CNEN/SP
ipen Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
AUTARQUIA ASSOCIADA A UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

AVALIAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA DE NÍQUEL TIPO 600 APÓS PROCESSO DE SOLDAGEM POR FUSÃO TIG, ARCO PLASMA E LASER

WILSON APARECIDO PAREJO CALVO

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
1997

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES

Autarquia associada à Universidade de São Paulo

AVALIAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA DE NÍQUEL TIPO 600 APÓS PROCESSOS DE SOLDAGEM POR FUSÃO TIG, ARCO PLASMA E LASER

WILSON APARECIDO PAREJO CALVO

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

IPEN
LIVRO
Nº 21227
BIBLIOTECA

SÃO PAULO

1997

OMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR/SP IPEN

À minha esposa Adriana
e às minhas filhas Ana
Carolina e Giovanna pela
compreensão e carinho

AGRADECIMENTOS

- Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares pela oportunidade para a realização deste trabalho de pesquisa.

- Ao Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo e ao Instituto de Pesquisas Tecnológicas pelos equipamentos utilizados, sendo que, 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. Roberto Fulfaro, Chefe do Departamento de Aplicações de Técnicas Nucleares, pelo apoio e incentivo.

- Ao BSc. Wanderley de Lima, Coordenador da Coordenadoria de Aplicações na Engenharia e na Indústria, pelo apoio e compreensão durante a fase do trabalho.

- Ao Eng. José Mauro Vieira, Supervisor da Supervisão de Desenvolvimento Experimental, pela amizade, colaboração e sugestões durante o decorrer do trabalho.

- Ao Dr. Valdir Sciani pela amizade, incentivo e colaboração na redação final da dissertação.

- Ao Eng. Paulo Roberto Rela pela amizade, incentivo e sugestões na área de Soldagem.

- À Dra. Margarida Mizue Hamada, Dra. Maria Helena de Oliveira Sampa, Dra. Dora de Castro Rubio Poli, Dr. Homero B. Perez, Dr. Leonardo Gondim de A. e Silva, Dr. Eddy Segura Pino, MSc. Adelina Miranda, MSc. Olívia K. Kikuchi, MSc. Maria da Conceição C. Pereira, BSc. Artur R. Vieira, Eng. Reinaldo Sigahi, e aos Srs. Wilson A. Bruzinga e Gilberto da Cunha Albano pela colaboração, apoio e incentivo.

- Aos integrantes da Coordenadoria de Aplicações na Engenharia e na Indústria o meu muito obrigado.

- Aos Srs. Mariano Castagnet, Celso V. Morais, Eliel D. de Oliveira, Glauson A. F. Machado, Nildemar A. M. Ferreira e a Sra. Dileusa A. S. Galissi do Departamento do Ciclo do Combustível pela colaboração na realização da fase experimental do trabalho.

- Ao Sr. José Carlos Sabino da Divisão de Projetos pela colaboração e empenho na confecção dos corpos de prova.

- À Eletrometal Metais Especiais pelo fornecimento do material sem o qual este trabalho não seria possível.

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

"AVALIAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA LIGA DE NÍQUEL TIPO 600 APÓS PROCESSOS DE SOLDAGEM POR FUSÃO TIG, ARCO PLASMA E LASER"

Wilson Aparecido Parejo Calvo

RESUMO

A liga de níquel nacional EMVAC 600 (INCONEL 600) apresenta alta resistência mecânica, resistência à corrosão e à oxidação em temperaturas elevadas, sendo empregada na construção de turbinas de aviões e de termoelétricas, reatores químicos, detectores e reatores nucleares. A superliga em estudo, fornecida pela empresa Eletrometal Metais Especiais, foi laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1.150°C por 30 minutos. As tiras solubilizadas foram soldadas em juntas tipo topo, único passe e sem adição de material, empregando-se os processos de soldagem por fusão TIG (CC^- pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado). Avaliou-se a presença de descontinuidades (trincas de solidificação), carbonetos (Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$) e precipitados intermetálicos tipo $Ni_3(Al,Ti)$ nas regiões dos metais de base, nas zonas termicamente afetadas (ZTA) e nas zonas de fusão (ZF). Caracterizou-se, mecânica e microestruturalmente, a superliga soldada pelos diferentes processos através dos Ensaios Mecânicos de Tração, Microdureza Vickers, Medida do Tamanho Médio de Grão, Microanálise por Espectroscopia de Raios-X e Energia Dispersiva de Elétrons (EDS), e pelas técnicas de Microscopia Óptica e Eletrônica de Varredura (MEV). A soldagem pelo processo Laser pulsado, além de apresentar alta penetração, alta precisão de soldagem e uma menor ZF e ZTA, não provocou reduções no limite de escoamento ($\sigma_{e0,2\%}$), limite de resistência (σ_r) e ductilidade. Os processos de soldagem TIG (CC^- pulsado e não pulsado) e a Arco Plasma transferido reduziram as propriedades mecânicas da superliga.

"EVALUATION AND CHARACTERIZATION OF THE NICKEL BASED SUPERALLOY EMVAC 600 AFTER FUSION WELDING PROCESSES TIG, PLASMA-ARC AND LASER"

Wilson Aparecido Parejo Calvo

ABSTRACT

The Brazilian made nickel-base alloy EMVAC 600 (INCONEL 600) has good mechanical performance and high resistance to corrosion and oxidation at high temperatures. This alloy has been used in the construction of aircrafts and thermoelectric turbines and components for chemical reactors, radiation detectors and nuclear reactors. The superalloy used in this work was produced by the Eletrometal Metais Especiais Company. The material received was cold worked up to 91,2% of thickness reduction and then annealed at 1,150°C for 30 minutes. Annealed pieces were welded, without adding material, in top unions and single pass by the fusion techniques TIG, Plasma-arc and Laser. In the heat-affected zones (HAZ) and welded zones (WZ) discontinuities, due to hot cracking, and precipitations of carbides (Cr_7C_3 and $Cr_{23}C_6$) and intermetallics $Ni_3(Al,Ti)$ type were evaluated. Mechanical and microstructural characterization in the welded material was carried out by Stress-Strain Tests, Vickers Microhardness, Size Grain Measurement, Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy Analysis (EDS) and Optical and Scanning Electronic Microscopy (SEM). The Laser welded EMVAC 600 have shown deep penetration and welded precision, with narrow WZ and HAZ, maintaining the mechanical limit values of $\sigma_{e0,2\%}$, σ_r and its ductility. On the other hand, TIG and Plasma-arc welding processes have produced a reduction of the mechanical proprieties of this superalloy.

SUMÁRIO

Tópicos *Páginas*

- **CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO** 1

- **CAPÍTULO 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA** 6

2.1. Superligas 6
2.2. Soldagem 13
2.2.1. Processo de Soldagem a Arco Tungstênio com Atmosfera Gasosa - TIG 13
2.2.2. Processo de Soldagem a Arco Plasma 15
2.2.3. Processo de Soldagem a Laser 20

- **CAPÍTULO 3 - MÉTODOS EXPERIMENTAIS** 23

3.1. Material Utilizado e Condição Inicial 23
3.2. Técnicas Experimentais Utilizadas 26
3.3. Procedimentos Experimentais 29
3.3.1. Soldagem por Fusão 29
3.3.1.1. Soldagem a Arco Tungstênio com Atmosfera Gasosa - TIG 30
3.3.1.2. Soldagem a Arco Plasma 32
3.3.1.3. Soldagem a Laser 33
3.3.2. Ensaios de Tração 34

3.3.3. Análise por Microscopia Óptica (MO) 36
3.3.4. Ensaios de Microdureza Vickers 37
3.3.5. Medida do Tamanho Médio de Grão 38
3.3.6. Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) 38
3.3.7. Microanálise por Espectroscopia de Raios-X e Energia Dispersiva de Elétrons (EDS) 39

- **CAPÍTULO 4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES** 40

4.1. Ensaios de Tração e Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) 40
4.2. Ensaios de Microdureza Vickers 49
4.3. Análise por Microscopia Óptica (MO) 56
4.4. Medida do Tamanho Médio de Grão 63
4.5. Microanálise por Espectroscopia de Raios-X e Energia Dispersiva de Elétrons (EDS) 65

- **CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES** 71

- **SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS** 74

- **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS** 75

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

As ligas com teor de níquel superior a 30% em peso apresentam alta resistência mecânica, resistência à alta temperatura e à corrosão. Dentre as superligas à base de níquel destaca-se a liga austenítica 76,0%Ni-8,0%Fe-15,5%Cr (INCONEL 600), empregada em estruturas e componentes que trabalham em meios agressivos, exigindo-se alta qualidade nas juntas soldadas [1-4].

As ligas 600 são utilizadas na construção de turbinas de aviões e de termoelétricas, sistemas de refrigeração primários de reatores nucleares do tipo PWR (Pressurized Water Reactor) e BWR (Boiling Water Reactor), reatores químicos, varetas de elemento combustível nuclear em reatores de pesquisa TREAT (Transient Reactor Test Facility), cabos de isolação mineral para instrumentação nuclear e detectores nucleares "in-core" para controle de potência tipo SPND (Self Powered Neutron Detectors), entre outras aplicações [5-10].

Na fabricação, recuperação e manutenção de peças e equipamentos em ligas 600 é necessário a utilização do processo de soldagem. Sua importância caracteriza-se pelo fato de ser aplicado em peças complexas e de difícil usinabilidade, por propiciar flexibilidade de projeto, por reduzir custos de produção

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR/SP IPEN

e fabricação e pela facilidade em ser utilizado no local de instalação do equipamento.

Na união da liga 600 utilizam-se os processos de soldagem por fusão a Arco Tungstênio com Atmosfera Gasosa (TIG=Tungsten Inert Gas/CC⁻ pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado) [11-12]. Para cada método de soldagem empregado, a região que sofre fusão e a zona termicamente afetada estão expostas a ciclos térmicos e transformações metalúrgicas complexas e diferenciadas, que podem induzir deformações, tensões residuais, descontinuidades e mudanças microestruturais, com o possível comprometimento da segurança e qualidade da junta soldada [13-20].

Ao realizar-se a soldagem por fusão, a região soldada é aquecida acima da temperatura de fusão do material. Para isso, a fonte de calor deve apresentar algumas características: a energia da fonte deve ser concentrada, gerar uma potência específica para proporcionar a fusão do local a ser soldado e contrabalançar as perdas de calor para a região vizinha, a qual está fria.

Cada processo de soldagem tem sua distribuição de potência específica típica (figura 1.1). Os processos de soldagem com fonte de calor de feixe focado (Feixe de Elétrons e Laser) têm uma potência específica elevada e são bastante concentrados, quando comparados aos processos TIG, Arco Plasma e Oxigás. A partir da comparação da distribuição da potência específica das fontes de calor têm-se as vantagens e desvantagens dos diferentes processos de soldagem [21].

Para viabilizar a solda, o Processo de Soldagem TIG utiliza o calor produzido pelo arco formado entre o eletrodo não consumível de tungstênio, com ou sem tório, e o metal de base. O gás inerte, como argônio e/ou hélio, é soprado ao redor do arco, a fim de protegê-lo de impurezas e contaminações atmosféricas, que contém oxigênio, hidrogênio e nitrogênio.

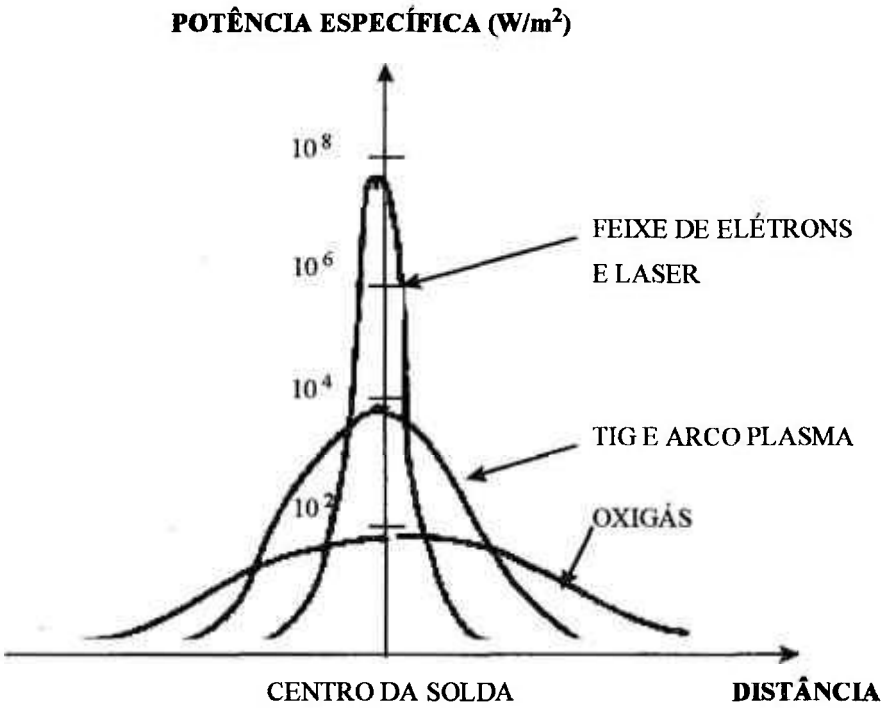


Figura 1.1 - Potência específica em função do processo de soldagem.

A soldagem por TIG é utilizada para executar soldas versáteis de alta qualidade e resistência mecânica, principalmente na soldagem de aços inoxidáveis, alumínio, titânio, cobre, níquel e suas ligas e outros metais não ferrosos. As fontes de energia operam em corrente contínua ou, para materiais que formam óxidos refratários, em corrente alternada.

O Processo de Soldagem a Arco Plasma é um processo de soldagem por fusão, no qual a união entre os metais, ou ligas, é conseguida através da aplicação de calor gerado pelo arco elétrico constrito, obtido entre o eletrodo de tungstênio não consumível e o metal de base (arco transferido) ou entre o eletrodo e o bocal de constricção (arco não transferido). A zona central do arco plasma é constituída pelo gás inerte ionizado (argônio ultra-puro), envolvida juntamente com a poça de fusão

por um ou mais gases inertes de proteção (argônio, hélio ou misturas). Pode-se ou não utilizar metal de adição.

O Processo de Soldagem a Arco Plasma é similar ao Processo TIG, com a exceção ao circuito para abertura do arco e o orifício constrito. A grande vantagem da soldagem a Arco Plasma é a estabilidade direcional do jato plasma. Esta grande estabilidade do jato plasma é função do grau de colimação do arco, força do arco, densidade de energia para a peça e outras características que dependem da corrente do plasma, da forma e diâmetro do orifício e do tipo e fluxo de gás do orifício. A soldagem por Arco Plasma é utilizada para a união de aços carbono, aços inoxidáveis, aços baixa liga, alumínio, cobre, níquel, cobalto, titânio e suas ligas.

A Soldagem por Laser é um processo de soldagem por fusão, no qual a união entre os metais ou ligas, é conseguida através do calor gerado por um feixe de luz potente, monocromático, colimado e coerente, que colide com a junta do metal de base. A fonte de luz é produzida em uma coluna de material sólido, por exemplo, o rubi, ou gasosa, principalmente CO_2.

O sistema Laser pulsado, geralmente coluna sólida, aplica-se na soldagem de cobre, níquel, ferro, alumínio, titânio, nióbio e suas ligas. O sistema Laser contínuo, com coluna gasosa, utiliza-se na soldagem da maioria dos metais, e com cuidados especiais quando tratar-se de cobre, alumínio e suas ligas. É também ideal para soldagem de metais dissimilares, aplicações diversas, tais como, soldagem de componentes eletrônicos e de tubos com costura.

Os objetivos desta dissertação são: implementar os processos e parâmetros de soldagem, efetuar as soldas, avaliar e caracterizar a liga de níquel nacional EMVAC 600 (INCONEL 600) após soldagens por fusão TIG (CC^- pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado). A avaliação foi realizada considerando-se a presença de descontinuidades (trincas de solidificação), carbonetos (Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$) e precipitados intermetálicos $Ni_3(Al,Ti)$ nas regiões dos metais de base, nas zonas termicamente afetadas e nas zonas de fusão. As caracterizações mecânicas e microestruturais das soldas foram feitas pelos Ensaios Mecânicos de Tração, Microdureza Vickers, Medida do Tamanho Médio de Grão, Microanálise por Espectroscopia de Raios-X e Energia Dispersiva de Elétrons (EDS), e pelas técnicas de Microscopia Óptica e Eletrônica de Varredura (MEV).

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. SUPERLIGAS

As superligas são ligas à base de níquel, níquel-ferro e cobalto, geralmente usadas em temperaturas acima de 538°C. Ferro, cobalto e níquel são metais de transição, com posições consecutivas na tabela periódica dos elementos químicos e são encontrados em depósitos na crosta terrestre. O custo da matéria prima afeta o preço final, mas o aspecto predominante é o custo de processamento. Consequentemente, embora o cobalto tenha um custo da matéria prima maior que o do níquel, as ligas de níquel são frequentemente mais caras, em função do custo dos elementos de liga e do uso de técnicas mais sofisticadas no processamento. Dependendo da aplicação e da composição química, as superligas podem ser forjadas, fundidas ou laminadas e as estruturas fabricadas unidas por soldagem ou brasagem [1].

As superligas à base de níquel, as quais contém mais que 30% de níquel, são materiais largamente utilizados em aplicações que requerem alta resistência mecânica, resistência à temperaturas elevadas e a corrosão, propriedades estas superiores às dos aços inoxidáveis e às dos aços de baixa liga. As ligas à base de níquel podem ser classificadas como ligas níquel-cobre (Monel), ligas níquel-molibdênio, ligas níquel-cromo-ferro (Inconel), ligas níquel-ferro-cromo-molibdênio (Incaloy), ligas níquel-cromo-molibdênio-tungstênio, ligas níquel-silício e ligas endurecidas por precipitação. As séries de ligas Inconel 600 são ligas austeníticas à base de níquel, as quais contêm 72% Ni (no mínimo), 14%-17% Cr e 6%-9% Fe. A presença de pequenas quantidades de alumínio, titânio, nióbio, molibdênio e tungstênio aumentam a resistência mecânica e a resistência à corrosão [1-4].

O níquel e as ligas de níquel são de importância vital na indústria moderna, por sua capacidade de utilização em meios corrosivos, altas temperaturas, altas tensões e as combinações destes fatores. O níquel é uma base ideal para tais ligas, por apresentar estrutura cúbica de face centrada (CFC), tornando-as dúctil e maleável. O átomo de níquel, próximo de completar o subnível eletrônico 3d, pode receber vários elementos de liga, formando fases estáveis e propiciando o desenvolvimento de ligas especiais. As superligas consistem de uma matriz austenítica cúbica de face centrada (fase γ) e de várias fases secundárias. As principais fases secundárias são carbonetos do tipo MC, $M_{23}C_6$, M_6C e M_7C_3 (M é o metal presente) e, nas superligas a base de níquel e níquel-ferro, precipitados intermetálicos coerentes CFC do tipo $Ni_3(Al,Ti)$ (fase γ'). As fases σ, μ e de Laves são encontradas em superligas à base de níquel em longos tempos de exposição à temperaturas elevadas [1,2,22,23].

Nas superligas à base de níquel, a matriz (fase γ) é uma solução sólida de elementos de liga no níquel e sua resistência mecânica provém do endurecimento por precipitação de carbonetos e de fases intermetálicas γ' na matriz. Dependendo do tipo e da morfologia, os carbonetos estabilizam a estrutura durante a deformação

em temperaturas elevadas pela formação de carbonetos em contorno de grão, melhorando as propriedades à fluência [1,2].

As principais variáveis microestruturais nas superligas são a quantidade de precipitados e sua morfologia, o tamanho e a forma do grão e a distribuição de carbonetos. As superligas reagem com o oxigênio e a oxidação é o principal efeito ambiental. Em temperaturas até 870°C a oxidação é uniforme, mas acima de 900°C as ligas são severamente atacadas pelo oxigênio. O nível de resistência à oxidação em temperaturas abaixo de 980°C é função do teor de cromo, o qual forma um óxido protetor (Cr_2O_3). Acima de 980°C, o cromo e o alumínio, formando óxidos protetores (Al_2O_3 e Cr_2O_3), contribuem de maneira interativa na proteção contra a oxidação. As superligas fundidas em vácuo apresentam baixos teores de O_2 e N_2 intersticiais, reduzindo o nível de impurezas, escórias e inclusões formadas pela combinação destes gases com os metais reativos: alumínio e titânio. As superligas à base de níquel fundidas ao ar possuem menor tensão de ruptura e principalmente menor alongamento, comparado às fundidas em vácuo.

A superliga EMVAC 600 apresenta matriz austenítica (CFC), fase γ e várias fases secundárias (carbonetos e precipitados intermetálicos). Para as superligas obterem alta resistência mecânica e resistência à fluência, os elementos de liga devem produzir uma microestrutura coesa e estável em altas temperaturas. Os mecanismos de endurecimento da liga INCONEL 600, similar à nacional EMVAC 600, a temperaturas elevadas são por solução sólida com os metais refratários solúveis (molibdênio e tungstênio), pela dispersão de carbonetos (predominantemente CFC: Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$) e pelos precipitados intermetálicos coerentes CFC tipo $Ni_3(Al,Ti)$, fase γ', descritos a seguir [1,2,24-26]:

- ***Endurecimento por Solução Sólida***: grandes adições de cromo, molibdênio e tungstênio e pequenas adições de tântalo, zircônio, nióbio e boro produzem o

endurecimento por solução sólida nas superligas. As superligas endurecidas por solução sólida são estáveis a altas temperaturas e consequentemente resistentes à fluência, não apresentando efeitos metalúrgicos catastróficos. Existem dois tipos de solução sólida: intersticial e substitucional. A introdução de átomos de soluto em solução sólida numa rede de átomos solventes produz um aumento na resistência mecânica do material. O endurecimento da liga varia diretamente com a distorção do parâmetro de rede, além da valência relativa do soluto e do solvente. Uma das razões para o endurecimento da superliga é a mudança no mecanismo de encruamento (largura da discordância, interação, arranjo, densidade, etc). As interações diretas entre os átomos de soluto e as discordâncias são responsáveis pelos mecanismos de endurecimento por solução sólida e podem ser divididos em dois grupos: ancoramento de discordâncias e interação de discordâncias.

- ***Dispersão de Carbonetos:*** todas as superligas contém pequenas quantidades de carbono que se combina com os elementos de liga, produzindo-se uma rede de precipitados finos e estáveis nos contornos de grão. Os carbonetos comportam-se como barreiras, interferindo no movimento das discordâncias. Os possíveis carbonetos presentes nas superligas são o TiC, BC, ZrC, TaC, Cr_7C_3, $Cr_{23}C_6$, Mo_6C, W_6C e outros carbonetos complexos. Nestes sistemas, o endurecimento tem origem nas interações das discordâncias com os cabonetos ou com a fase dispersa. Esta interação depende das dimensões do precipitado, da sua resistência, do espaçamento e da fração presente.

- ***Precipitação de Fases Intermetálicas:*** as superligas de níquel e níquel-ferro, as quais contém alumínio e titânio, formam precipitados finos coerentes γ' [Ni_3 (Al,Ti)] dispersos na matriz durante o envelhecimento da superliga. Estes precipitados γ' elevam a resistência mecânica e a resistência à fluência da superliga, mesmo em altas temperaturas.

As superligas podem ser fabricadas pelo processo de fundição, laminação, extrusão, forjamento e metalurgia do pó. Podem ser produzidas na forma de chapas, barras, lâminas, tubulações, foles metálicos e discos. As superligas de níquel são empregadas em processos químicos, na água doce e do mar, na atmosfera, na indústria de papel e celulose, transporte de gás desulfurizado e fermentado, sais fundidos, fabricação de equipamentos para aquecimento e tratamentos térmicos, geração de eletricidade, indústrias petroquímicas e refinarias de petróleo, indústria farmacêutica, indústria automobilística, indústria aeroespacial (revestimentos e componentes estruturais), turbinas a gás (industrial e marítima) e no ciclo do combustível nuclear.

As superligas à base de níquel (EMVAC 600) e níquel-ferro possuem menor soldabilidade que as superligas à base de cobalto. A presença das fases intermetálicas $\gamma'[Ni_3(Al,Ti)]$ precipitadas aumenta a resistência mecânica da liga de níquel, 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 (figura 2.1). A susceptibilidade às trincas de solidificação está associada ao teor de alumínio e titânio na liga, formando precipitados intermetálicos tipo $Ni_3(Al,Ti)$ (fase γ') (figura 2.2) [1,2].

As trincas de solidificação formam-se na ZF durante a solidificação da poça metálica, seguindo os contornos dendríticos, sendo, portanto, intergranulares. Elas podem estar presentes em todos os processos de soldagem por fusão e são resultantes dos efeitos combinados das condições de solidificação, principalmente na rejeição de solutos de baixo ponto de fusão (fósforo e enxofre) e tensão imposta a solda na soldagem da liga [1,27,28].

As trincas de reaquecimento podem provocar microfissuras subsuperficiais nas ZTA, difíceis de serem detectadas, reduzindo-se principalmente o limite de resistência à fadiga do material. Elas ocorrem pelo efeito combinado da fragilização e deformação e são essencialmente intergranulares. Os fatores que as influenciam são: composição química, microestrutura da ZTA, alto nível de tensão residual associado ao grau de triaxilidade e temperatura na faixa de relaxação de deformação ou fluência [1,27].

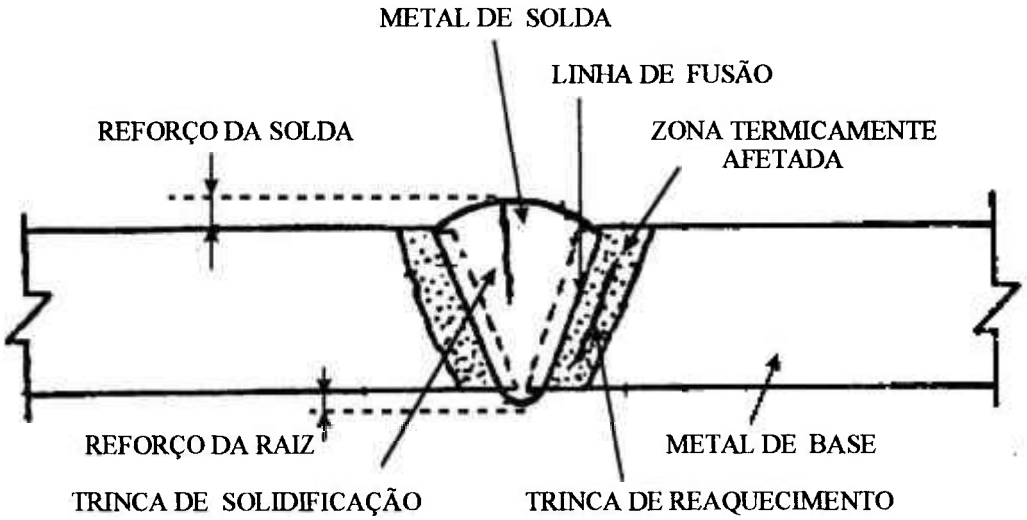


Figura 2.1 - Zonas de uma junta soldada com as descontinuidades: trinca de solidificação e trinca de reaquecimento.

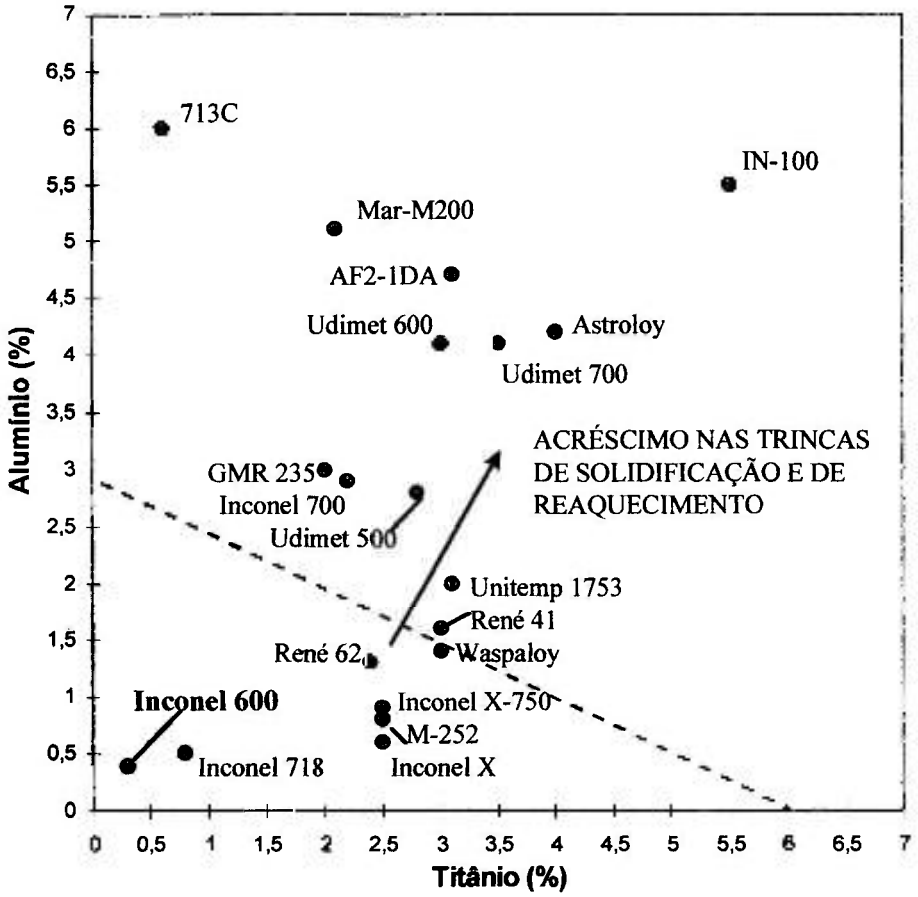


Figura 2.2 - Soldabilidade das superligas à base de níquel em função dos teores de alumínio e titânio (% em peso), formadores dos precipitados intermetálicos tipo $Ni_3(Al,Ti)$, fase γ'.

As superligas a base de níquel tem sido soldadas pelos processos por fusão: a Arco Tungstênio com Atmosfera Gasosa (TIG), a Arco Plasma, Feixe de Elétrons e Laser. Para minimizar ou evitar as trincas de solidificação e as de reaquecimento, no tratamento térmico de endurecimento ou em serviço a altas temperaturas, deve ser realizado um tratamento térmico de solubilização antes da soldagem e uma escolha adequada do processo e dos parâmetros de soldagem.

2.2. SOLDAGEM

2.2.1. PROCESSO DE SOLDAGEM A ARCO TUNGSTÊNIO COM ATMOSFERA GASOSA - TIG

O Processo de Soldagem TIG (Tungsten Inert Gas) utiliza o calor produzido pelo arco formado entre um eletrodo não consumível de tungstênio e o metal de base, para viabilizar uma solda. A soldagem pode ser feita com ou sem metal de adição e pode ser manual ou automática. Um gás inerte, como o argônio, é soprado ao redor do arco elétrico, a fim de protegê-lo de sujeiras e contaminações pelo ar atmosférico que contém oxigênio, hidrogênio e nitrogênio (figura 2.3).

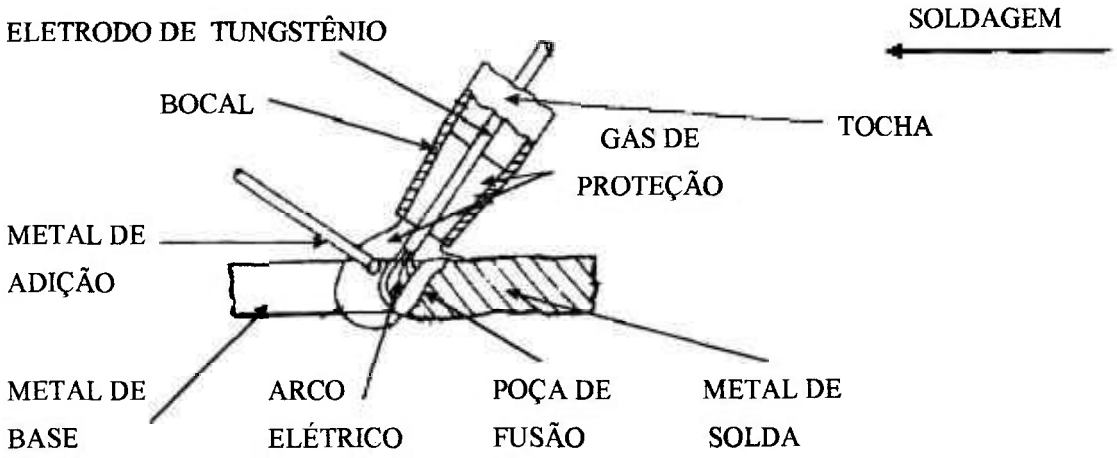


Figura 2.3 - Processo de soldagem TIG.

Este processo tem sido utilizado na execução de soldas de alta qualidade e resistência mecânica, principalmente na soldagem de aços inoxidáveis, ligas de níquel, alumínio, magnésio, titânio, cobre e muitos outros metais não ferrosos. Outra utilização deste método é para corte de metais, sendo que neste caso utiliza-se fonte de corrente contínua de polaridade direta com eletrodo negativo (CC^-) e mistura de gases (argônio e hidrogênio), por não haver necessidade de proteger a região de corte [29-32].

O processo de soldagem TIG é adequado para materiais com espessuras finas, em função do excelente controle da fonte de energia e é aplicado no passe de raiz em tubulações, especialmente aquelas para aplicações críticas. As limitações do processo são: não é aplicável em chapas com espessuras maiores que 50mm; baixa produção, proveniente da baixa taxa de deposição (0,2 a 1,3kg/h); possibilidade de inclusão de tungstênio na solda e emissão intensa de radiação ultravioleta.

O Processo de Soldagem TIG é usualmente um processo manual, mas pode ser mecanizado e mesmo automatizado. O seu equipamento consiste: porta eletrodo com passagem de gás, bico para direcionar o gás protetor ao redor do arco e mecanismo de garra para energizar e conter o eletrodo de tungstênio; suprimento de gás protetor com fluxômetro e regulador de pressão; fonte de energia, e, se a tocha é refrigerada a água, sistema de refrigeração (figura 2.4).

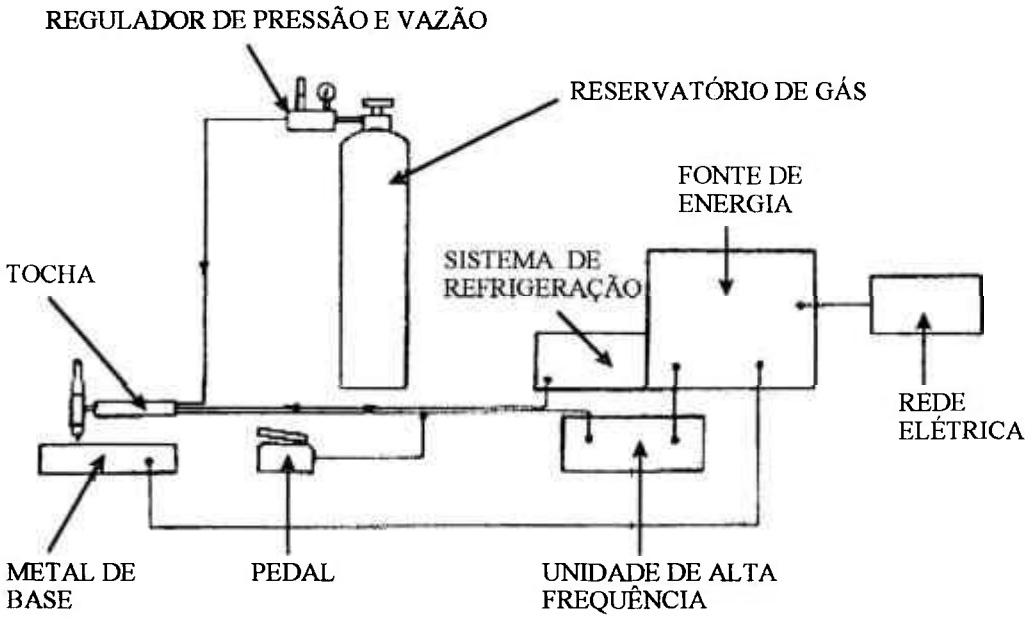


Figura 2.4 - Esquema simplificado dos equipamentos necessários no processo de soldagem TIG.

2.2.2. PROCESSO DE SOLDAGEM A ARCO PLASMA

O Processo de Soldagem a Arco Plasma é uma extensão do processo de soldagem TIG, onde a coluna do arco elétrico sofre uma constrição, obtida pela passagem do arco através de um orifício de diâmetro reduzido e de parede fria (cobre refrigerado a água). Em ambos os processos têm-se o plasma (coluna de gás ionizado), estando a diferença básica no bocal de constrição do arco e na existência de um arco piloto para a abertura do arco principal, presente no processo plasma (figura 2.5).

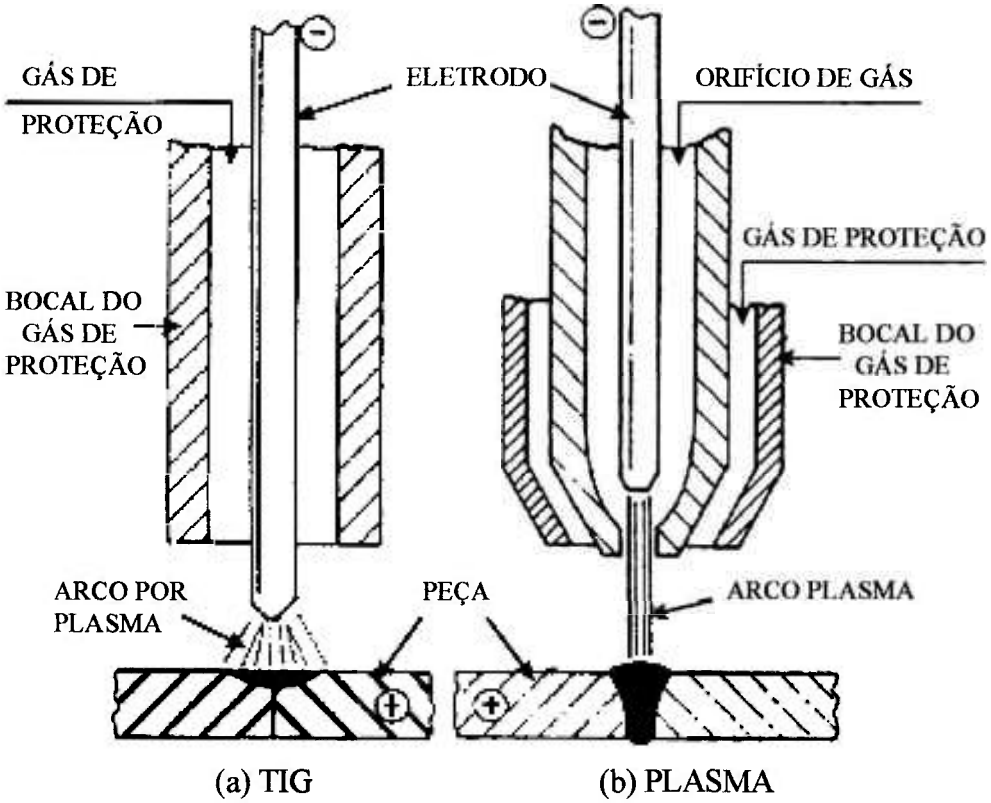


Figura 2.5 - Comparação entre os processos de soldagem: (a) TIG e (b) Arco Plasma.

No processo TIG o eletrodo estende-se para fora do bocal e permite a visualização completa do arco na forma de cone. A área da base do cone, o qual se projeta sobre a superfície da peça a ser soldada, varia com a distância do eletrodo de tungstênio à peça: pequenas mudanças no comprimento do arco elétrico produzem variações relativamente grandes na taxa de calor transferida para a peça por unidade de área. No processo de soldagem a Arco Plasma, o eletrodo é alojado no interior do bocal de constrição. O arco é colimado e focalizado por esse bocal e é projetado em uma área relativamente pequena sobre a peça a ser soldada. A coluna do arco, a qual emerge do bocal, pode ser considerada na forma cilíndrica e não ocorre variação da área projetada pelo arco dentro de certos limites do comprimento do arco.

A constrição do arco no Processo de Soldagem a Arco Plasma possibilita uma alta estabilidade do arco, grandes densidades de corrente e, consequentemente, grande concentração de energia, altas densidades de corrente, resultando em altas temperaturas na coluna do arco e um melhor controle sobre a energia do arco. O grau de colimação, a força do arco e a densidade de energia sobre a peça a ser soldada são funções das seguintes variáveis: intensidade de corrente do plasma, forma e diâmetro do orifício de constrição, tipo de gás do arco de plasma e vazão do gás. Ajustando-se estas variáveis, pode-se utilizar o Arco Plasma para o corte ou para a soldagem de metais [11,12,29].

No Processo de Soldagem a Arco Plasma utilizam-se dois tipos de arco: transferido e não transferido (figura 2.6). No arco transferido, utilizado na soldagem da liga nacional EMVAC 600, a peça a ser soldada é parte integrante do circuito elétrico, sendo o arco transferido do eletrodo para a peça: a taxa de transferência de energia para a peça é maior, pela influência da mancha anódica em sua superfície (bombardeamento de elétrons) e do jato plasma incidente. No arco não transferido, utilizado para corte e união de peças não condutoras, o calor gerado sobre a peça a ser soldada é obtido somente pelo jato de plasma que atravessa o orifício da boca de constrição e a peça não faz parte do circuito elétrico do arco.

As vantagens do Processo de Soldagem a Arco Plasma são: estabilidade direcional e focal do arco plasma pela sua constrição e colimação; confinamento do eletrodo de tungstênio, proporcionando-lhe uma maior duração, reduzindo a possibilidade de inclusão de tungstênio na solda; permite a técnica de soldagem do tipo buraco de fechadura (*key hole*), proporcionando uma completa penetração, uniformidade da solda, uma menor zona termicamente afetada e menor tempo para a fragilização de aços inoxídaveis e superligas; menor tempo de preparação das juntas, número de passes de soldagem e de material de adição comparado ao processo TIG; a presença do arco piloto permite o posicionamento preciso da tocha e a abertura instantânea do arco de soldagem. As limitações do processo são: não aplicável em chapas mais espessas (maiores que 25mm); requer do operador

maior conhecimento do processo, comparado ao processo TIG; tocha mais complexa, onde o eletrodo de tungstênio requer configuração e posicionamento precisos, e a seleção correta do diâmetro do bocal de constrição e da vazão do gás de plasma e de proteção.

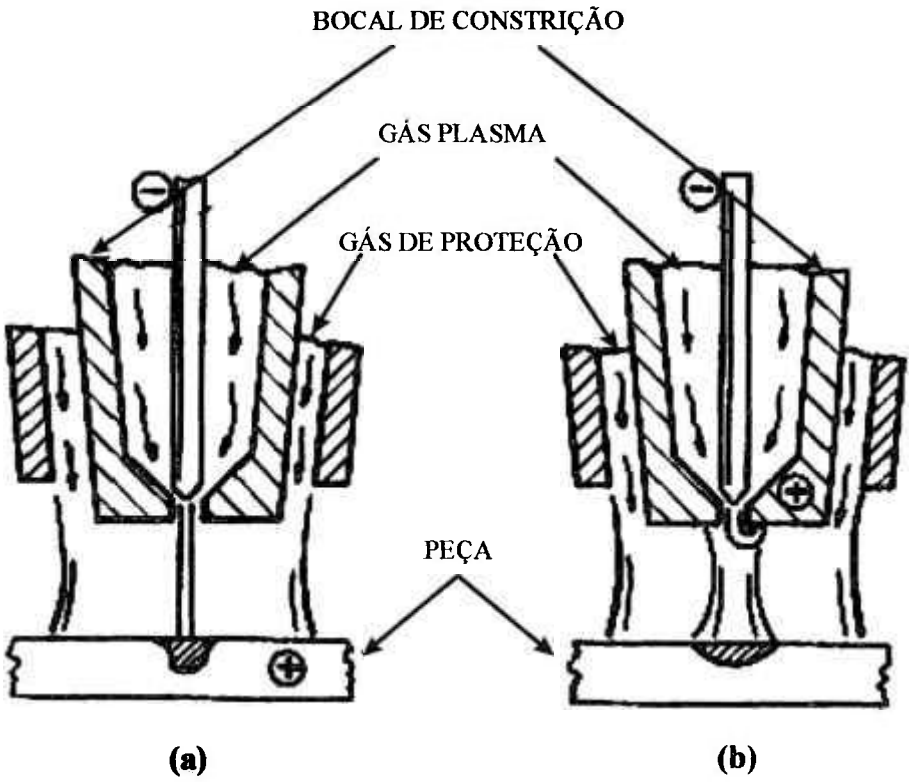


Figura 2.6 - Formas de transferência do Arco Plasma: (a) transferido e (b) não transferido.

A Soldagem a Arco Plasma pode ser manual ou automatizada. O equipamento básico para a soldagem com plasma consiste de uma tocha, fonte de energia, painel de controle, cilindros de gases de plasma e de proteção, circuito de água de refrigeração, controle remoto de corrente de soldagem e chave de início e final de soldagem (figura 2.7). O Processo de Soldagem a Arco Plasma é utilizado para a união da maioria dos metais comumente soldados pelo Processo TIG:

aços carbono e inoxidáveis, ligas de cobre, níquel, cobalto, titânio, magnésio e zircônio, aços resistentes à corrosão a base de cromo e ligas cromo-níquel. A soldagem de alumínio e suas ligas pode ser realizada com corrente contínua de polaridade reversa e eletrodo positivo (CC^+) ou com corrente alternada.

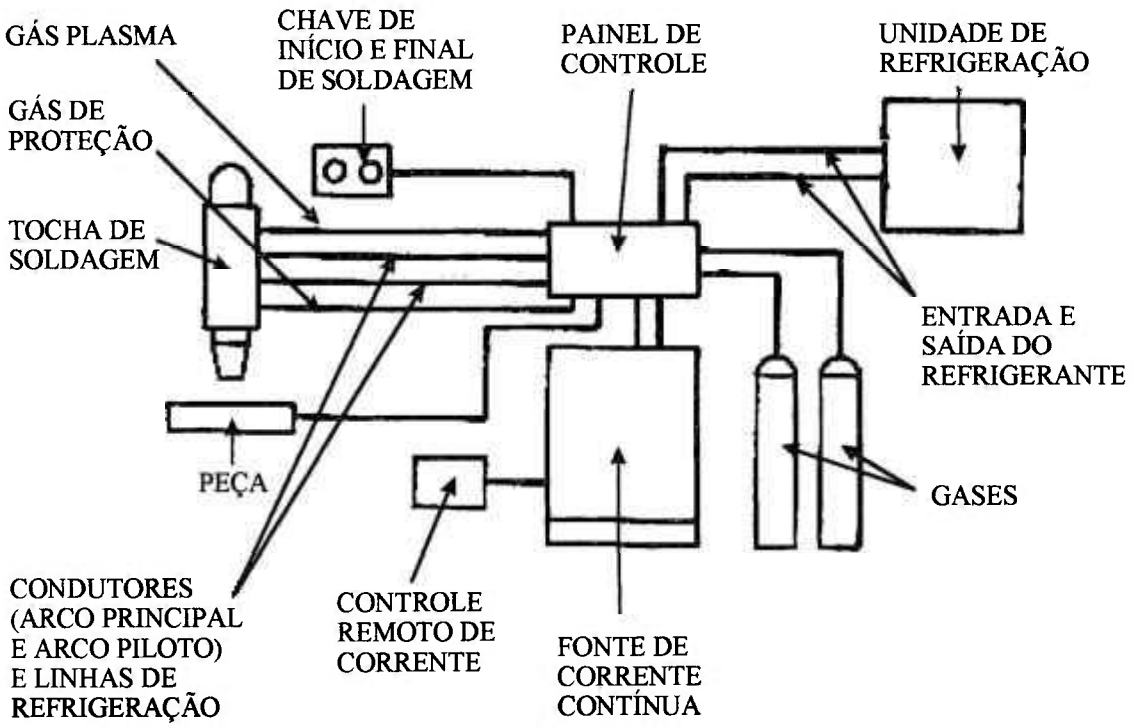


Figura 2.7 - Esquema simplificado dos equipamentos necessários no processo de soldagem a Arco Plasma.

2.2.3. PROCESSO DE SOLDAGEM A LASER

A Soldagem por Laser é um processo de união que produz a coalescência dos materiais através do calor obtido pela aplicação de um feixe de luz (fótons) coerente concentrado e direcional sobre as superfícies a serem soldadas. O Laser é uma fonte de energia térmica precisamente controlada, tanto em intensidade como em posicionamento. Na soldagem, o feixe de laser é focalizado em um pequeno ponto para produzir uma alta densidade de potência, suficiente para fundir o metal e, no caso de soldas de alta penetração, vaporizá-lo em parte. Com a solidificação do metal, forma-se a zona de fusão na solda (figura 2.8). O laser é transmitido através do ar ao longo de apreciáveis distâncias, sem sérias atenuações de potência ou degradações [11,12,29].

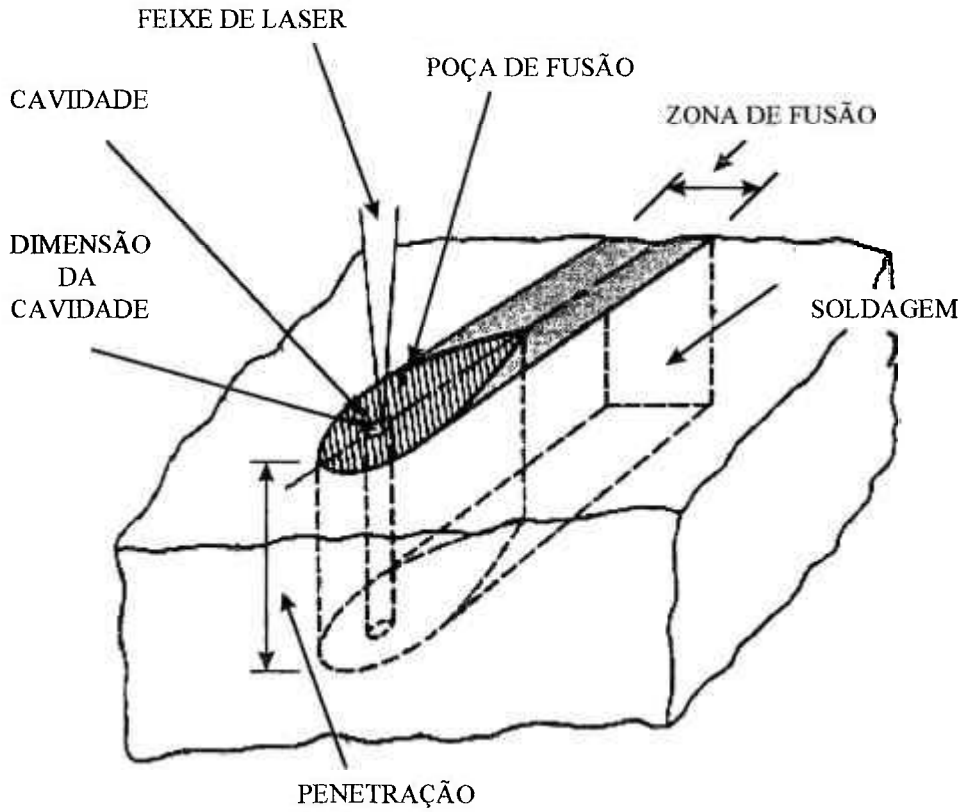


Figura 2.8 - Processo de soldagem a Laser.

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR/SP IPEN

Os lasers industriais mais empregados em soldagem e corte são os gerados por uma mistura gasosa contendo CO_2 e os gerados por YAG (*yttrium aluminum garnet* - $Y_3Al_5O_{12}$) no estado sólido. Os equipamentos de soldagem a Laser podem ser: de alta potência de CO_2 (1,5 a 20kW), de potência moderada de CO_2 (1,5kW) ou de YAG (2kW) e os pulsados de Nd:YAG, Nd:glass ou Rubi com 100J/pulso. O comprimento de onda característico do Laser pulsado de YAG no estado sólido, dopado com íons de Nd^{+++} (Nd:YAG), é de 1,06μm. O seu esquema simplificado encontra-se na figura 2.9.

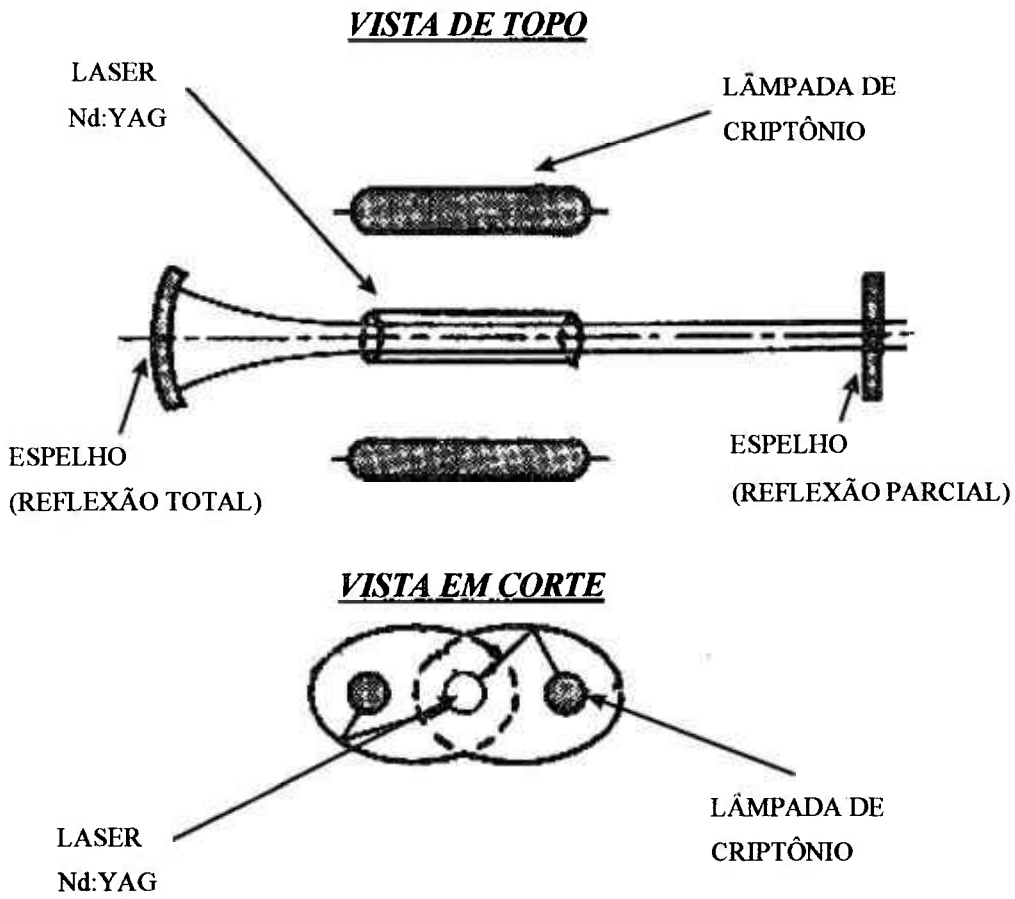


Figura 2.9 - Esquema simplificado do Laser pulsado de YAG (*yttrium aluminum garnet* - $Y_3Al_5O_{12}$) no estado sólido, dopado com íons de Nd^{+++} (Nd:YAG).

O processo de soldagem a Laser pode ser utilizado em aços inoxidáveis, aços de baixo e médio teor de carbono, aços de alta resistência e baixa liga, ligas de titânio, cobre, alumínio, tântalo e níquel, zircalloy, monel e inconel. As variáveis do processo de soldagem por Laser são: velocidade de soldagem, potência do feixe, energia de soldagem, distância focal e o período do pulso.

As vantagens do processo de soldagem Laser são: não necessita vácuo em relação à soldagem por Feixe de Elétrons; permite a transmissão do feixe a longas distâncias; não é influenciado por campos magnéticos; não produz raios-X; permite a soldagem em lugares de difícil acesso; pode ser utilizado para cortar 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 zona termicamente afetada (ZTA) e uma deformação mínima da peça. As limitações do processo são: baixa eficiência (8%); dificuldade para mudar o ponto focal; baixa potência do equipamento; proteção do operador contra os efeitos do feixe de laser; espessura máxima para corte ou soldagem de 24mm e problemas de soldagem com metais que refletem o feixe.

Na indústria automobilística, comparou-se o processo de soldagem a Laser com o Feixe de Elétrons, relacionando-se o custo do investimento em função da potência. Concluiu-se que, nas chapas finas, com espessura inferior a 3mm e que necessitam potência de 1,5kW, o processo de soldagem a Laser sobressai-se. Nas chapas com espessuras maiores que 6mm, as quais necessitam potência de 5kW, o processo por Feixe de Elétrons sobressai-se. Em chapas com espessura entre 3mm e 6mm os dois processos de soldagem são bastante competitivos e necessita-se estudo econômico mais detalhado para definir a melhor solução recomendada [29].

CAPÍTULO 3

MÉTODOS EXPERIMENTAIS

3.1. MATERIAL UTILIZADO E CONDIÇÃO INICIAL

a) Material

O material em estudo, EMVAC 600 (INCONEL 600 ou UNS NO6600), fabricado pela empresa Eletrometal Metais Especiais, apresentava-se na forma de barra de 15,83mm de diâmetro por 2,5m de comprimento. Ele encontrava-se no estado recozido e fazia parte da corrida número 183515. A composição química pode ser vista na tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Composição química da liga nacional EMVAC 600, através de análise feita por Fluorescência de Raios-X, Espectrografia de Emissão e Gases.

ELEMENTO QUÍMICO	COMPOSIÇÃO (% em peso)
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

b) Laminação

A barra foi laminada a frio, em laminador industrial STANAT TA-315-5x8, série 14.187, a uma taxa de deformação de 0,31mm por passe. Ao obter-se a seção quadrada de 11,5mm (27,4% de redução em espessura), recozeu-se o material em forno tipo mufla PYRO WALTZ NF105 a 850°C por 1 hora, seguido de têmpera em água. Laminou-se a frio o material em etapas sucessivas até a espessura final de aproximadamente 1,4mm (91,2% de redução em espessura) e largura de 14mm.

c) Solubilização

Após a laminação, cortaram-se as amostras com 110mm de comprimento. Fez-se os tratamentos térmicos de solubilização em forno horizontal, marca ECIL, tipo TAT, a uma temperatura de 1.150°C durante 30 minutos, seguido de têmpera em água. Para evitar oxidação, as amostras foram aquecidas em vácuo dinâmico a $2,7x10^{-5}$mbar , em tubo de quartzo e sistema Diffstak marca EDWARDS.

Nestas condições de tempo e temperatura, têm-se a ausência de precipitados e defeitos cristalinos (Rede de Frank), evidenciando-se a solubilização e a recristalização da liga nacional EMVAC 600. Isto pode ser comprovado pelo Diagrama de Transformação Tempo Temperatura (TTT) e pela variação no tempo de tratamento térmico. Aumentando-se o tempo de 10 a 30 minutos, não há praticamente variações nos valores de Microdureza Vickers, Resistência Mecânica e Tamanho Médio de Grão [33].

3.2. TÉCNICAS EXPERIMENTAIS UTILIZADAS

As técnicas utilizadas para a avaliação e caracterização das amostras da liga EMVAC 600, após processos de soldagem por fusão TIG, Arco Plasma e Laser foram: Ensaios Mecânicos de Tração, Medida do Tamanho Médio de Grão, Microdureza Vickers, Microanálise por Espectroscopia de Raios-X e Energia Dispersiva de Elétrons (EDS), Microscopia Óptica e Eletrônica de Varredura (figuras 3.1 e 3.2).

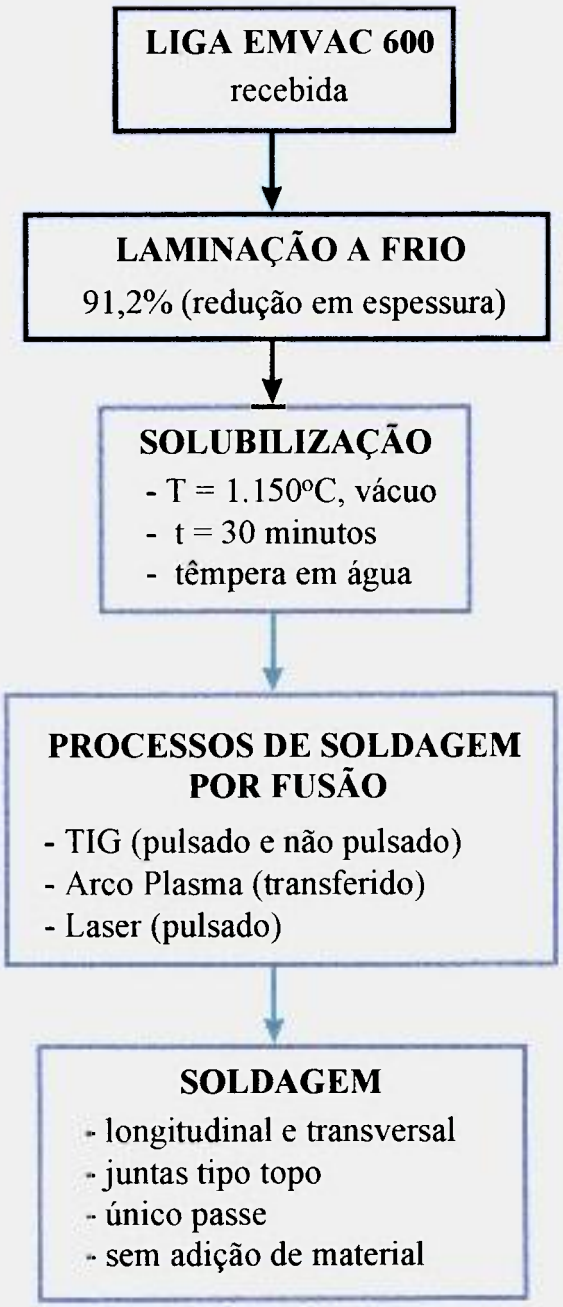


Figura 3.1 - Diagrama esquemático do procedimento experimental de soldagem da liga nacional EMVAC 600 pelos processos TIG (CC^- pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado).

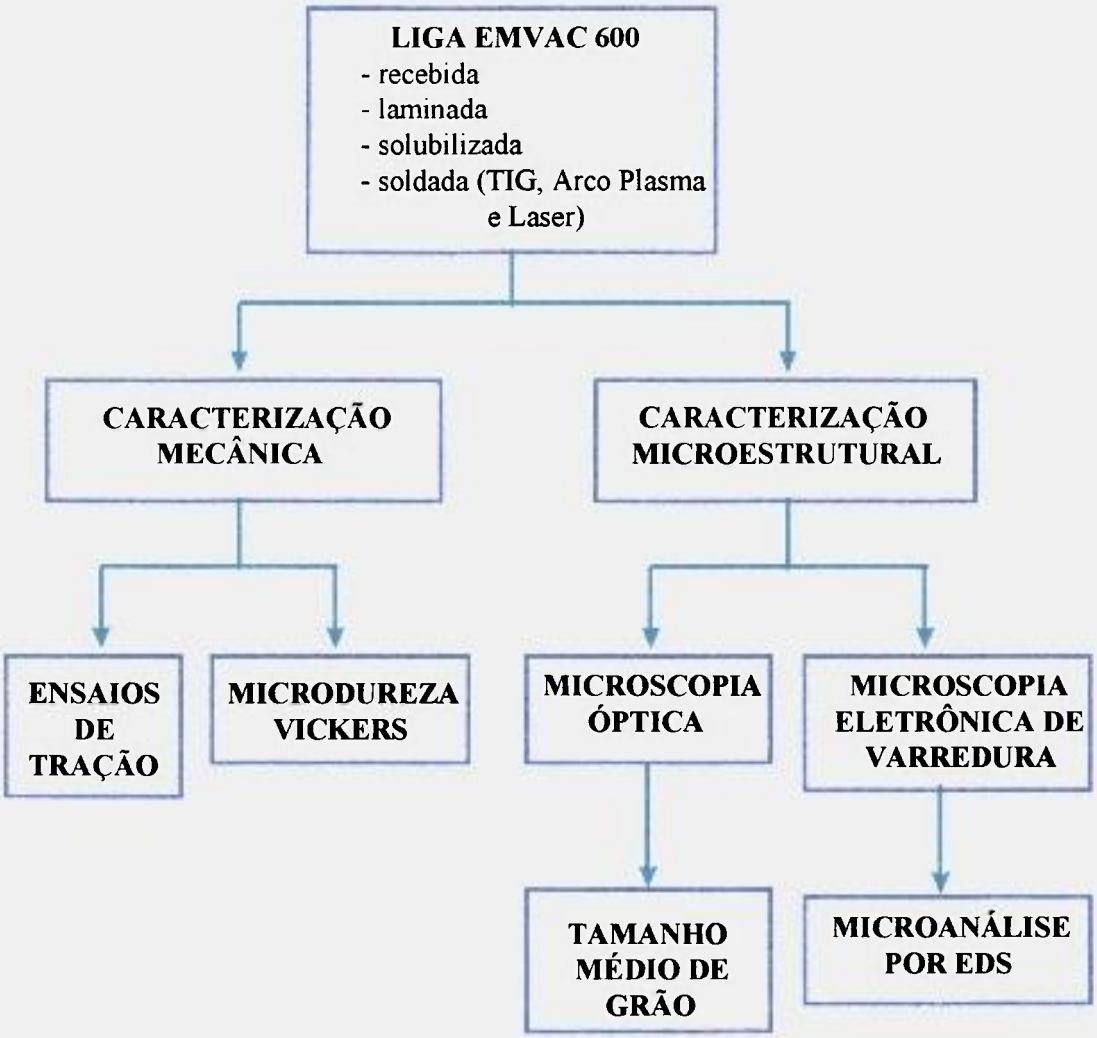


Figura 3.2 - Diagrama esquemático de avaliação e caracterização da liga nacional EMVAC 600 soldada pelos processos TIG (CC^- pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado).

3.3. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

3.3.1. SOLDAGEM POR FUSÃO

O material laminado e solubilizado foi lixado até grana 600 e desengraxado com acetona. As amostras com 110x14x1,4mm foram posicionadas e fixadas mecanicamente sobre uma placa de cobre, utilizada como dissipador de calor. Iniciaram-se as soldagens da liga EMVAC 600, no sentido longitudinal e transversal à direção de laminação, em juntas tipo topo, único passe e sem adição de material. Os processos de soldagem por fusão empregados foram: Arco Tungstênio com Atmosfera Gasosa (TIG/CC$^-$ pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado). Os processos, os procedimentos e os parâmetros de soldagem, juntamente com a geometria da junta de solda foram os recomendados pela literatura em função da espessura e do tipo de material soldado [12].

3.3.1.1. Soldagem a Arco Tungstênio com Atmosfera Gasosa (TIG)

Na Soldagem pelo Processo TIG, utilizou-se equipamento marca ESAB-OXIPLASMA, modelo TA 300 AC/DC, corrente máxima de 300A. As soldagens foram manuais, em corrente contínua polaridade direta (CC^-), pulsada e não pulsada, com ângulo de trabalho de 90° e com ângulo de deslocamento de 75° (figura 3.3). O arco foi aberto por alta frequência e com ângulo de deslocamento de 60° (tabela 3.2).

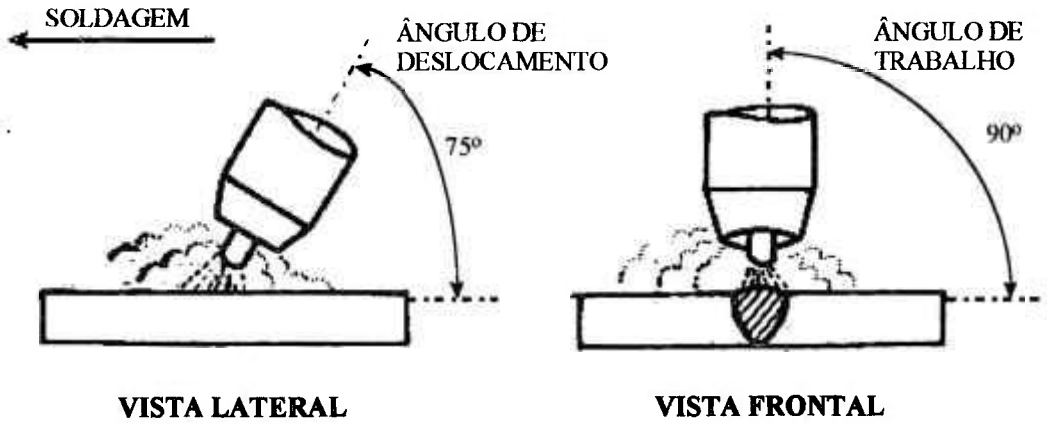


Figura 3.3 - Ângulo de deslocamento e ângulo de trabalho na soldagem sem adição pelo processo TIG.

Tabela 3.2 - Parâmetros operacionais para soldagem da liga nacional EMVAC 600 pelo processo TIG (CC^- pulsado e não pulsado).

SOLDAGEM TIG	PARÂMETROS	VALORES
Corrente Contínua (CC^-)	corrente tensão velocidade distância do arco eletrodo gás de proteção	40 A 7 V 2,3 mm/s 3 mm W-2%Th; ∅=1,6 mm Ar (SB); 8 L/min
Corrente Contínua Pulsada (CC^-)	corrente máxima corrente mínima 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; ∅=1,6 mm Ar (SB); 8 L/min

3.3.1.2. Soldagem a Arco Plasma

Na Soldagem a Arco Plasma transferido, utilizou-se equipamento marca SÉCHERON, modelo Plasmafix 50E, corrente máxima de 50A. As soldagens foram manuais, em corrente contínua, com ângulo de trabalho de 90° e com ângulo de deslocamento de 60° (tabela 3.3).

Tabela 3.3 - Parâmetros operacionais para soldagem da liga nacional EMVAC 600 pelo processo Arco Plasma (transferido).

PARÂMETROS	VALORES
corrente de solda	30 A
corrente piloto	5 A
velocidade	2,5 mm/s
distância do arco	4 mm
eletrodo	W-2%Th; ∅=1,0 mm
furo do bocal (Cu)	∅=1,5 mm
gás de proteção	Ar (S); 10 L/min
gás do plasma	Ar (U); 0,2 L/min

3.3.1.3. Soldagem a Laser

Na soldagem a Laser pulsado, utilizou-se equipamento marca LASAG, potência máxima de 200W. As soldagens foram automáticas, com feixe de luz de energia pulsada e o laser gerado por um cristal de YAG (*yttrium aluminum garnet* - $Y_3Al_5O_{12}$), dopado com íons de Nd^{+++} (Nd:YAG). O ângulo de trabalho e o de deslocamento na soldagem foram de 90° (tabela 3.4).

Tabela 3.4 - Parâmetros operacionais para soldagem da liga nacional EMVAC 600 pelo processo Laser (pulsado).

PARÂMETROS	VALORES
potência	164 W
energia	8,2 J
período do pulso	6 ms
frequência	20 Hz
velocidade	2,5 mm/s
distância focal	zero (focado)
gás de proteção	N (S); 0,5 bar

3.3.2. ENSAIOS DE TRAÇÃO

Com os materias laminados, os solubilizados e os soldados pelos processos TIG em corrente contínua polaridade direta (CC^-), pulsado e não pulsado, Arco Plasma transferido e Laser pulsado, fez-se a usinagem (fresagem e retífica) dos corpos de prova tipo "sub-size" apropriados aos ensaios de tração, segundo norma ASTM E-8 (figura 3.4). A escolha pelas amostras tipo "sub-size" foi em função dos parâmetros nos processos de soldagem [12,34].

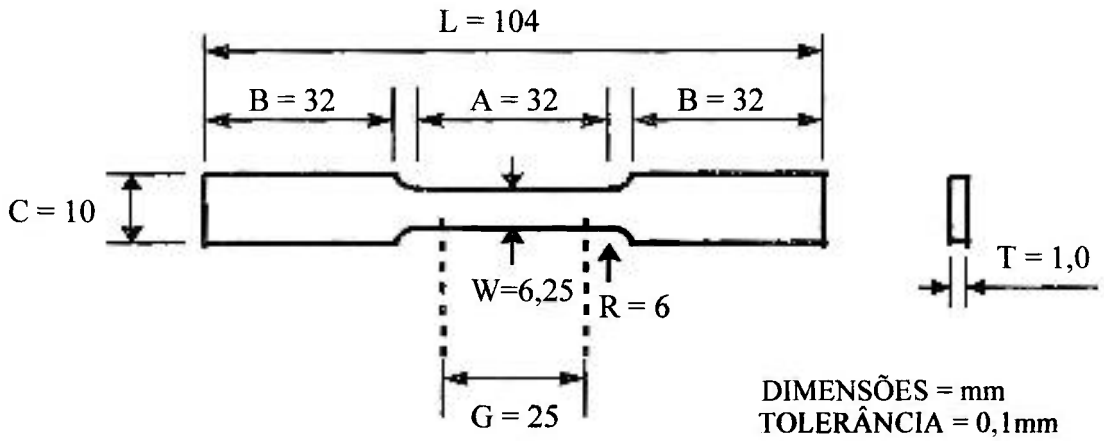


Figura 3.4 - Desenho esquemático dos corpos de prova tipo "sub-size" para os Ensaios de Tração.

Os ensaios de tração foram realizados em Máquina Universal de Ensaios Instron, modelo 1125, à temperatura ambiente. Os parâmetros de ensaio foram: velocidade da ponte de 0,2 mm/min e de 10 mm/min após o limite de escoamento do material; velocidade do papel de 10 mm/min; célula de carga de 10 toneladas e fundo de escala de 1 tonelada. Foram ensaiados no mínimo 3 (três) corpos de prova

do material para cada condição: laminado, solubilizado e soldado no sentido longitudinal e transversal à direção de laminação, pelos diferentes processos de soldagem (figura 3.5).

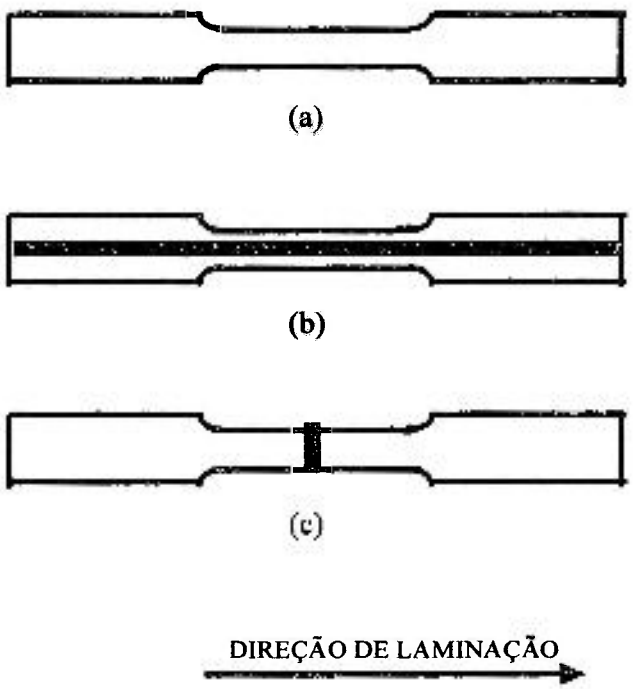


Figura 3.5 - Corpos de prova tipo "sub-size" para os Ensaios de Tração: (a) laminado e solubilizado; (b) soldado longitudinalmente e (c) soldado transversalmente à direção de laminação pelos processos estudados.

3.3.3. ANÁLISE POR MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)

As amostras como recebidas (Eletrometal), laminadas, solubilizadas e soldadas pelos processos TIG (CC^- pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado) foram embutidas a frio transversalmente e longitudinalmente à direção de laminação, lixadas em grana 180 a 600, polidas mecanicamente com pasta de diamante de 9, 6, 3 e 1μm e de alumina 0,3 e 0,05μm.

As amostras foram atacadas quimicamente com os seguintes reagentes:

- ***recebidas e laminadas*** - água destilada 30mL
  ácido clorídrico 2mL
  cloreto de ferro III 10mg
  tempo 1min

- ***solubilizadas e soldadas*** - **àgua régia:** ácido nítrico 10mL
  ácido clorídrico 30mL
  tempo 7min

O equipamento utilizado na análise por MO foi o Microscópio Óptico ZEISS, modelo FOTOMI III com sistema de Microdureza Vickers (Hv).

3.3.4. ENSAIOS DE MICRODUREZA VICKERS

As amostras como recebidas (Eletrometal), laminadas, solubilizadas e soldadas pelos processos TIG (CC^- pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado) foram embutidas a frio transversalmente e longitudinalmente à direção de laminação, lixadas, polidas mecanicamente e atacadas quimicamente conforme as condições empregadas nas Análises por Microscopia Óptica (item 3.3.3.).

O equipamento utilizado nos Ensaios de Microdureza Vickers (Hv) foi o OTTO WOLPERT - WERKE, tipo M - TESTOR, com carga de 200g (amostras como recebidas, solubilizadas e soldadas) e de 300g (amostras laminadas). Com as medidas realizadas no interior dos grãos, foram levantadas as curvas de microdureza (Hv) das amostras soldadas nas regiões: zona não termicamente afetada (ZNTA), zona termicamente afetada (ZTA) e zona de fusão (ZF).

3.3.5. MEDIDA DO TAMANHO MÉDIO DE GRÃO

Utilizou-se o Microscópio Óptico ZEISS, modelo FOTOMI III, onde se fez a medida do tamanho médio de grão pelo método da interseção linear nas amostras como recebidas (Eletrometal), laminadas, solubilizadas e soldadas pelos processos TIG (CC^- pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado). Nas amostras soldadas observou-se as regiões: zona não termicamente afetada (ZNTA), zona termicamente afetada (ZTA) e zona de fusão (ZF), para se evidenciar as alterações microestruturais provocadas pelos diferentes processos de soldagem empregados.

3.3.6. ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Com as amostras laminadas, solubilizadas e soldadas pelos processos de soldagem TIG (CC^- pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado) ensaiadas por tração (item 3.3.2.), fez-se as análises da região fraturada por microscopia eletrônica de varredura, visando-se determinar o tipo de fratura. As amostras observadas foram cortadas com 1cm de comprimento, a partir da região fraturada, limpas com tetracloreto de carbono e ultra-som. O equipamento utilizado foi um Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL JXA-6400, com tensão de aceleração de 40kV.

3.3.7. MICROANÁLISE POR ESPECTROSCOPIA DE RAIOS-X E ENERGIA DISPERSIVA DE ELÉTRONS (EDS)

Realizaram-se as microanálises pela técnica de Espectroscopia de Raios-X por Energia Dispersiva de Elétrons (EDS) na liga nacional EMVAC 600 soldada pelos processos estudados em amostras utilizadas nas Análises por Microscopia Óptica (item 3.3.3.) e Microscopia Eletrônica de Varredura (item 3.3.6.). O equipamento utilizado foi um Microscópio Eletrônico de Varredura PHILIPS XL30 com sistema de microanálise por EDS (EDAX CDU Lead Detector DX/4).

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. ENSAIOS DE TRAÇÃO E ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Os resultados obtidos nos ensaios de tração para a liga nacional EMVAC 600 no estado laminado, solubilizado e após soldagem por fusão pelos processos TIG, Arco Plasma e Laser, encontram-se na tabela 4.1. Os valores para o limite de escoamento ($\sigma_{e0,2\%}$), limite de resistência (σ_r) e alongamento estão próximos aos mencionados na literatura [4,16,19,33].

Nos ensaios mecânicos de tração, as amostras laminadas, as solubilizadas e as soldadas pelos processos TIG (CC^- pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado), romperam-se no comprimento útil do corpo de prova, conforme norma ASTM E-8.

Tabela 4.1 - Valores obtidos nos Ensaios de Tração para a liga EMVAC 600: laminada, solubilizada e soldada, no sentido longitudinal e transversal à direção de laminação, pelos processos TIG, Arco Plasma e Laser.

CORPO DE PROVA			LIMITE DE ESCOAMENTO (0,2%) (kgf/mm^2)	LIMITE DE RESISTÊNCIA (kgf/mm^2)	ALONGAMENTO (%)
Laminado			121,9±2,8	125,6±1,7	3,3±0,6
Solubilizado			20,5±0,8	59,5±0,5	38,7±0,2
Soldado Processo TIG	CC^-	transversal	19,4±1,0	60,8±0,7	34,6±0,8
		longitudinal	20,0±2,2	57,0±1,2	32,5±0,7
	CC^- pulsado	transversal	21,2±1,0	60,7±1,0	36,9±0,6
		longitudinal	20,9±1,4	57,5±0,9	35,6±1,8
Soldado Processo Arco Plasma		transversal	21,2±1,9	61,2±1,0	38,0±0,7
		longitudinal	20,6±1,2	57,8±2,4	36,8±1,1
Soldado Processo Laser		transversal	20,1±1,0	61,2±0,2	39,2±1,0
		longitudinal	23,8±0,8	60,9±0,2	37,2±1,8

Na liga EMVAC 600 laminada a frio, os valores encontrados para o limite de escoamento e o limite de resistência são próximos, mas superiores aos obtidos para o material solubilizado. Assim, o material deformado a frio apresenta-se bastante encruado, com uma alta densidade de discordâncias, uma baixa tenacidade (capacidade de absorver energia na região plástica) e uma baixa ductilidade, com alongamento igual a 3,3%. A fratografia da amostra laminada, obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), apresenta um grande número de microcavidades (*dimples*) equiaxiais, evidenciando-se fratura dúctil, apesar de apresentar, macroscopicamente, uma baixa ductilidade e uma pequena estricção, após a ruptura dos corpos de prova (figura 4.1).

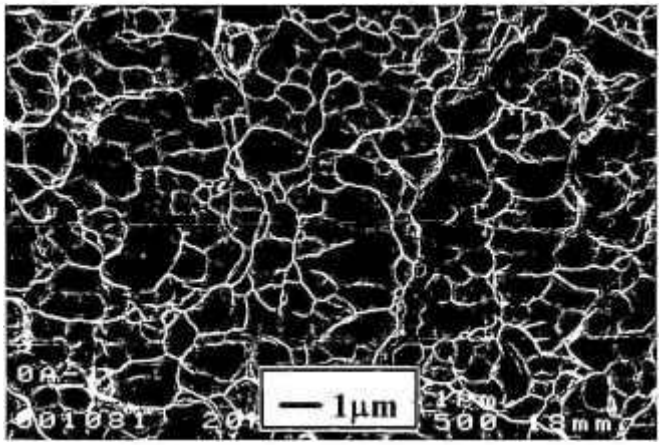


Figura 4.1 - Fratografia por MEV da liga nacional EMVAC 600 laminada a frio, com a presença de microcavidades (*dimples*) equiaxiais, evidenciando-se a fratura dúctil.

A fratura dúctil no ensaio de tração inicia-se com a nucleação, crescimento e coalescência de microcavidades no centro da amostra. As microcavidades formam-se quando as altas tensões causam a separação do metal nos contornos de grão ou nas interfaces entre o metal e a inclusão. Neste processo ocorre uma apreciável deformação plástica e gasto de energia até o rompimento do material.

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR/SP IPEN

Na liga EMVAC 600 solubilizada, os valores encontrados para o limite de escoamento e o limite de resistência são distintos e inferiores, quando comparados aos valores obtidos no material laminado. A fratografia da amostra solubilizada apresenta microcavidades (*dimples*) equiaxiais maiores que os da amostra laminada, evidenciando-se a recristalização e o crescimento de grão. Macroscopicamente, a amostra solubilizada apresenta uma alta ductilidade e uma grande estricção após a ruptura dos corpos de prova, com alongamento de 38,7%. No centro da amostra solubilizada, as microcavidades apresentam-se nas formas equiaxiais ou esféricas e, nas extremidades, nas formas alongadas ou ovais, sempre apontando para a origem da falha (centro da amostra) (figura 4.2).

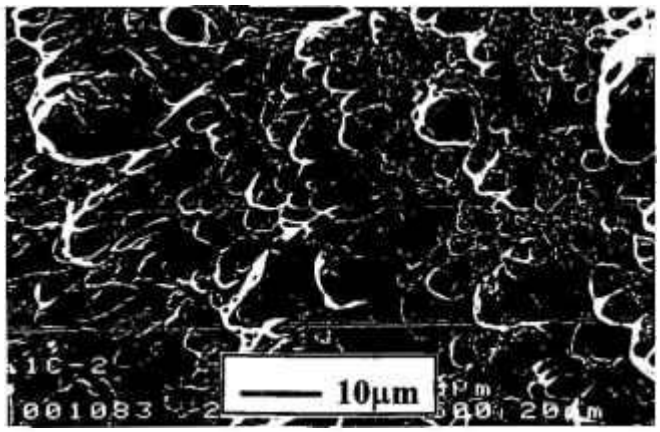


Figura 4.2 - Fratografia por MEV da liga nacional EMVAC 600 solubilizada, com a presença de microcavidades (*dimples*) maiores que o material laminado, evidenciando-se a recristalização e o crescimento de grão.

Realizou-se o tratamento térmico de solubilização na liga EMVAC 600 para homogeneizar a microestrutura, preparando-a para a soldagem pelos diferentes processos estudados (TIG, Arco Plasma e Laser). Além disso, reduz-se a formação de trincas de solidificação e posteriores trincas de reaquecimento, durante o

processo de endurecimento ou em serviço a altas temperaturas, pela formação de precipitados intermetálicos tipo $Ni_3(Al,Ti)$, fase γ'.

Em todos os processos de soldagem empregados na liga EMVAC 600, os valores encontrados para os limites de escoamento ($\sigma_{e_{0,2\%}}$) das amostras soldadas longitudinalmente estão próximos ao valor encontrado para o material solubilizado. A presença de segregações (fósforo e enxofre) e de possíveis microtrincas de solidificação não influenciaram nos valores de $\sigma_{e_{0,2\%}}$ (baixas tensões), tanto quanto nos valores dos limites de resistência (altas tensões) do material. Apenas a liga soldada pelo processo Laser apresentou $\sigma_{e_{0,2\%}}$ pouco acima do valor obtido para o material solubilizado.

Nos processos de soldagem TIG (CC^- pulsado e não pulsado) e Arco Plasma (transferido) empregados na liga EMVAC 600, os valores encontrados para os limites de resistência (σ_r) das amostras soldadas longitudinalmente são menores que os valores encontrados para o material solubilizado e o soldado pelo processo Laser. Na soldagem, observa-se que quanto menor a densidade de potência e menor a taxa de resfriamento no metal fundido, menor é o valor encontrado para o σ_r. A rápida solidificação reduz as segregações (fósforo e enxofre) na interface sólido/líquido, formando uma estrutura mais dúctil e evitando as possíveis microtrincas de solidificação, provocadas pela formação dos precipitados intermetálicos tipo $Ni_3(Al,Ti)$.

Na soldagem, as segregações de fósforo e enxofre reduzem as temperaturas sólidus e líquidus do diagrama de fase ternário níquel-fósforo-enxofre, propiciando a formação das trincas de solidificação em contorno de grão, o qual é a última região a se solidificar na ZF, pela ação combinada da tensão e temperatura próximo ou acima da temperatura sólidus efetiva. Além disso, as segregações presentes no metal de solda reduzem a resistência à oxidação do material [18].

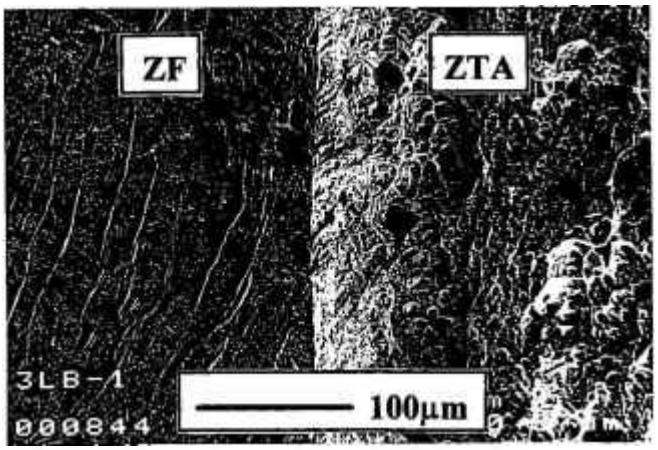
Em todos os processos de soldagem empregados na liga EMVAC 600, as amostras soldadas longitudinalmente apresentam reduções na ductilidade, quando comparado ao material solubilizado. Os corpos de prova soldados pelo processo TIG/CC$^-$ não pulsado apresentam a menor ductilidade, com alongamento de 32,5%, por ser o processo que produz uma maior zona de fusão (4,0mm de largura), uma maior segregação (fósforo e enxofre) na interface sólido/líquido e uma maior região com estrutura menos dúctil (clivagem transgranular). Nos processos de soldagem por TIG/CC$^-$ pulsado, Arco Plasma transferido e Laser pulsado, as dimensões aproximadas das zonas de fusão obtidas com o auxílio de microscopia óptica são de 3,8mm, 3,1mm e 1,0mm, respectivamente. Assim, na soldagem por Laser pulsado, o alongamento é de 37,2%, próximo ao da amostra solubilizada (38,7%).

Na superliga de níquel EMVAC 600, a zona termicamente afetada (ZTA), quando exposta a altas temperaturas durante o processo de soldagem, provoca crescimento de grão, solubilização e reprecipitação de carbonetos (Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$) e precipitados intermetálicos tipo $Ni_3(Al,Ti)$, os quais formam trincas de reaquecimento no material durante tratamento térmico de endurecimento ou em serviço a altas temperaturas. Estas alterações microestruturais causam deteriorações nas propriedades mecânicas inerentes à liga, tais como, no limite de resistência, limite à fadiga, alongamento (ductilidade) e resistência à corrosão e à oxidação.

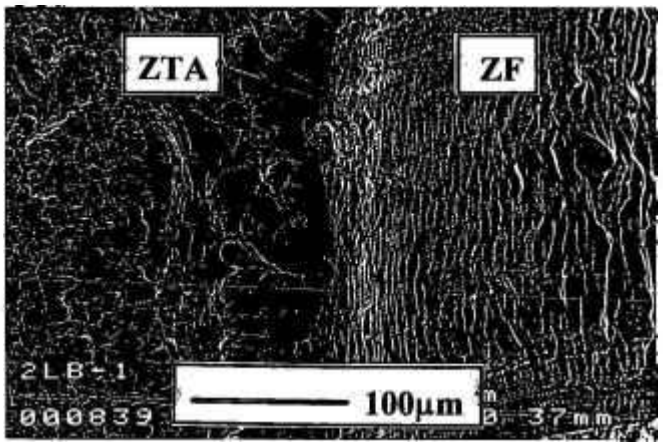
As fratografias da liga EMVAC 600, soldada pelos processos a Arco Tungstênio com Atmosfera Gasosa (TIG) pulsado e não pulsado, a Arco Plasma transferido e Laser pulsado, apresentam microcavidades (*dimples*) nas zonas termicamente afetadas (ZTA). Nas zonas de fusão (ZF) existem superfícies de clivagem transgranulares com um grande número de degraus de clivagem e uma topografia de trincas ramificadas (*river pattern*) (figuras 4.3 e 4.4). Estas são indicações da absorção de energia pela deformação plástica localizada. As superfícies de fratura frágil intergranular são muito mais lisas, com ausência total de degraus de clivagem. Pela aparência da superfície de fratura pode-se ver que a energia absorvida numa fratura intergranular é muito menor do que numa

clivagem transgranular. Na clivagem, as trincas propagam-se ao longo de planos cristalográficos específicos, frequentemente da família de planos {100}[25,26,35,36]. Na fratografia da liga EMVAC 600 soldada pelo processo Laser pulsado, a ZF apresenta superfícies com trincas ramificadas menores, mas com diferentes origens de propagação, quando comparada com as ZF dos outros processos de soldagem empregados. A soldagem por Laser pulsado proporciona uma alta densidade de potência, alta penetração e altas taxas de resfriamento no metal fundido, produzindo-se grãos menores e com várias orientações nos crescimentos dendríticos.

Na liga EMVAC 600, as amostras soldadas transversalmente à direção de laminação pelos processos Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado) romperam-se na zona não termicamente afetada (ZNTA) durante os ensaios mecânicos de tração. Assim, os valores obtidos para o limite de escoamento ($\sigma_{e0,2\%}$), limite de resistência (σ_r) e alongamento (ductilidade) estão próximos aos obtidos no material solubilizado. Algumas das amostras soldadas transversalmente pelo processo TIG (CC^- pulsado e não pulsado) romperam-se na zona de fusão (ZF). Os valores obtidos para $\sigma_{e_{0,2\%}}$ e σ_r encontram-se próximos aos do material solubilizado. Isto não ocorre com o alongamento, o qual apresenta uma pequena redução. Esta redução é mais acentuada no material soldado pelo processo TIG /CC^- não pulsado, no qual há uma maior quantidade de calor introduzido no material, uma maior zona de fusão, maiores segregações (fósforo e enxofre) na interface sólido/líquido, formando-se uma microestrutura menos dúctil e possíveis microtrincas de solidificação na ZF.

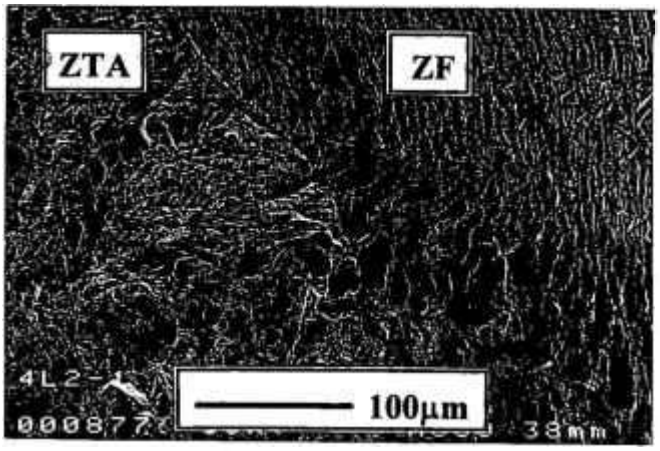


(a)

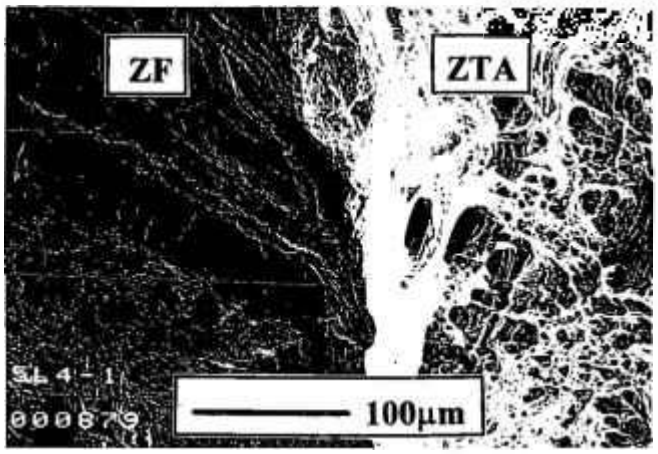


(b)

Figura 4.3 - Fratografias por MEV da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo Processo TIG/CC⁻ (a) pulsado e (b) não pulsado. Existem microcavidades (*dimples*) nas ZTA e superfícies de clivagem transgranulares, com degraus de clivagem e uma topografia de trincas ramificadas nas ZF.



(a)



(b)

Figura 4.4 - Fratografias por MEV da liga nacional EMVAC 600 soldada pelos Processos (a) Arco Plasma transferido e (b) Laser pulsado. Existem microcavidades (*dimples*) nas ZTA e superfícies de clivagem transgranulares, com degraus de clivagem e uma topografia de trincas ramificadas nas ZF. No Processo Laser, as trincas possuem diferentes origens de propagação na ZF.

4.2. ENSAIOS DE MICRODUREZA VICKERS

As amostras da liga EMVAC 600 laminadas apresentam altos valores de Microdureza Vickers (368,0±32,4kgf/mm^2) quando comparados aos valores encontrados nas amostras da liga como recebida (184,7±5,7kgf/mm^2) e a solubilizada (145,4 ±2,9kgf/mm^2) (tabela 4.2). As amostras laminadas apresentam alto grau de encruamento (alta densidade de discordâncias não uniformemente distribuidas).

Tabela 4.2 - Valores obtidos nos ensaios de Microdureza Vickers - Hv (kgf/mm^2) para a liga nacional EMVAC 600 como recebida e solubilizada (carga=200g), e laminada (carga=300g).

CORPO DE PROVA	MICRODUREZA VICKERS (kgf/mm^2)
recebido	184,7 ± 5,7
laminado	368,0 ± 32,4
solubilizado	145,4 ± 2,9

As amostras soldadas pelos processos TIG (CC^- pulsado e não pulsado) e Arco Plasma (transferido) apresentam valores menores de Microdureza Vickers nas zonas de fusão (ZF), comparados aos valores das zonas termicamente afetada (ZTA) e não termicamente afetada (ZNTA) (tabelas 4.3 e 4.4 e figuras 4.5 a 4.7). Nos gráficos de Microdureza Vickers, os valores iniciam no centro da ZF e seguem para as ZTA e ZNTA, das amostras soldadas longitudinalmente à direção de laminação. No processo de soldagem Laser pulsado, os valores de Microdureza Vickers encontrados na ZF são maiores que os valores das ZTA e ZNTA (figura 4.8). Em todos os processos de soldagem empregados, observa-se uma elevação nos valores de Microdureza Vickers nas ZTA, provocada pela reprecipitação de carbonetos (Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$) e intermetálicos tipo $Ni_3(Al,Ti)$[1,19].

Tabela 4.3 - Valores obtidos nos ensaios de Microdureza Vickers Hv (kgf/mm^2) para a liga nacional EMVAC 600 soldada pelos processos TIG, Arco Plasma e Laser, nas zonas de fusão (ZF). Carga=200g.

MICRODUREZA VICKERS (kgf/mm^2) EM FUNÇÃO DA DISTÂNCIA (mm) NAS ZF	CORPO DE PROVA			
	Soldado Processo TIG		Soldado Processo Arco Plasma	Soldado Processo Laser
	CC^-	CC^- pulsado		
0,0 (centro ZF)	140,5±5,3	140,9±5,5	144,3±4,8	187,0±7,2
0,25	140,2±5,8	141,7±7,6	142,3±6,3	184,4±4,0
0,5	139,8±2,3	142,5±5,3	140,2±4,1	181,0±2,3
0,75	140,9±3,8	142,8±7,3	141,0±6,5	-----
1,0	141,9±3,0	143,0±5,0	141,8±5,1	-----
1,25	141,9±4,4	143,3±6,5	141,6±7,8	-----
1,5	141,9±3,2	143,6±3,0	141,3±5,9	-----
1,75	142,4±5,0	141,3±4,2	-----	-----
2,0 (final ZF)	142,8±3,8	-----	-----	-----

Tabela 4.4 - Valores obtidos nos ensaios de Microdureza Vickers Hv (kgf/mm^2) para a liga nacional EMVAC 600 soldada pelos processos TIG, Arco Plasma e Laser, nas zonas termicamente afetadas (ZTA) e zonas não termicamente afetadas (ZNTA). Carga=200g.

MICRODUREZA VICKERS (kgf/mm^2) EM FUNÇÃO DA DISTÂNCIA (mm) NAS ZTA E ZNTA	CORPO DE PROVA			
	Soldado Processo TIG		Soldado Processo Arco Plasma	Soldado Processo Laser
	CC$^-$	CC$^-$ pulsado		
0,0 (início ZTA)	146,5±4,8	144,8±4,4	141,8±5,1	173,3±7,0
0,25	146,3±6,5	144,3±5,9	142,9±7,4	166,9±9,2
0,5	146,0±4,4	143,8±3,9	144,0±5,4	147,5±5,9
0,75	145,7±8,2	146,0±8,1	146,7±5,8	145,4±9,1
1,0	145,4±6,9	148,1±7,1	149,3±2,2	143,3±6,9
1,25	147,4±9,1	148,5±9,8	149,6±6,5	141,4±8,0
1,5	149,3±6,0	148,8±6,7	149,8±6,2	139,5±4,0
1,75	150,1±7,3	148,6±8,4	149,6±7,6	139,7±7,0
2,0	150,9±4,2	148,4±5,1	149,3±4,4	139,8±5,7
2,25	150,1±6,2	149,5±6,4	150,4±5,2	140,3±8,9
2,5	149,3±4,6	150,5±3,9	151,5±2,7	140,8±6,8
2,75	149,3±6,1	152,1±6,7	146,9±5,2	139,9±7,1
3,0	149,3±4,0	153,6±5,5	142,3±4,4	139,0±2,0
3,25	146,6±6,2	149,2±8,3	143,3±6,7	140,9±7,3
3,5	145,1±4,7	144,8±6,2	144,3±5,0	142,8±7,0
3,75	145,5±8,8	144,0±8,1	143,7±8,2	142,8±8,3
4,0	145,9±7,4	143,1±5,2	143,0±6,5	142,8±4,4
4,25	-----	-----	141,9±7,1	141,6±5,2
4,5	-----	-----	140,8±2,9	140,3±2,8
4,75	-----	-----	-----	141,1±6,7
5,0	-----	-----	-----	141,8±6,1
5,25	-----	-----	-----	139,7±6,2
5,5 (final ZNTA)	-----	-----	-----	137,5±1,0

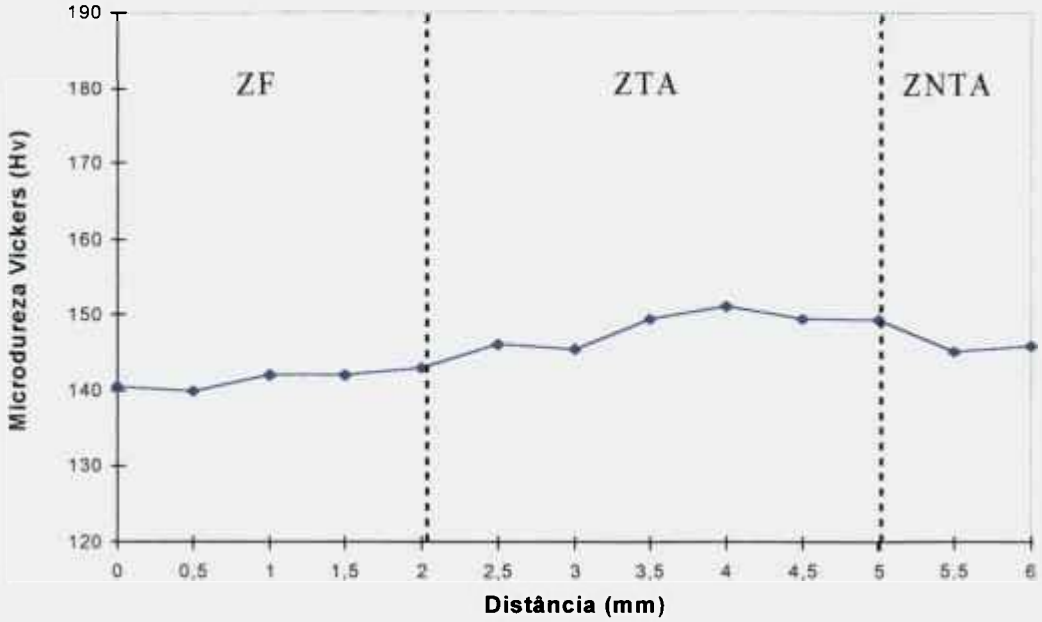


Figura 4.5 - Gráfico de Microdureza Vickers Hv (kgf/mm^2) em função da distância (mm) em amostra da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo TIG. Desvios padrões: tabelas 4.3 e 4.4.

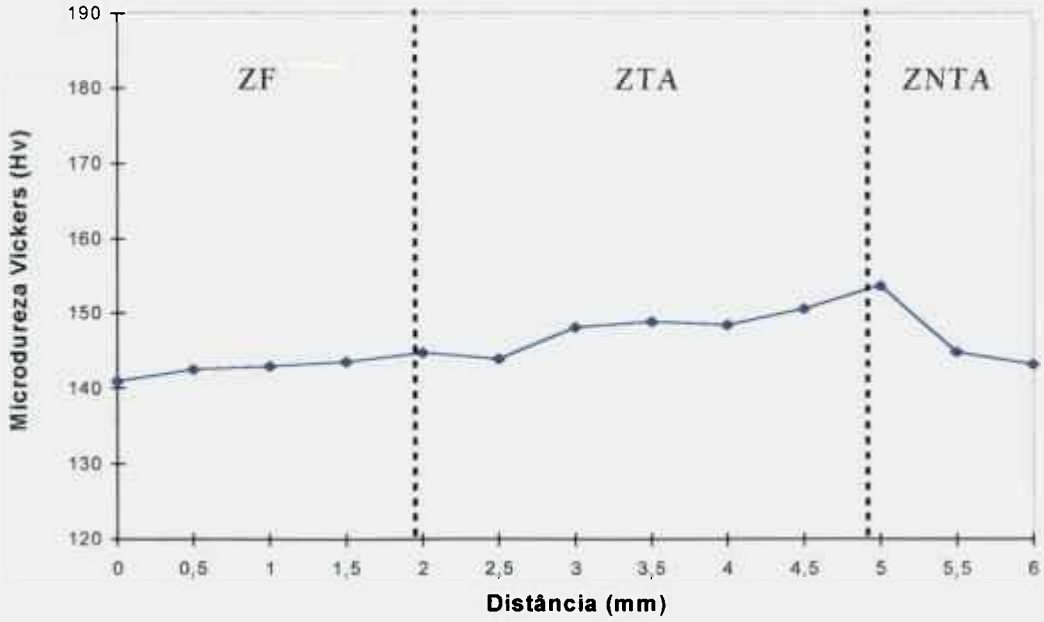


Figura 4.6 - Gráfico de Microdureza Vickers Hv (kgf/mm^2) em função da distância (mm) em amostra da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo TIG pulsado. Desvios padrões: tabelas 4.3 e 4.4.

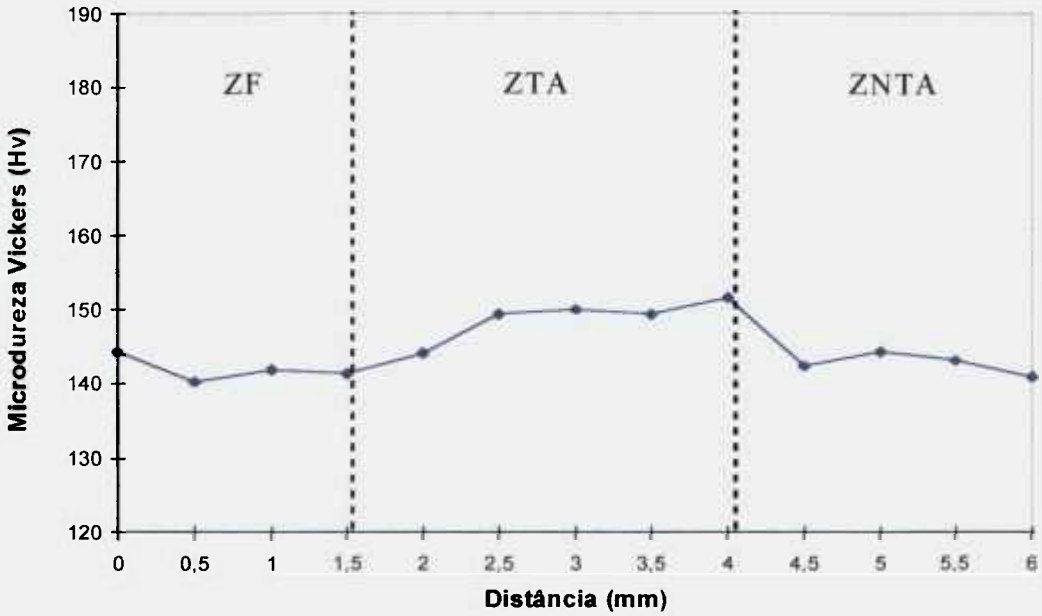


Figura 4.7 - Gráfico de Microdureza Vickers Hv (kgf/mm^2) em função da distância (mm) em amostra da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo Arco Plasma transferido. Desvios padrões: tabelas 4.3 e 4.4.

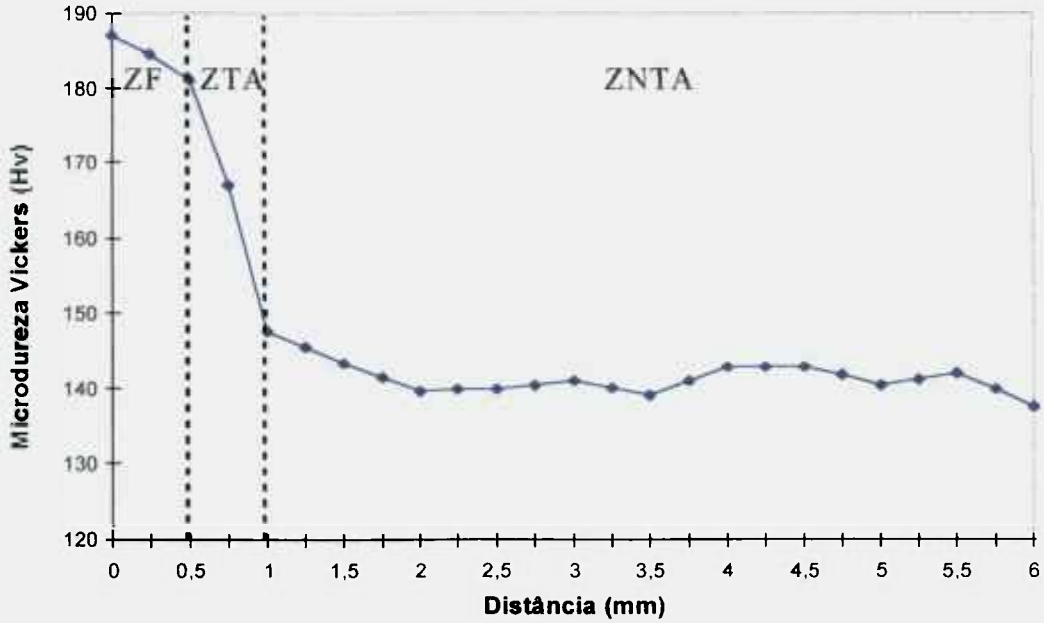


Figura 4.8 - Gráfico de Microdureza Vickers Hv (kgf/mm^2) em função da distância (mm) em amostra da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo Laser pulsado. Desvios padrões: tabelas 4.3 e 4.4.

No processo de soldagem Laser pulsado, os pequenos grãos recristalizados na ZF apresentam diferentes orientações dendríticas após a solidificação, elevando-se os valores de Microdureza Vickers na ZF (figura 4.9). Nos processos de soldagem TIG (CC^- pulsado e não pulsado) e a Arco Plasma (transferido) ocorre recristalização com crescimento de grão na ZF, diminuindo-se a densidade de discordâncias e, consequentemente, os valores de Microdureza Vickers. A ZTA da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo Laser (pulsado) apresenta os maiores valores de Microdureza Vickers (figura 4.10). O processo de soldagem Laser pulsado produz a menor ZTA (0,5mm), quando comparada aos outros processos estudados: TIG/CC^- (3,0mm), TIG/CC^- pulsado (3,0mm) e Arco Plasma transferido (2,5mm). As dimensões aproximadas das ZTA foram determinadas pelas diferentes variações nos valores de Microdureza Vickers nestas regiões.

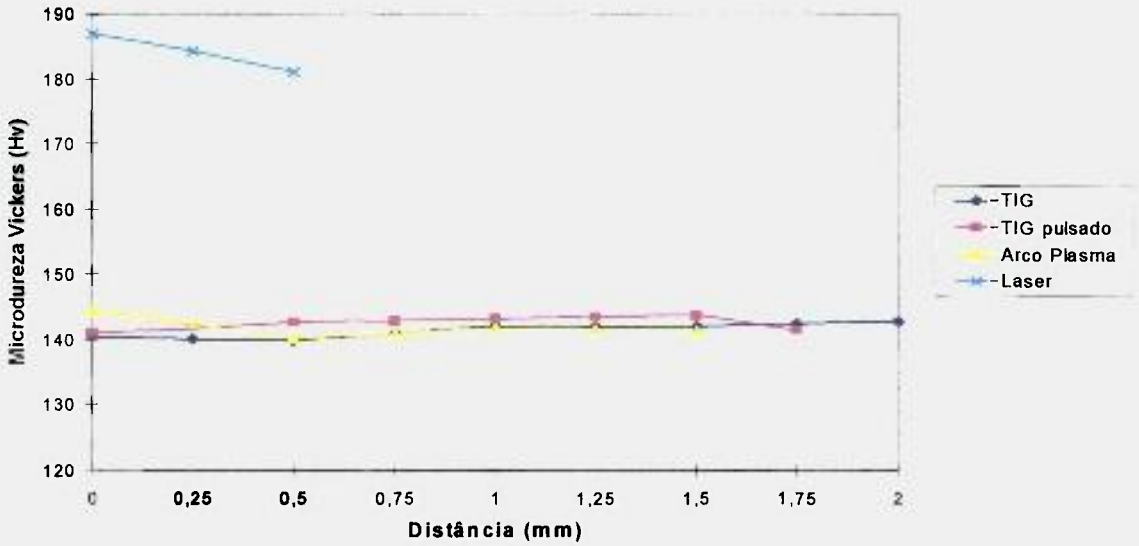


Figura 4.9 - Gráfico de Microdureza Vickers Hv (kgf/mm^2) em função da distância (mm) em amostras da liga nacional EMVAC 600 soldadas pelos processos TIG (CC$^-$ pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado) nas ZF. Desvios padrões: tabelas 4.3 e 4.4.

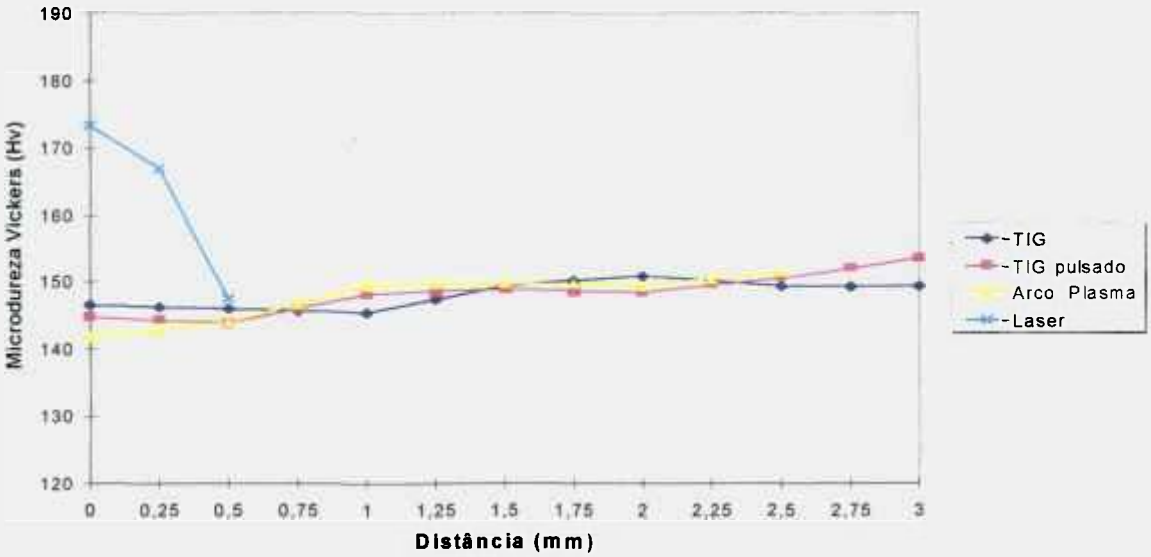


Figura 4.10 - Gráfico de Microdureza Vickers Hv (kgf/mm^2) em função da distância (mm) em amostras da liga nacional EMVAC 600 soldadas pelos processos TIG (CC$^-$ pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado) nas ZTA. Desvios padrões: tabelas 4.3 e 4.4.

4.3. ANÁLISE POR MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)

A microestrutura obtida por microscopia óptica (MO) da liga nacional EMVAC 600, como recebida, apresenta grãos pequenos (2,41±0,12μm) e uniformemente distribuídos (figura 4.11).

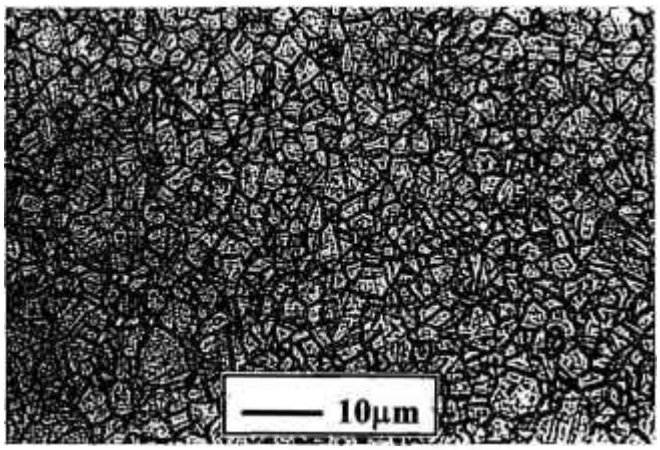


Figura 4.11- Microestrutura obtida por MO da liga nacional EMVAC 600 do material de partida. Ataque: $HCl+FeCl_3$.

A microestrutura obtida por MO da liga nacional EMVAC 600, deformada a frio a 91,2% de redução em espessura, apresenta grãos alongados e altamente deformados, com carbonetos alinhados na direção de laminação (figura 4.12).

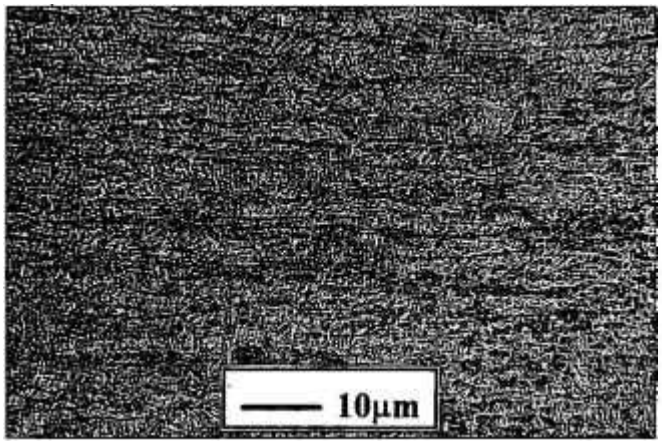


Figura 4.12 - Microestrutura obtida por MO da liga nacional EMVAC 600 laminada a 91,2% de redução em espessura. Ataque: $HCl+FeCl_3$.

A microestrutura obtida por MO da liga nacional EMVAC 600 laminada (91,2% de redução em espessura) e solubilizada a 1.150°C por 30 minutos, apresenta grãos equiaxiais (75,1±4,7μm), recristalizados e defeitos superficiais do tipo maclas térmicas (figura 4.13).

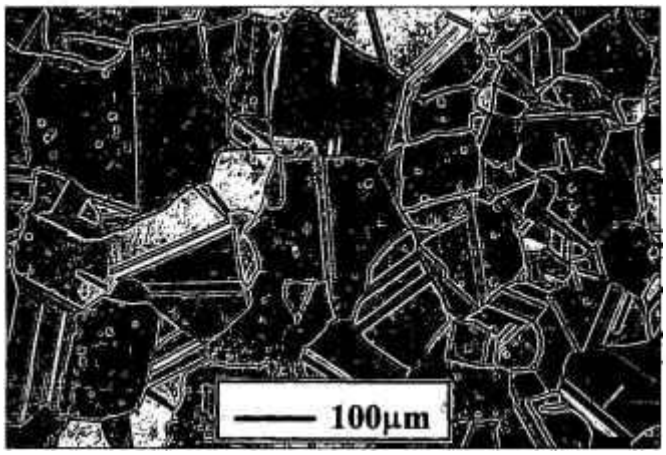
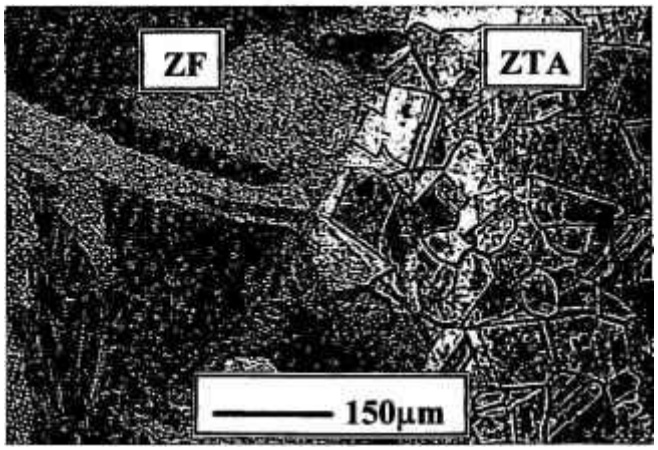


Figura 4.13 - Microestrutura obtida por MO da liga nacional EMVAC 600 solubilizada a 1.150°C por 30 minutos. Ataque: água régia.

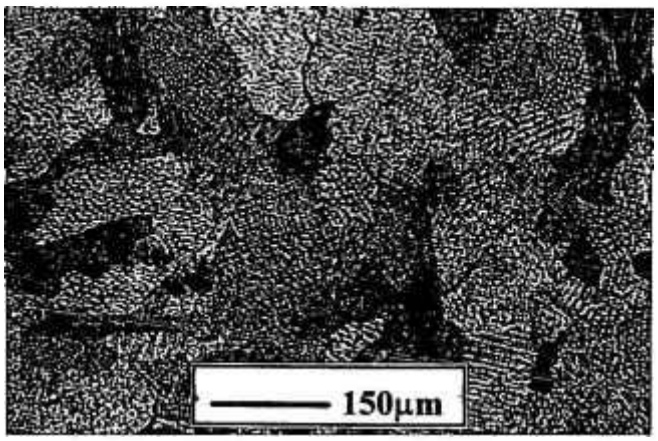
As microestruturas obtidas por MO da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo TIG (CC^- pulsado e não pulsado), encontram-se nas figuras 4.14 e 4.15. Apesar de apresentarem formações dendríticas finas, os grãos na ZF da liga 600 soldada pelo processo TIG pulsado são menores e menos alongados (99,4±5,7μm), comparados aos do processo TIG não pulsado (108,8±4,1μm). As ZTA apresentam grãos equiaxiais com 93,2±2,6μm e 102,0±3,7μm, respectivamente.

As microestruturas obtidas por MO da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo Arco Plasma (transferido), encontram-se na figura 4.16. Observam-se grãos alongados (92,8±5,4μm), com formação dendrítica fina na ZF. A ZTA apresenta grãos equiaxiais com 88,7±4,6μm.

As microestruturas obtidas por MO da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo Laser (pulsado), encontram-se na figura 4.17. Observam-se grãos pequenos (25,7±1,8μm) com formação dendrítica fina e a sobreposição das poças de fusão solidificadas (círculos) na ZF. A ZTA apresenta grãos equiaxiais com 85,9±2,9μm.

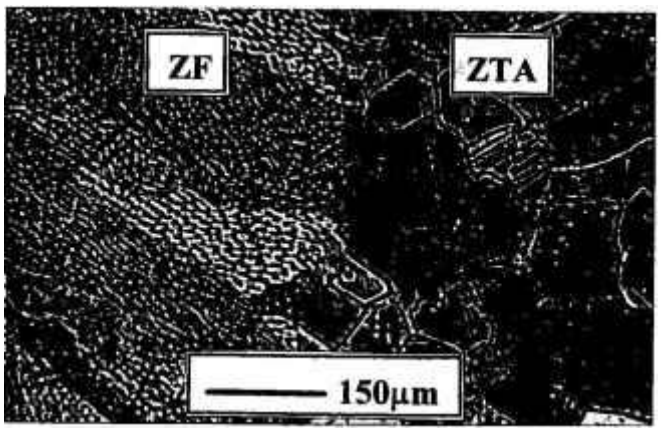


(a)

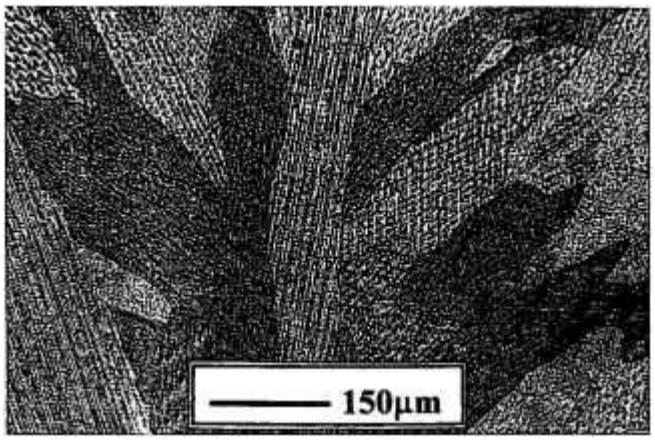


(b)

Figura 4.14 - Microestruturas obtidas por MO da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo TIG pulsado. (a) interface ZF/ZTA e (b) ZF. Ataque: água régia.

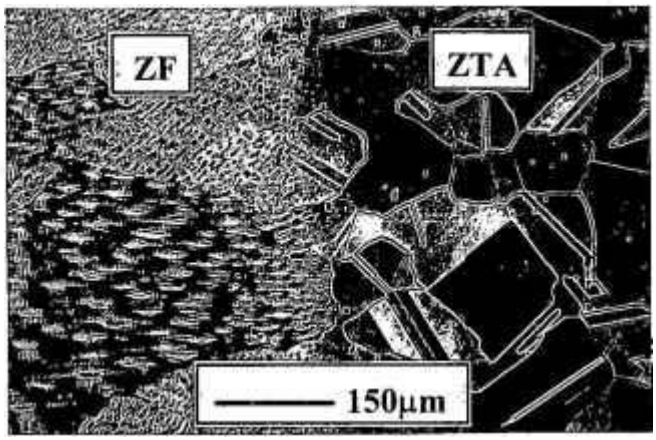


(a)

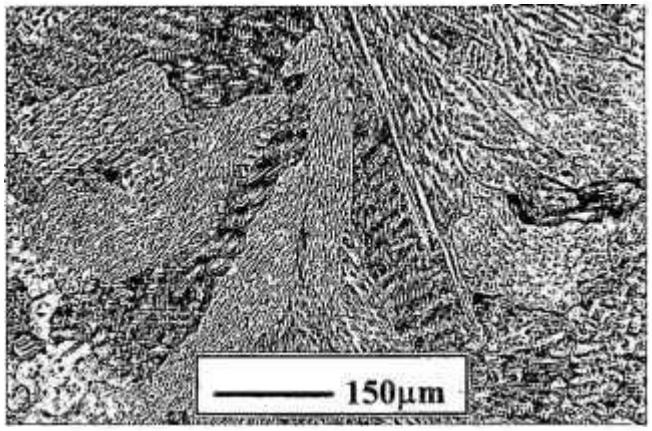


(b)

Figura 4.15 - Microestruturas obtidas por MO da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo TIG não pulsado. (a) interface ZF/ZTA e (b) ZF. Ataque: água régia.

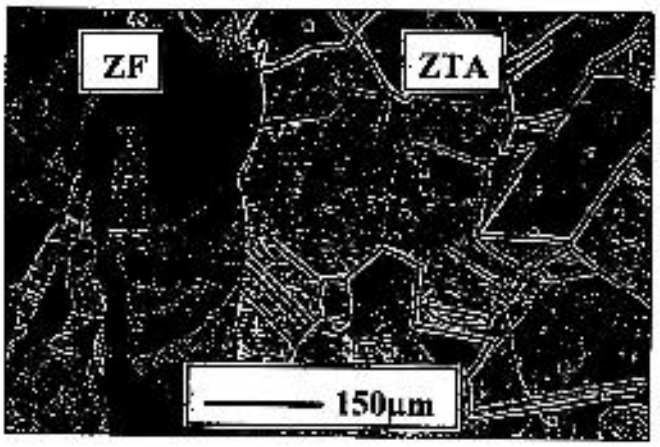


(a)

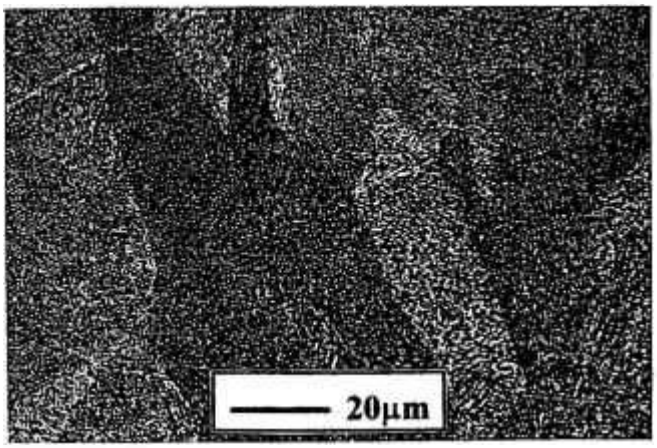


(b)

Figura 4.16 - Microestruturas obtidas por MO da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo Arco Plasma transferido. (a) interface ZF/ZTA e (b) ZF. Ataque: água régia.



(a)



(b)

Figura 4.17 - Microestruturas obtidas por MO da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo Laser pulsado. (a) interface ZF/ZTA e (b) ZF. Ataque: água régia.

Nas análises por MO e MEV da liga nacional EMVAC 600 soldada pelos processos estudados, não foram encontradas trincas de solidificação nas ZF. Trabalhos na literatura mostram microestruturas com trincas de solidificação na ZF

e de reaquecimento na ZTA, em componentes que falharam em serviço: sistemas de refrigeração primários de reatores nucleares, turbinas de aviões e elementos combustíveis nucleares [13,14,16-18].

4.4. MEDIDA DO TAMANHO MÉDIO DE GRÃO

Os valores obtidos para o tamanho médio de grão (μm) da liga nacional EMVAC 600 como recebida, laminada, solubilizada e soldada pelos processos TIG (CC^- pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado), encontram-se nas tabelas 4.5 e 4.6.

Tabela 4.5 - Valores obtidos para os tamanhos médios de grãos (μm) da liga nacional EMVAC 600 como recebida, laminada e solubilizada.

CORPO DE PROVA	TAMANHO DE GRÃO (μm)
Recebido	2,41±0,12
Laminado	grãos deformados
Solubilizado	75,1±4,7

Tabela 4.6 - Valores obtidos para os tamanhos médios de grãos (μm) da liga nacional EMVAC 600 soldada pelos processos TIG (CC^- pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado) nas ZF e ZTA.

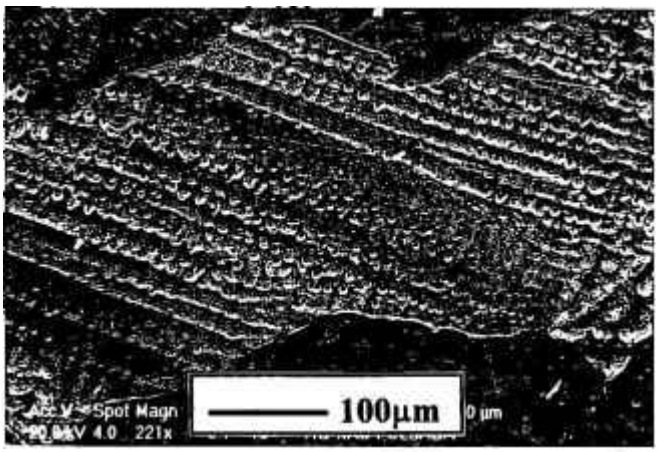
CORPO DE PROVA		TAMANHO DE GRÃO (μm)	
		ZF	ZTA
Soldado Processo TIG	CC^-	108,8±4,1	102,0±3,7
	CC^- pulsado	99,4±5,7	93,2±2,6
Soldado Processo Arco Plasma		92,8±5,4	88,7±4,6
Soldado Processo Laser		25,7±1,8	85,9±2,9

Observa-se que o maior tamanho médio de grão é encontrado na ZF do processo de soldagem TIG não pulsado (108,8±4,1μm), quando comparado aos valores dos processos TIG pulsado (99,4±5,7μm), Arco Plasma transferido (92,8±5,4μm) e Laser pulsado (25,7±1,8μm). O maior tamanho médio de grão é também encontrado na ZTA do processo TIG não pulsado (102,0±3,7μm),

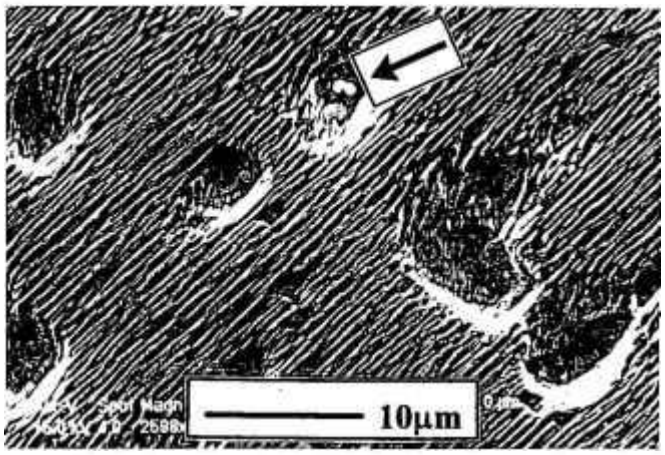
comparado aos outros métodos de soldagem: 93,2±2,6μm, 88,7±4,6μm, e 85,9±2,9μm, respectivamente.

4.5. MICROANÁLISE POR ESPECTROSCOPIA DE RAIOS-X E ENERGIA DISPERSIVA DE ELÉTRONS (EDS)

As figuras 4.18 a 4.20 apresentam as microestruturas obtidas através do Microscópio Eletrônico de Varredura, com sistema de microanálise (Espectroscopia de Raios-X por Energia Dispersiva de Elétrons - EDS), das amostras soldadas pelo processo TIG/CC$^-$ não pulsado, utilizadas anteriormente nas análises por MO e MEV. Observam-se estruturas dendríticas finas e suas ramificações na ZF e a presença de precipitados intermetálicos tipo $Ni_3(Al,Ti)$ na ZF e ZTA.



(a)



(b)

Figura 4.18 - Microestruturas obtidas por MEV da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo TIG/CC⁻ não pulsado, na ZF. (a) estrutura dendrítica fina e (b) seção transversal das ramificações dendríticas com a presença de precipitado intermetálico tipo Ni_3Ti. Ataque: água régia.

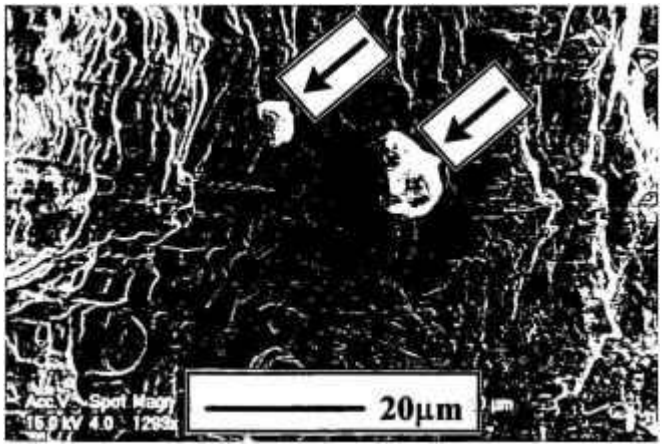


Figura 4.19 - Fratografia por MEV da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo TIG/CC⁻ não pulsado, na ZF. Observa-se a presença de precipitados intermetálicos tipo Ni_3Ti.

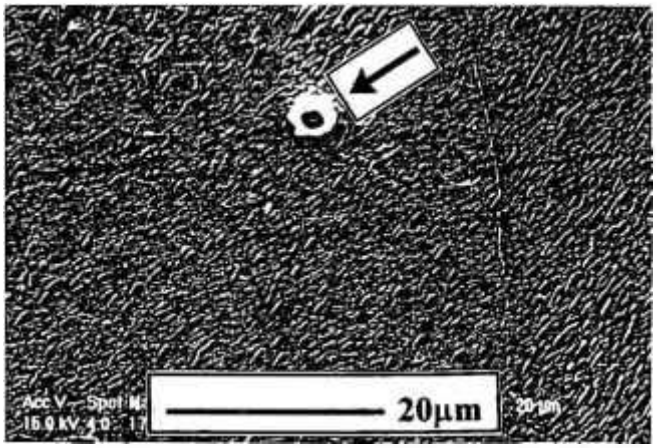


Figura 4.20 - Microestrutura obtida por MEV da liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo TIG/CC⁻ não pulsado, na ZTA. Observa-se a presença de precipitados intermetálicos tipo Ni_3Ti. Ataque: água régia.

Os estudos qualitativos de microanálise pela técnica de Espectroscopia de Raios-X por Energia Dispersiva de Elétrons (EDS) na liga nacional EMVAC 600 soldada pelos diferentes processos, revelam a presença de titânio nos precipitados intermetálicos (Ni_3Ti) nas ZF e ZTA (figuras 4.21 e 4.22).

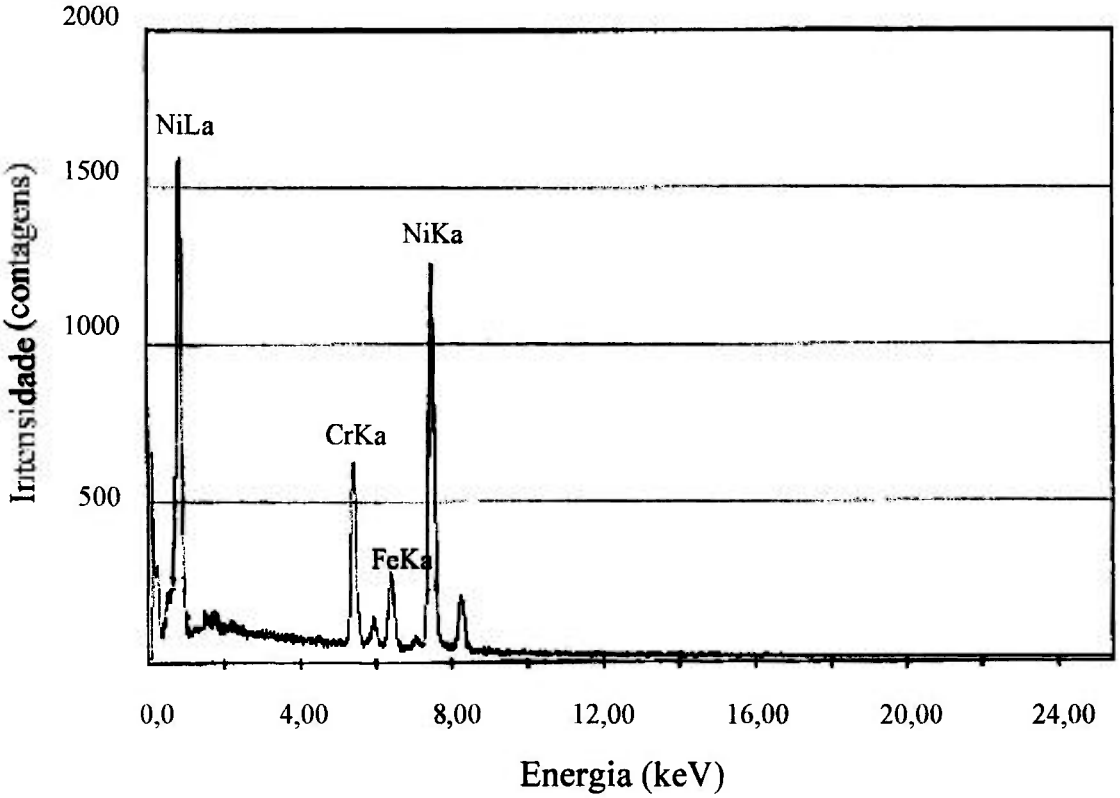


Figura 4.21 - Espectro qualitativo em amostra da liga nacional EMVAC 600 solubilizada, utilizando-se microanálise pela técnica de Espectroscopia de Raios-X por Energia Dispersiva de Elétrons (EDS). Os resultados confirmam a presença dos elementos químicos básicos da liga: níquel, cromo e ferro. Tensão de operação: 20kV. Tempo de contagem: 40s.

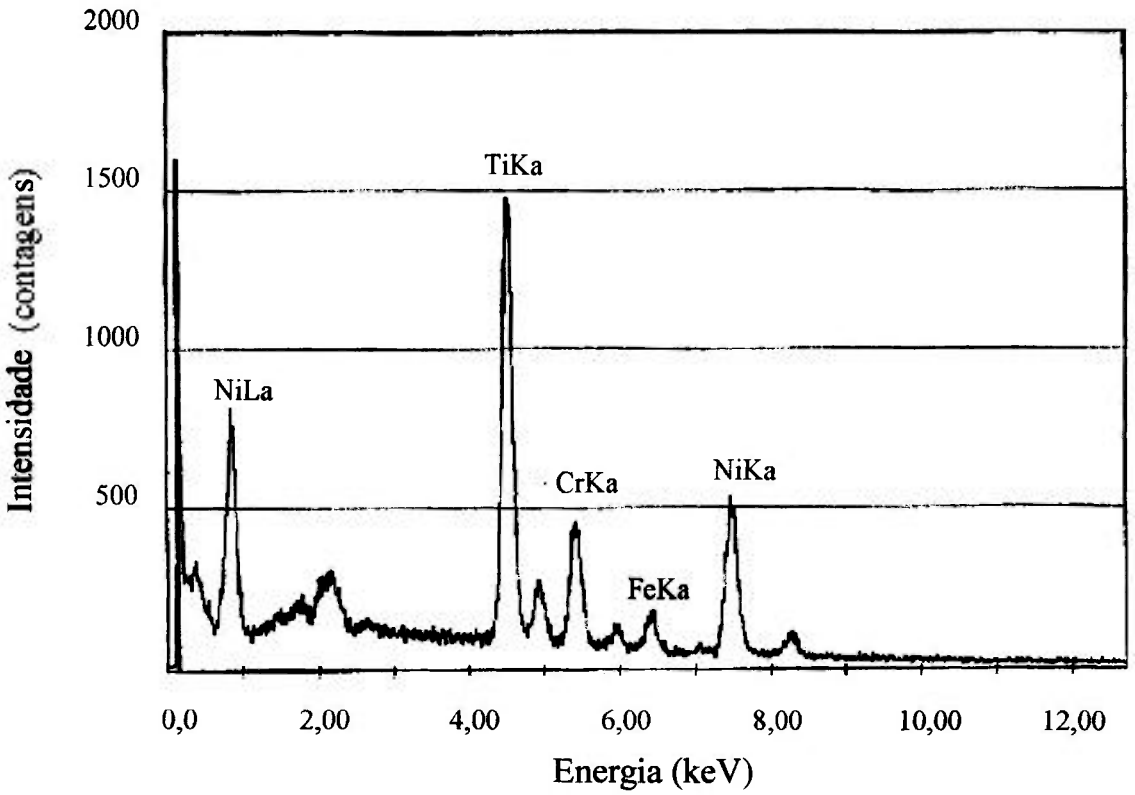


Figura 4.22 - Espectro qualitativo dos precipitados encontrados nas ZF e ZTA em amostras da liga nacional EMVAC 600 soldadas, utilizando-se microanálise pela técnica de Espectroscopia de Raios-X por Energia Dispersiva de Elétrons (EDS). Além dos elementos químicos básicos da liga (níquel, cromo e ferro), observa-se a presença de titânio, formando os precipitados intermetálicos tipo Ni_3Ti. Tensão de operação: 15kV. Tempo de contagem: 40s.

Nas microanálise por EDS da liga nacional EMVAC 600 soldada pelos processos estudados, não foram encontradas segregações de fósforo e enxofre nos contornos de grão das ZF. Estes elementos químicos, presentes na superliga 600, só foram identificados através de Espectrografia de Emissão (fósforo) e Análise de Gases (enxofre) (tabela 3.1).

Conforme literatura, os carbonetos (Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$) e precipitados intermetálicos finos (Ni_3Al), presentes na liga nacional EMVAC 600 soldada, podem ser identificados qualitativamente por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET), utilizando-se difração eletrônica e microanálise por EDS. Observam-se os carbonetos nas amostras preparadas para MET, pelo método da folha fina. Os precipitados intermetálicos aparecem nas amostras preparadas por réplica de extração de precipitados, identificando-se suas formas, tamanhos e distribuições [1,2,14,33,37].

Com os resultados obtidos neste trabalho de pesquisa e as informações técnicas provenientes da literatura, recomenda-se que após a soldagem da liga EMVAC 600 deve-se realizar o tratamento térmico de solubilização no material: 1.150°C por 15minutos em atmosfera inerte ou vácuo, seguido de têmpera em água. Além de aliviar as tensões residuais geradas na soldagem, reduzem-se as segregações em contornos de grão, os carbonetos e os precipitados intermetálicos na ZF e ZTA, principalmente nos processos de soldagem com baixa densidade de potência (TIG/CC$^-$ pulsado e não pulsado). Assim, evita-se a formação de possíveis microtrincas de solidificação na ZF ou de reaquecimento na ZTA [2,14,38,39].

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES

As fratografias da liga nacional EMVAC 600 (INCONEL 600) laminada a frio e a solubilizada apresentaram microcavidades (*dimples*), evidenciando-se a fratura dúctil. As fratografias dos materiais soldados pelos processos TIG (CC^- pulsado e não pulsado), Arco Plasma (transferido) e Laser (pulsado) apresentaram microcavidades na zona termicamente afetada (ZTA). Na zona de fusão (ZF) foram observadas superfícies de clivagem transgranulares, com um grande número de degraus de clivagem e uma topografia de trincas ramificadas (*river pattern*).

Todos os processos de soldagem empregados na liga EMVAC 600 nacional não apresentaram alterações nos valores do limite de escoamento ($\sigma_{e0,2\%}$), quando comparados aos do material solubilizado. Mas, os valores do limite de resistência (σ_r) e do alongamento (ductilidade) diminuiram com o aumento da quantidade de calor introduzida no material. Assim, obteve-se os valores crescentes de σ_r e alongamento nos processos de soldagem: TIG, TIG pulsado, Arco Plasma transferido e Laser pulsado.

A ZTA da liga EMVAC 600, quando exposta a altas temperaturas durante a soldagem, apresentou crescimento de grão, solubilização e reprecipitação de carbonetos (Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$) e precipitados intermetálicos tipo $Ni_3(Al,Ti)$, os quais podem formar microtrincas de reaquecimento no material durante tratamento térmico de endurecimento ou em serviço a altas temperaturas, alterando-se os valores de σ_r, ductilidade, resistência à corrosão e à oxidação.

As amostras soldadas pelos processos TIG (CC^- pulsado e não pulsado) e Arco Plasma transferido apresentam valores menores de Microdureza Vickers nas zonas de fusão (ZF), comparados aos valores das zonas termicamente afetadas (ZTA) e não termicamente afetadas (ZNTA). No processo de soldagem Laser pulsado, os valores de Microdureza Vickers na ZF são maiores que os valores encontrados nas ZTA, ZNTA e ZF dos outros processos estudados, pois os pequenos grãos recristalizados na ZF do processo Laser apresentam diferentes orientações dendríticas após a solidificação.

Em todos os processos de soldagem empregados, observa-se uma elevação nos valores de Microdureza Vickers nas ZTA, provocado pela reprecipitação de carbonetos (Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$) e intermetálicos tipo $Ni_3(Al,Ti)$. A liga nacional EMVAC 600 soldada pelo processo Laser pulsado apresenta os maiores valores de Microdureza Vickers na ZTA, em função da alta concentração de calor e potência específica elevada, inerentes ao processo. Assim, têm-se as menores ZF (1,0mm) e ZTA (0,5mm), maiores reprecipitações de carbonetos e intermetálicos na ZTA, sem que haja tempo suficiente para o crescimento exagerado de grão.

As microestruturas da liga nacional EMVAC 600 soldada pelos processos estudados, apresentaram grãos alongados, com estruturas dendríticas finas nas ZF e crescimentos de grãos nas ZTA. Os valores encontrados para os tamanhos médios de grãos nas ZF e ZTA, dos diferentes processos de soldagem, decrescem na ordem: TIG não pulsado, TIG pulsado, Arco Plasma transferido e Laser pulsado.

Os estudos qualitativos de microanálise pela técnica de Espectroscopia de Raios-X por Energia Dispersiva de Elétrons (EDS), na liga nacional EMVAC 600 soldada pelos diferentes processos, confirmam a presença dos precipitados intermetálicos tipo Ni_3Ti nas ZF e ZTA.

A liga EMVAC 600 soldada pelo processo Laser (pulsado) apresenta uma alta penetração e precisão de soldagem, com uma menor ZF e ZTA, além de não provocar reduções nos valores de $\sigma_{e0,2\%}$, σ_r e ductilidade. Entre outras aplicações, o processo de soldagem Laser deve ser principalmente empregado em componentes que trabalham em tensões cíclicas ou a temperaturas elevadas, minimizando-se a redução no limite de resistência à fadiga, resistência à corrosão e à oxidação da superliga. Os processos de soldagem TIG (CC^- pulsado e não pulsado) e a Arco Plasma (transferido) podem ser utilizados em estruturas e componentes que não exijem alta qualidade e desempenho das juntas soldadas em meios agressivos. Na escolha do processo de soldagem empregado, além dos fatores técnicos mencionados, deve-se levar em consideração o fator econômico e a relação custo-benefício do equipamento.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Otimizar os parâmetros de soldagem para o processo Laser pulsado (potência, período do pulso, velocidade de soldagem, distância focal e gás de proteção);

- Realizar Ensaios de Impacto (Charpy) para avaliar a tenacidade a fratura da liga nacional EMVAC 600 soldada pelos processos estudados;

- Realizar Ensaios Varestraint para avaliar as trincas de solidificação nas ZF;

- Realizar o Estudo da Propagação de Trinca por Fadiga (ensaio dinâmico) na liga nacional EMVAC 600 soldada pelos diferentes processos;

- Utilizar a técnica de Microscopia Eletrônica deTransmissão para confirmar a presença de carbonetos Cr_7C_3 e $Cr_{23}C_6$ e precipitados intermetálicos finos Ni_3Al no material soldado;

- Bombardear as juntas soldadas com partículas energéticas (prótons ou nêutrons), avaliando-se os possíveis danos por irradiação provocados no material em aplicações nucleares.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1 - DONACHIE, M. J. ***Superalloys Source Book***. American Society for Metals, Ohio, 1984.

2 - SIMS, C. T.; HAGEL, W. C. ***The Superalloys***. Ed. by Sims and Hangel. J. Willey, New York. 1972.

3 - GELL, M.; KORTOVICH, C. S. et al. Superalloys 1984. In: 5th INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON SUPERALLOYS - HIGH TEMPERATURE ALLOYS COMMITTEE OF THE METALLURGICAL SOCIETY OF AIME, October 7-11, 1984, Pennsylvania. ***Proceedings...*** Pennsylvania, 1984. P. 399-419.

4 - GOODFELLOW CATALOGUE. ***Materials for Research and Development***. Cambridge, England, 1992/93.

5 - CALVO, W. A. P.; HESS JUNIOR, A.; MACIEL, R. B. ***Desenvolvimento de Cabos de Isolação Mineral para Instrumentação Nuclear de Reatores***. In: 3° CONGRESSO GERAL DE ENERGIA NUCLEAR, 22-27 abril, Rio de Janeiro, 1990.

6 - COVILLE, P.; TIXIER, M. Les Detecteurs a Cables Integres pour Ulilisation Sous Flux et/ou a Temperature Elevee. ***International Atomic Energy Agency***, v. 2, p. 275-289, 1978. (IAEA-SM-226/43).

7 - VERDANT, R. Irradiation de Collectrons Dans les Conditions Physiques d'un Coeur de Reacteur a Eau Sous Pression. ***International Atomic Energy Agency***, v. 2, p. 309-323, 1978. (IAEA-SM-226/43).

8 - WARREN, H. D.; SHAH, N. H. Neutron and Gamma-Ray Effects on Self-Powered In-Core Radiation Detectors. ***Nuclear Science and Engineering***, v. 54, p. 395-415, 1974.

9 - KROON, J. C.; GLESIUS, F. L. Trends in Instrument Development for Reactor In-Core Flux Monitoring. ***IEEE Transactions on Nuclear Science***, v. 30, n. 1, p. 785-790, 1983.

10 - DUCHENE, J. ***Detecteurs de Rayonnements pour le Controle Commande des Chaudieres Nucleaires PWR***. In: MEETING FRENCH-YUGOSLAV. Belgrade, September 12-16, 1977.

11 - SCHWARTZ, M. M. ***Metals Joining Manual***. McGraw-Hill Inc., USA, 1979.

12 - AMERICAN SOCIETY FOR METALS. ***Metals Handbook: Welding, Brazing and Soldering***. V. 6, 9th edition, Ohio, 1983.

13 - KAISER, S. D. Welding High-Nickel Alloys: Different but not Difficult. ***Welding Journal***, v. 67, n. 10, p. 55-57, 1988.

14 - OWCZARSKI, W. A. ***Process and Metallurgical Factors in Joining Superalloys and other High Service Temperature Materials***. In: SYMPOSIUM IN PHYSICAL METALLURGY OF METAL JOINING. St. Louis, Missouri, October 16-17, 1980.

15 - LUNDIN, C. D.; RUPRECHT, W. J. The Effect of Shielding Gas Additions on the Penetration Characteristics of Plasma-Arc Welds. ***Welding Journal***, v. 56, n. 1, p. 1s-7s, 1977.

16 - KOHN, G.; HERRMANN, B. et al. ***Failure of Welded Inconel 600 Pipe in the Cooling Systems of a Nuclear Reactor***. In: SECOND ISRAEL MATERIALS ENGINEERING CONFERENCE. Beer-Sheva, February 21-23, 1984.

17 - PATTERSON, R. A.; NEMEC, R. B.; REISWIG, R. D. Discontinuities formed in Inconel GTA Welds. ***Welding Journal***, v. 66, n. 1, p. 19s-25s, 1985.

18 - SAVAGE, W. F.; NIPPES, E. F.; GOODWIN, G. W. Effect of Minor Elements on Hot Cracking Tendencies on Inconel 600. ***Welding Journal***, v. 56, n. 8, p. 245s-253s, 1977.

19 - GHIRINGHELLO, G.; GIORDANO, L. et al. Inconel and Stainless Steel Welding by High Power CO_2 Laser. ***DVS***, v. 99, p. 141-145, 1984.

20 - DE PARIS, A. A. F. **Soldabilidade de Tubos de Inconel 600L por Laser CO_2 e TIG**. In: 51° CONGRESSO ANUAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS, 5-9 agosto, Porto Alegre, 1996.

21 - RYKALINE, N. N. Les Sources D'Énergie Utilisées en Soudage. ***Soud. Tec. Conn.***, v. 28, n. 11/12, p. 471-485, nov/dez, 1974.

22 - AMERICAN SOCIETY FOR METALS. ***Metals Handbook: Corrosion***. V. 13, 9th edition, Ohio, 1987.

23 - SERRA, E. ***Stress Corrosion Cracking of Alloy 600***. Special Report by Electric Power Research Institute. Palo Alto, California, 1981. (EPRI NP-2114-SR).

24 - ASKELAND, D. R. ***The Science and Engineering of Materials***. Second SI Edition by P. Webster. Chapman and Hall. University of Missouri-Rolla, USA, 1989.

25 - REED-HILL, R. E. ***Princípios de Metalurgia Física***. Segunda Edição. Editora Guanabara Dois S.A. 1982.

26 - DIETER, G. E. ***Metalurgia Mecânica***. Segunda Edição. Editora Guanabara Dois S.A. 1981.

27 - ALCÂNTARA, N. G. ***Tecnologia da Soldagem***. Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais. São Paulo, 1987.

28 - CAMPOS FILHO, M. P. ***Solidificação e Fundição de Metais e suas Ligas***. Livros Técnicos e Científicos e Editora da Universidade de São Paulo, 1978.

29 - WAINER, E.; BRANDI, S. D.; MELLO, F. D. H. ***Soldagem, Processos e Metalurgia***. Edgard Blücher Ltda. 494p. São Paulo, 1992.

30 - QUITES, A. M.; DUTRA, J. C. ***Tecnologia da Soldagem a Arco Voltáico***. Editora EDEME. 248p. Florianópolis, 1979.

31 - AMERICAN WELDING SOCIETY. ***Welding Handbook***. 575p. Miami, Flórida, 1978.

32 - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA E MATERIAIS. ***Soldagem***. 720p. São Paulo, 1979.

33 - 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.

34 - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING IN MATERIALS. ***Standard Methods of Tension Testing of Metallic Materials***. P. 119-139. Philadelphia, 1982. (ASTM E-8).

35 - CALVO, W. A. P.; MONTEIRO, W. A. ***Microscopia Eletrônica de Varredura em Superligas de Níquel tipo 600 Soldadas***. In: 3rd INTERAMERICAN CONGRESS ON ELECTRON MICROSCOPY AND XV MEETING OF THE BRAZILIAN SOCIETY OF ELECTRON MICROSCOPY, September 2-6, Minas Gerais, 1995.

36 - PADILHA, A. F.; AMBROSIO FILHO, F. ***Técnicas de Análise Microestrutural***. São Paulo, 1985.

37 - MONTEIRO, W. A.; FERNANDES, S. M. C. Espectroscopia de Raios-X por Dispersão de Energia (EDS) em Microscopia Eletrônica de Transmissão de Precipitados Presentes em uma Superliga de Níquel Envelhecida. In: XIV CONGRESSO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA, 31 agosto - 3 setembro, 1993, Caxambu. **Anais...** Caxambu, 1993. V. 3, p. 1-2.

38 - D'ANNESSA, A. T.; OWENS, J. S. Effects of Furnace Atmosphere on Heat Treat Cracking of René 41 Weldments. ***Welding Journal***, v. 52, n. 12, p. 568s-595s, 1973.

39 - WAS, G. S.; TISCHNER, H. H. et al. The Influence of Thermal Treatment on the Chemistry and Structure of Grain Boundaries in Inconel 600. ***Metallurgical Transactions A***, v. 12A, n. 8, p. 1397-1408, 1981.