem, visto o tipo de dispersão encontrada. Observam-se também precipitados em contorno de grão e dentro de grãos em ZF com formato de placas e estes, por sua vez, são do tipo  $\text{M}_7\text{C}_3$  <sup>[47]</sup> em uma estrutura de reprecipitação típica e que foi gerada, possivelmente, durante os ciclos térmicos dos processos de soldagem. Estes precipitados finos do tipo carboneto, ao contrário do  $\gamma'$ , pode ter auxiliado no aumento da dureza observada no item 4.7 deste trabalho.

## 4.6. MICROANÁLISE POR ESPECTROMETRIA POR DISPERSÃO DE ENERGIA (EDS)

### 4.6.1. Partição dos elementos de liga e microligantes

As curvas de partição de elementos da liga e microligantes, observados em dendritas na região de ZF, em amostras da liga EMVAC 600, laminadas, solubilizadas e soldadas pelos processos de soldagem TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER, encontram-se nos gráficos 4.1., 4.2., 4.3 e 4.4., respectivamente. A figura 4.20. mostra esquematicamente as regiões onde foram feitas as microanálises.

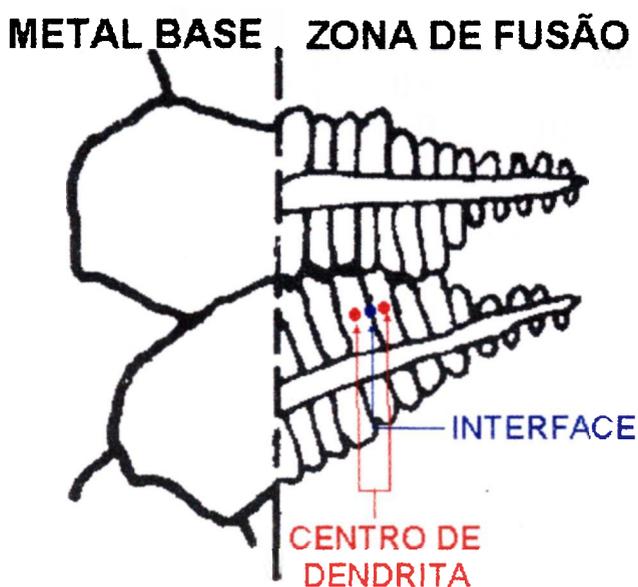
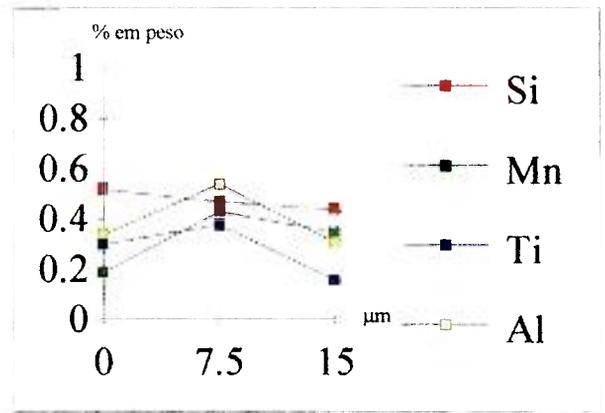
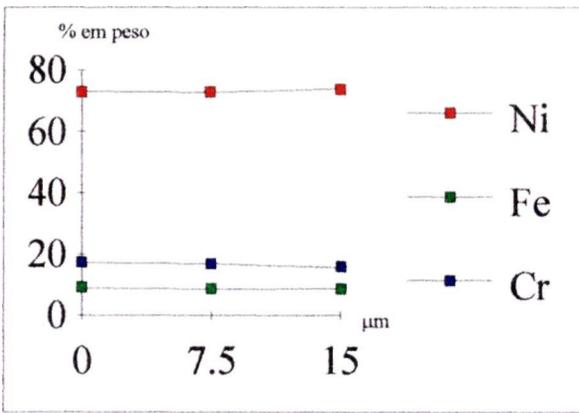


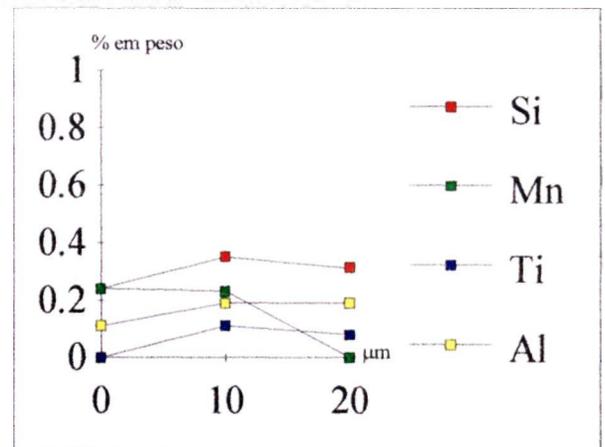
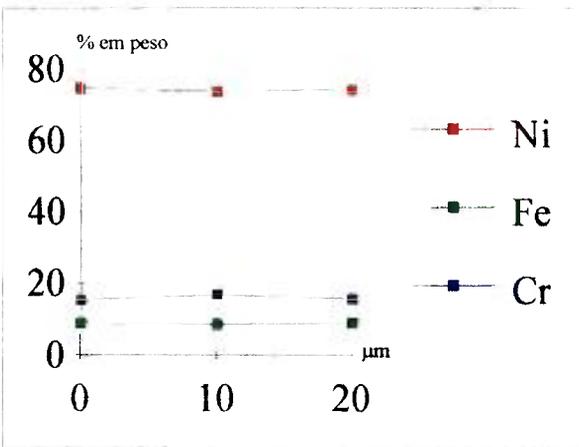
Figura 4.20. Esquema das regiões onde foram feitas as microanálises para os processos TIG não pulsado e pulsado, Arco Plasma e LASER.



(a)

(b)

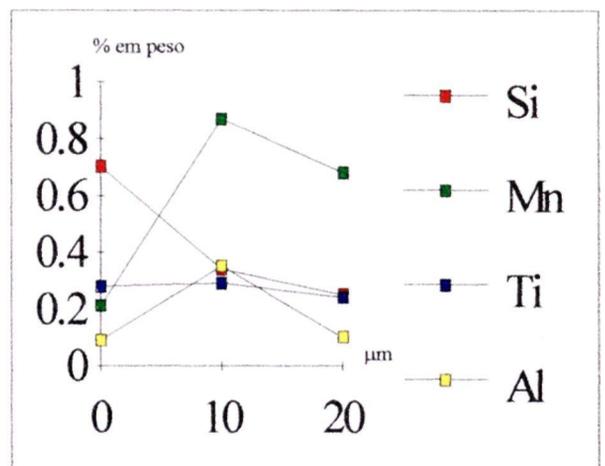
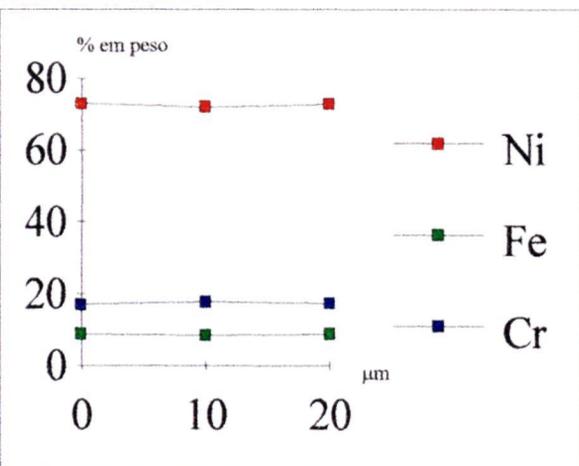
Gráfico 4.1. Partição dos elementos da liga em função da distância entre núcleos de dendritas para solda TIG: (a) elementos de liga, (b) microligantes.



(a)

(b)

Gráfico 4.2. Partição dos elementos da liga em função da distância entre núcleos de dendritas para solda TIG pulsado: (a) elementos de liga, (b) microligantes.



(a)

(b)

Gráfico 4.3. Partição dos elementos da liga em função da distância entre núcleos de dendritas para solda Arco Plasma: (a) elementos de liga, (b) microligantes.

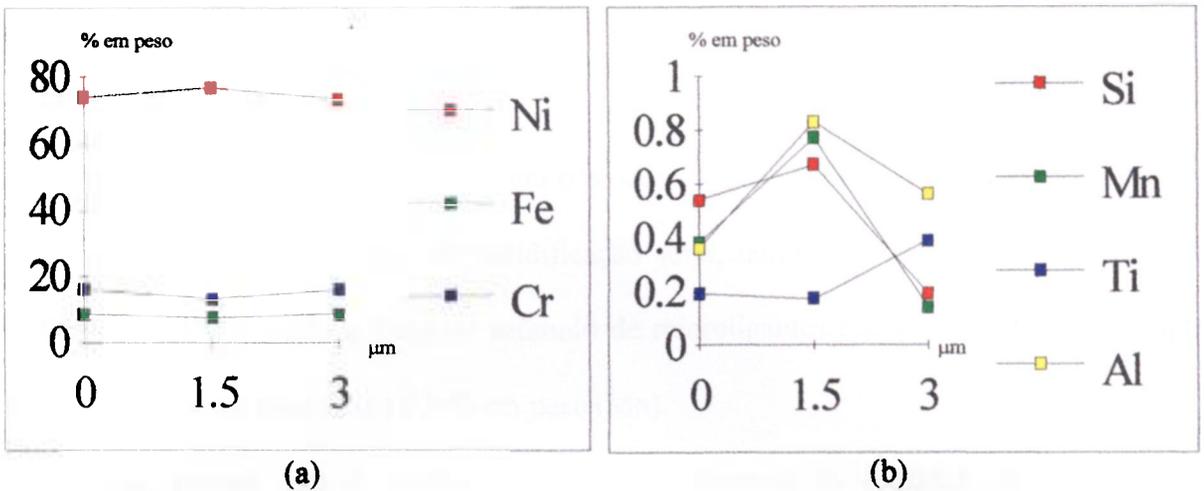


Gráfico 4.4. Partição dos elementos da liga em função da distância entre núcleos de dendritas para solda LASER: (a) elementos de liga, (b) microligantes.

Na análise da partição dos elementos de liga e microligantes, pode-se verificar que para todos os processos, houve um acúmulo de soluto em região de interface entre dendritas.

Este acúmulo deve-se ao processo de solidificação envolvido, permitindo-se fazer, também, analogias entre a velocidade de solidificação dos processos e a quantidade de microligantes encontrados nas regiões de interface, pois sabe-se que, para maiores velocidades de resfriamento na solidificação, há maior expulsão de microligantes da região líquida, fazendo com que estes se acumulem nas regiões de interface de dendritas.

Isto fica claro quando se analisam os gráficos 4.1.b, 4.2.b e 4.4.b, referentes aos processos TIG não pulsado, TIG pulsado e LASER respectivamente. No processo LASER, por exemplo, temos acúmulos de microligantes na região de interface variando entre 0,2% em peso (Ti) até acima de 0,8% em peso (Al), já para o processo TIG não pulsado o acúmulo varia entre 0,4% em peso (Ti) a 0,6% em peso (Al) e no processo TIG pulsado entre 0,1% em peso (Ti) e 0,4% em peso (Si). Das análises feitas nos itens 4.1 e 4.3, chegou-se a conclusão que a velocidade de solidificação no processo de soldagem LASER foi a maior, comparada

com as dos demais processos em estudo, daí o maior acúmulo de microligantes na região de interface.

Ao se analisar o gráfico 4.3.b. para o processo a arco plasma, à primeira vista, poder-se-ia concluir que a velocidade de solidificação seria, também, maior e comparável a do processo LASER, devido a faixa de acúmulo de microligantes em região de interface, que está entre 0,3% em peso (Ti) a 0,9 % em peso (Mn).

Isto, porém, não é verdade, pois ao se observar as medidas de espaçamento interdendrítico (item 4.3.), verifica-se que estas levam a velocidades de solidificação comparáveis às do processo TIG pulsado.

Na verdade, com exceção do Mn, todos os microligantes analisados estão numa concentração menor que 0,4% em peso na região de interface, muito parecida com a observada no processo TIG pulsado.

Uma possível explicação para o salto do gráfico para a concentração de Mn é que como as microanálises são puntiformes, pelo menos em um ponto da análise houve a ocorrência de um acúmulo grande deste elemento e conseqüente contagem, número este que, mesmo após os tratamentos estatísticos, ainda mostrava-se acima do esperado.

#### **4.6.2. Análise de segundas fases presentes**

Foram feitas análises por espectrometria por dispersão de energia para verificar a presença de segundas fases, tais como a segunda fase estável e bem distribuída de composto intermetálico  $Ni_3(Al, Ti)$ , conhecido como  $\gamma'$ , encontrada nas ligas 600. A figura 4.21. mostra este tipo de precipitado e a figura 4.22. o espectro característico da fase  $\gamma'$  obtido em amostra soldada por processo TIG.

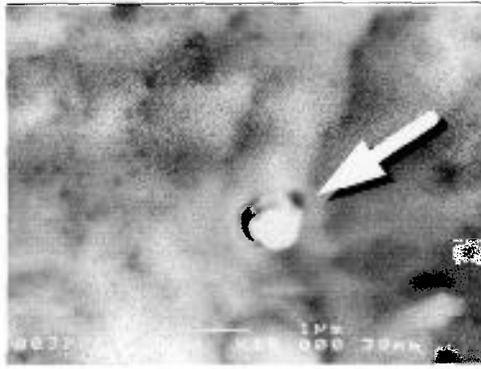


Figura 4.21. Micrografia obtida por MEV da liga EMVAC 600, em ZF, soldada pelo processo TIG, evidenciando precipitado  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ).

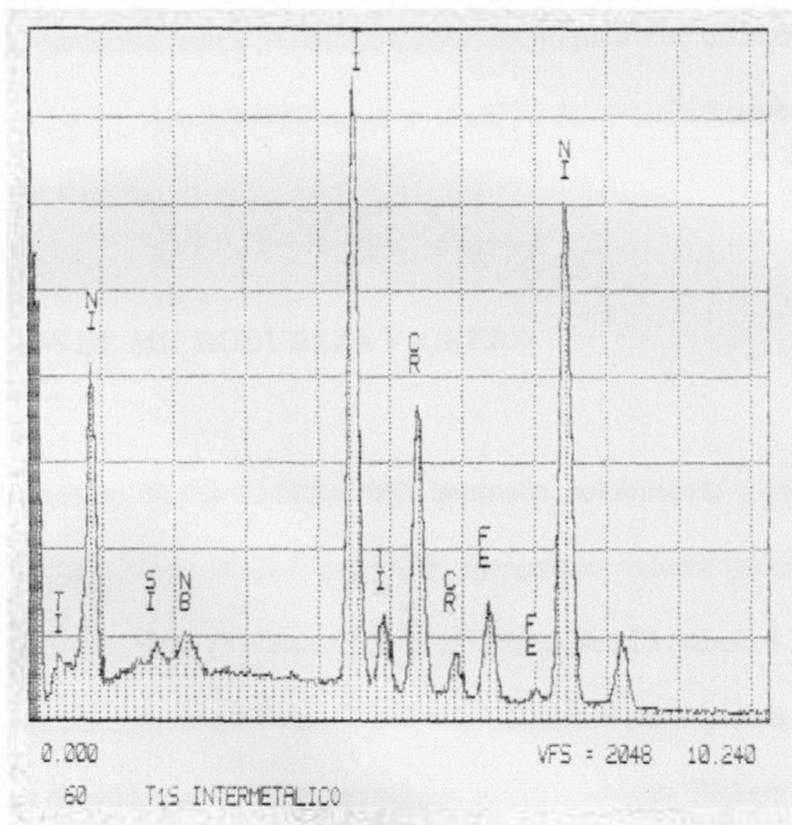


Figura 4.22. Espectro característico da fase  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ), observada em amostra da liga EMVAC 600 soldada pelo processo TIG em região de ZF.

As análises por espectrometria por dispersão de energia, para identificação de possíveis precipitados e segundas fases, mostram uma dispersão de precipitados muito finos ( $\varnothing \approx 1 \mu\text{m}$ ), difíceis de se localizar, nas regiões de ZF e MB, do tipo da  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ) nas amostras da liga EMVAC 600 soldadas pelos processos TIG não pulsado e pulsado, Arco Plasma e LASER.

Este tipo de dispersão de precipitados observado, pode ser atribuído principalmente aos tratamentos térmicos anteriores a soldagem. Quanto ao aspecto metalúrgico este tipo de distribuição, conforme indica literatura, auxilia muito pouco no endurecimento das ligas 600, não sendo, portanto, fator predominante no aumento da microdureza observado e discutido no item 4.7 deste trabalho .

#### **4.7. ENSAIOS DE MICRODUREZA VICKERS**

As amostras da liga EMVAC 600, laminada, solubilizada e soldadas pelos processos TIG, TIG pulsado, Arco Plasma e LASER apresentam valores praticamente constantes de Microdureza Vickers nas ZF, comparados aos valores de MB (tabela 4.3. a 4.4. e gráfico 4.5.). No gráfico de Microdureza Vickers, os valores iniciam-se no centro da ZF e seguem para MB. No processo de soldagem LASER, os valores de Microdureza Vickers encontrados na ZF são maiores do que os valores de MB.

**TABELA 4.3. VALORES OBTIDOS NOS ENSAIOS DE MICRODUREZA VICKERS PARA A LIGA EMVAC 600 SOLDADA PELOS PROCESSOS TIG, TIG PULSADO, ARCO PLASMA E LASER PARTINDO DO CENTRO DA ZONA FUNDIDA PARA O METAL BASE.**

Distância(mm) do centro da solda	Microdureza Vickers HV <sub>0,05</sub>			
	TIG	TIG Pulsado	Arco Plasma	LASER
0.00	168.3 ± 4.2	232.2 ± 4.9	192.1 ± 4.0	232.5 ± 4.9
0.25	168.1 ± 4.0	232.5 ± 4.9	192.3 ± 4.0	232.1 ± 4.9
0.50	161.4 ± 2.9	210.1 ± 4.4	175.3 ± 3.7	175.3 ± 3.7
0.75	168.3 ± 3.9	210.2 ± 4.4	175.1 ± 3.7	168.2 ± 3.5
1.00	168.4 ± 4.4	210.5 ± 4.4	168.2 ± 3.5	168.1 ± 3.5
1.25	175.2 ± 1.8	200.1 ± 4.2	168.4 ± 3.5	175.4 ± 3.7
1.50	161.2 ± 3.1	201.2 ± 4.2	168.1 ± 3.5	168.2 ± 3.5
1.75	168.1 ± 4.1	192.1 ± 4.0	168.4 ± 3.5	161.3 ± 3.4
2.00	179.3 ± 4.8	175.1 ± 3.7	155.3 ± 3.3	168.5 ± 3.5
2.25	161.4 ± 3.1	175.2 ± 3.7	168.3 ± 3.5	168.4 ± 3.5
2.50	168.3 ± 4.3	168.3 ± 3.5	168.5 ± 3.5	175.2 ± 3.7
2.75	161.3 ± 3.0	161.5 ± 3.4	175.2 ± 3.7	155.1 ± 3.3
3.00	168.1 ± 4.0	175.1 ± 3.7	168.3 ± 3.5	161.3 ± 3.4
3.25	175.4 ± 1.0	168.1 ± 3.5	179.2 ± 3.8	168.3 ± 3.5
3.50	161.2 ± 3.0	185.2 ± 3.9	175.1 ± 3.7	161.2 ± 3.4
3.75	168.3 ± 4.4	168.2 ± 3.5	178.2 ± 3.7	175.1 ± 3.7
4.00	168.4 ± 4.4	175.1 ± 3.7	175.1 ± 3.7	161.3 ± 3.4
4.25	177.5 ± 3.1	168.2 ± 3.5	174.2 ± 3.7	168.5 ± 3.5
4.50	183.9 ± 9.3	175.3 ± 3.7	175.3 ± 3.7	161.2 ± 3.4

**TABELA 4.4. VALORES OBTIDOS NOS ENSAIOS DE MICRODUREZA VICKERS PARA A LIGA EMVAC 600 SOLDADA PELOS PROCESSOS TIG, TIG PULSADO, ARCO PLASMA E LASER, PARA REGIÃO DE ZF.**

Distância(mm) do centro da solda	Microdureza Vickers HV <sub>0,05</sub>			
	TIG	TIG Pulsado	Arco Plasma	LASER
0.00	168.3 ± 4.2	232.2 ± 4.9	192.1 ± 4.0	232.5 ± 4.9
0.25	168.1 ± 4.0	232.5 ± 4.9	192.3 ± 4.0	232.1 ± 4.9
0.50	161.4 ± 2.9	210.1 ± 4.4	175.3 ± 3.7	
0.75	168.3 ± 3.9	210.2 ± 4.4	175.1 ± 3.7	
1.00	168.4 ± 4.4	210.5 ± 4.4	168.2 ± 3.5	
1.25	175.2 ± 1.8	200.1 ± 4.2		
1.50	161.2 ± 3.1	201.2 ± 4.2		
1.75	168.1 ± 4.1	192.1 ± 4.0		
2.00	179.3 ± 4.8			
2.25	161.4 ± 3.1			
2.50	168.3 ± 4.3			

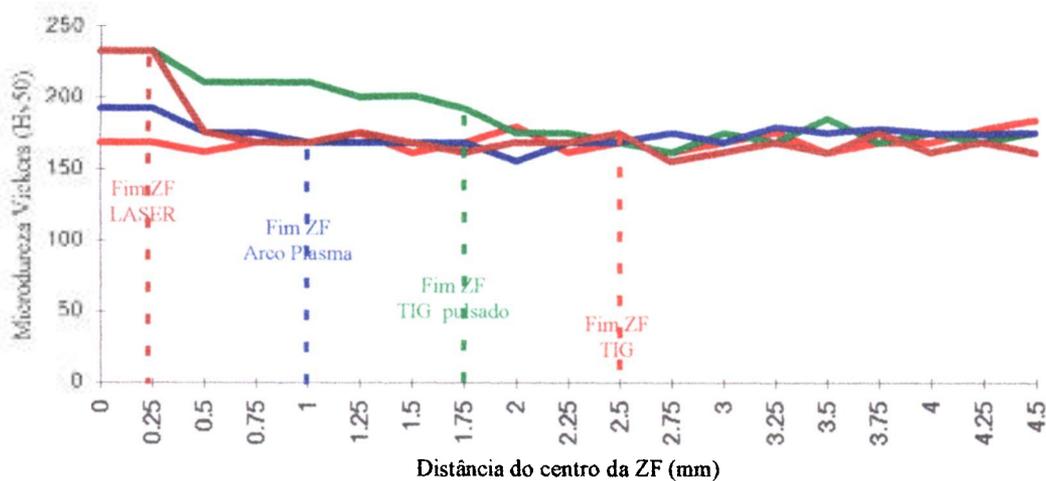


Gráfico 4.5. Comparação entre a Microdureza (HV<sub>0,05</sub>) obtida para solda TIG (linha em vermelho), TIG Pulsado (linha em verde), Arco Plasma (linha em azul) e LASER (linha em marrom), os tracejados indicam o final da zona de fusão para os processos de soldagem.

As microdurezas obtidas para as amostras soldadas pelos processos TIG pulsado, Arco Plasma e LASER, indicam um aumento dos valores em ZF comparados com os de MB, já as microdurezas obtidas para as amostras soldadas pelo processo TIG não pulsado mostram que estes valores, permaneceram praticamente constantes tanto em ZF com MB.

Estas diferenças pode ser atribuídas aos seguintes fatores:

a) Diferenças nas microestruturas observadas por MET, no que concerne ao defeitos cristalinos, bem como a formação de subgrãos observadas nas amostras soldadas pelo processo LASER;

b) Diferenças nas microestruturas observadas por MO e MEV, no que concerne a diferenças nos processos de solidificação (formação de dendritas e tamanho de grão);

c) Possível endurecimento por reprecipitação, apesar da grande dispersão observada para precipitados do tipo  $Ni_3(Al, Ti)$  e carbonetos nos processos TIG pulsado, Arco Plasma e LASER.

Pode-se observar, também, que as microdurezas na região de centro de solda para os processos TIG pulsado e LASER têm praticamente os mesmos valores. Estes valores devem-se, possivelmente, aos gradientes térmicos gerados durante os processos de soldagem nestas regiões, gerando semelhantes microestruturas, principalmente no que concerne aos defeitos cristalinos e suas interações com precipitados presentes.

## 5. CONCLUSÕES

As microestruturas obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura, apresentam grãos alongados com estruturas de dendríticas-celulares e colunares muito finas com espaçamento interdendrítico de 15  $\mu\text{m}$  para as amostras soldadas pelo processo TIG não pulsado, 20  $\mu\text{m}$  para as amostras soldadas pelos processos TIG pulsado e Arco Plasma e de 3  $\mu\text{m}$  para as amostras soldadas por processo LASER em ZF. As micrografias, não indicam a presença de uma ZTA aparente, mas uma região de interface entre ZF e MB.

O não aparecimento de uma região de ZTA nas amostras da liga EMVAC 600 soldadas pelos processos a arco-voltaico e LASER, em estudo, são confirmados pelas medidas de tamanho médio de grão e pelas medidas de microdureza e pode ser atribuída basicamente aos seguintes fatores:

- Tamanho dos grãos; crescidos em etapas anteriores aos processos de soldagem, são em média grandes se comparados com as medidas obtidas anteriormente aos tratamentos termo-mecânicos, a ponto de o aporte de energia para avançar o crescimento e alterar significativamente as propriedades, não ser suficiente durante o processo de soldagem.

- Alívio de tensões feito anteriormente aos processos de soldagem das peças, pois, além de minimizar as tensões térmicas residuais que ocorrem durante o processo, nas regiões de ZF, também ajuda a minimizar as transformações metalúrgicas que geram as ZTA.

- A utilização de um sistema de dissipação de calor eficiente durante os processos de soldagem.

- A pequena dimensão das peças soldadas pelos processos a arco-voltaico e LASER.

A importância do não aparecimento de uma ZTA pronunciada está relacionada ao aspecto metalúrgico, pois, sabe-se que, grande parte dos problemas encontrados em peças soldadas, em geral, encontram-se nas regiões termicamente afetadas.

A técnica de metalografia em cores, auxiliou em muito na caracterização microestrutural das amostras da liga EMVAC 600 soldadas pelos processos a arco-voltaico e LASER, possibilitando a observação com muita riqueza de detalhes as estruturas das regiões de zona de fusão e metal de base, permitindo também a identificação de regiões com possíveis precipitados presentes nas peças soldadas.

As micrografias obtidas por MEV das juntas soldadas pelos processos TIG e Arco Plasma, evidenciam microtrincas intergranulares com separação do material ocorrendo na região interdendrítica, comuns nas juntas soldadas da liga 600 quando utilizam-se processos de soldagem a arco-voltaico e consideradas como trincas devido a microsegregação do tipo trinca de solidificação.

A formação destas trincas se dá pela ação de tensões geradas durante o resfriamento nas regiões interdendríticas que estão com líquido de baixo ponto de fusão. A ação destas tensões poderá, em muitos casos, gerar a separação das duas superfícies.

Não evidenciaram-se microtrincas nas juntas soldadas pelo processo LASER. Isto é devido possivelmente aos seguintes fatores:

- a) O maior aporte de energia, em relação aos processos a arco-voltaico, gerando uma distribuição de soluto mais homogênea;
- b) A menor largura do poço, associada a distribuição de soluto, pode ter minimizado a ação das tensões geradas durante o resfriamento da poça de fusão;
- c) A estrutura de dendritas mais finas geradas neste processo.

Isto mostra que os tratamentos térmicos para alívio de tensões pré-soldagem são importantes, mas que nem sempre são suficientes para minimizar a formação das microtrincas.

As medidas de microdureza para o processo TIG não pulsado, mostram que o aporte de energia devido ao processo não alterou os valores de dureza em região de ZF em relação ao MB. Já para os processos TIG pulsado, Arco Plasma e LASER mostram um aumento significativo da dureza em ZF em relação a MB. Nestes processos, os mecanismos de endurecimento possivelmente são atribuídos a reprecipitação de carbonetos, a presença de fases intermetálicas do tipo da  $\gamma'$  e  $\delta$ , principalmente, à grande quantidade de defeitos cristalinos observados por microscopia eletrônica de transmissão. Em específico no processo LASER, o aumento dos valores de dureza relacionam-se com a formação de subgrãos devidos a solidificação rápida, observados por microscopia eletrônica de transmissão.

Pode-se observar por microscopia eletrônica precipitados intermetálicos finos, tipo  $\gamma'$ , e carbonetos de cromo, dispersos em ZF e MB. A estrutura de dispersão dos precipitados intermetálicos, ao que indica, são provenientes do tratamento térmico anterior ao processo de soldagem, já as estruturas observadas para os carbonetos podem estar relacionadas com a reprecipitação, devida ao ciclo térmico da soldagem e aos tratamentos térmicos anteriores aos processos de soldagem.

Em uma análise técnica, em relação aos processos de soldagem, pode-se concluir que o processo LASER é o mais recomendável para soldagem das ligas 600, pois é o que apresenta maior qualidade de solda (precisão de soldagem, menores defeitos de solidificação e menor ZF entre outros) em relação aos processos a arco-voltaico, o que é essencial nas junções de peças, nos processos de fabricação e reparo nestes tipos de liga.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. LEWIS, C. L.; OTT, W. L.; SINE, N. M., *The Analysis of Nickel*. International Series of Monographs in Analytical Chemistry, v. 28, USA, 1966.
2. PEARCE, M. O. Towards 2000 and Beyond... a Bright Future for Nickel. NICKEL COBALT 97, v. 4 p. 3-17, Canada, 1997.
3. DONACHIE, M. J. *Superalloys Source Book*. American Society for Metals, Ohio, 1984.
4. SIMS, C. T.; HAGEL, W.C. *The Superalloys*. Ed. by Sims and Hangel. J. Willey, New York, 1972.
5. FERNANDES S.M.C. *Caracterização Microestrutural e Mecânica da Superliga à Base de Níquel (Liga 600) após Tratamentos Térmicos*. São Paulo, 1993. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.
6. ELLIOT, P. *Practical Guide to High Temperature Alloys*. NiDI Technical Series nº 10056. Nickel Development Institute, USA, 1992.
7. BROWN, J.; MONTFORD, B. *Nickel Base Alloys in the Power Industry*. NiDI Technical Series nº 10012. Nickel Development Institute, USA, 1987.

8. MARTIN, J. M. *Inconel Ligas Níquel-Cromo-Ferro*. Ed. by Huntington Alloys, Inc., USA, 1980.
9. RUDOLPH, R.J. *Designations and Specifications for Nickel Alloys*. Ed. by Huntington Alloys, Inc., USA, 1980.
10. SPONAUGLE, C. J. *Fabricação das Ligas Huntington*. Ed. by Huntington Alloys, Inc., USA, 1980.
11. DE PARIS, A.A.F. Soldabilidade de Tubos de Níquel por LASER CO<sub>2</sub> e TIG. In: XXIII ENTS, p.159-167, São Paulo, 1997.
12. AVERY, R.E.; TUTHILL, A. H. *Guidelines for the Welded Fabrication of Nickel Alloys for Corrosion-Resistant Service*. NiDI Reference Book n° 11012. Nickel Development Institute, USA, 1994.
13. STRÖMBERG, J.; BUDGIFVAR, S. Soldadura de Aceros Inoxidables y de Materiales de A base de níquel en la Indústria Química. Consumibles y Procedimientos. *Revista Soldadura*. v. 24 (3), p. 134-142, july-september, 1994.
14. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE SOLDAGEM. *Soldagem de Metais Não Ferrosos*. São Paulo, 1982.
15. CALVO, W. A. P. *Avaliação e Caracterização da Liga de Níquel 600 após Processos de Soldagem por Fusão TIG, Arco Plasma e LASER*. São Paulo, 1997. Dissertação (Mestrado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.
16. CALVO, W.A.P.; MONTEIRO, W.A., Anais do IX Seminário de Metais Não Ferrosos / ABM, São Paulo, P. 135-154 05-07 nov. 1996.
17. SCHWARTZ, M. M. *Metals Joining Manual*. McGraw-Hill Inc., USA, 1979.
18. AMERICAN SOCIETY FOR METALS. *Metals Handbook: Welding, Brazing and Soldering*. v. 6, 9<sup>th</sup> edition, Ohio, 1983.

19. KAISER, S. D. Welding High-Nickel Alloys: Different but not Difficult. *Welding Journal*.  
v. 67, n.10, p. 55-57, 1988.
20. KOHN, G et al, "Failure of welded inconel 600 pipe in the cooling systems of a nuclear reactor", 2<sup>ND</sup> ISRAEL MATERIAL ENGINEERING CONFERENCE, Beer-Sheva, 21-23 february 1984.
21. MONTEIRO, W.A.; CALVO, W. A. P.; BUSO, S. J., The Microstructure of a Ni-Cr-Fe Alloy after Welding Processes, paper presented at 14<sup>th</sup> International Congress on Electron Microscopy, Cancun, p. 215-216, 31 aug.-4 sept. 1998.
22. BUSO, S. J.; MONTEIRO, W.A.; CALVO, W. A. P., A microestrutura de uma liga Ni-Cr-Fe soldada por processo arco plasma, 1<sup>o</sup> Encontro de Engenharia de Materiais da Universidade Mackenzie, São Paulo, 04-05 setembro, 1998.
23. BROOKS, C. R. *Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys*. ASM, USA, 1982.
24. BETTERIDGE, W. *Nickel and its Alloys*. Macdonald & Evans Ltd., USA, 1977.
25. ZEEMAN, A., ALMEIDA, L.H., Solution annealing during nickel base superalloys blade repair, proceedings of the 6<sup>th</sup> Brazilian Conference on Microscopy of Materials, MICROMAT 98, Águas de Lindóia, p. 305-308, oct. 25-27, 1998.
26. ALCÂNTARA, N.G. *Tecnologia da Soldagem*. Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais, São Paulo, 1987.
27. WAINER, E.; BRANDI, S.D.; MELLO, F. D. H. *Soldagem, Processos e Metalurgia*. Edgard Blücher Ltda., São Paulo, 1992.
28. BARROS, P. M. *Metalurgia da Soldagem*. Publicação Interna da FATEC, 1984.
29. REED-HILL, R.E. *Princípios de Metalurgia Física*. Segunda Edição. Editora Guanabara Dois S.A. 1982.

- 30.OHNO, A. *Solidificação dos Metais*. Livraria Ciência e Tecnologia Editora Ltda., São Paulo, 1988.
- 31.VAN VLACK, L. H. *Princípios de Ciência dos Materiais*. Edgard Blücher, São Paulo, 1995.
- 32.KESTENBACH, H.; FILHO, W.J.B. *Microscopia Eletrônica: Transmissão e Varredura*. ABM, S.P., 1994.
- 33.HAASEN, P. *Physical Metallurgy*. University Press, Great Britain , 1996.
- 34.CAMPOS FILHO, M.P. *Solidificação e Fundição de Metais e suas Ligas*. Livros Técnicos e Científicos e Editora da Universidade de São Paulo, 1978.
- 35.ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS. *Soldagem*. São Paulo, 1979.
- 36.CHIAVERINI, V. *Tecnologia Mecânica: Processos de Fabricação e Tratamento*. v.2 . McGraw-Hill, São Paulo, 1986.
- 37.SRINIVASAN, N.; PRASAD, Y. V. R. K. Processing Map for Hot Working of Ni-16Cr-8Fe alloy (IN600). *Materials Science and Technology*. (10), p. 377-383, 1994.
- 38.BUSO, S.J., MONTEIRO, W.A., CALVO, W.A.P., Microstructure in welded zone of Ni-Cr-Fe alloy after LASER welding, proceedings of the 6<sup>th</sup> Brazilian Conference on Microscopy of Materials, MICROMAT 98, Águas de Lindóia, p. 329-332, oct. 25-27, 1998.
- 39.FLEWITT, P. E. J.; WILD, R. K. *Physical Methods for Materials Characterization*. Institute of Physics Publishing, USA, 1994.
- 40.BEHARA, E.; SHPIGLER, B. *Collor Metalography*. ASM, USA, 1977.
- 41.FAZANO, C.A.T.V., *A Prática Metalográfica*. Ed. Hemus, São Paulo, 1980.

- 42.DANIELSON, P.E.; KRUEGER, B.;SUTHERLIN, R.C. Art that Tells a Story About Metals. *Welding Journal*, september. p.39-41, 1996.
- 43.BUSO, S.J.; MONTEIRO, W.A.; CALVO, W.A.P., Metalografia em cores de uma liga Ni-Cr-Fe após processos de soldagem, 13º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - CBECIMAT, Curitiba, pág. 115-123, 06-09 dezembro, 1998.
- 44.SERRA,E., Special Report Electric Power Research Institute (EPRI NP-2114-SR). Palo Alto, California, 1981.
- 45.PADILHA, A. F.; AMBRÓSIO FILHO, F. *Técnicas de Análise Microstrutural*. São Paulo, 1985.
- 46.BUSO, S. J.; MONTEIRO. W. A.; CALVO, W. P., Utilization of Color Metalography on Investigation of Alloy 600 after Welding Processes, *Microscopy and Analysis*, (artigo aceito em fevereiro de 1999 a ser publicado na edição de janeiro de 2000).
- 47.DEY, G. K.; SRIVASTAVA, D.; SUNDARARAMAN, M.; MUKHOPADHYAY, P., Microstrucutral Studies on Rapidily Solidified Alloy 600, *Scripta Materialia*, v. 34 , n. 4, p. 625-631, 1996.