UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

Marcus Vinícius da Silva Salgado

Processamento e caracterização de ligas do sistema Co-Ni-Al-W-Cr-(Nb,Ta)-C-B visando aplicação como material de ferramenta para soldagem por atrito

Lorena - SP
2015

Marcus Vinícius da Silva Salgado

Processamento e caracterização de ligas do sistema Co-Al-W-Ni-Cr-(Nb,Ta)-C-B visando aplicação como material de ferramenta para soldagem por atrito

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais na área de Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Angelo Nunes

Edição reimpressa e corrigida

Lorena-SP

Novembro - 2015

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado
da Escola de Engenharia de Lorena,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Salgado, Marcus Vinícius da Silva
Processamento e caracterização de ligas do sistema
Co-Ni-Al-W-Cr-(Nb, Ta)-C-B visando aplicação como
material de ferramenta para soldagem por atrito /
Marcus Vinícius da Silva Salgado; orientador Carlos
Angelo Nunes - ed. reimp., corr. - Lorena, 2015.
82 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências - Programa de Pós
Graduação em Engenharia de Materiais na Área de
Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos) -
Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de
São Paulo. 2015
Orientador: Carlos Angelo Nunes

1. Superligas à base de cobalto. 2. Microestrutura
gama/gama linha. 3. Ferramenta para soldagem por
atrito com pino não consumível (sapnc). 4. Friction
stir welding (fsw). I. Título. II. Nunes, Carlos
Angelo, orient.

*Dedico esta dissertação de mestrado à
DEUS que sempre está ao nosso lado de
braços abertos em todos os momentos de
nossas vidas.*

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço à Deus pela minha vida, saúde, amigos e família com que me presenteou.

Agradeço aos meus pais, Elisete e Renato, às minhas avós, Maria Aparecida e Neyde e minha tia, Maria Aparecida que sempre estiveram ao meu lado me apoiando e acreditaram em mim nas horas em que eu menos acreditava.

Ao professor Dr. Carlos Ângelo Nunes pela oportunidade, paciência, empenho e dedicação. Sempre o tive como exemplo de profissional e ser humano e por isso agradeço imensamente.

Ao Dr. Alex Matos da Silva Costa pela imensa ajuda sem a qual não poderia apresentar este trabalho. Além de tudo pela humildade e paciência. Muito obrigado amigo.

Agradeço ao Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano) e ao Dr. Antonio Jose Ramirez Londono que muito ajudaram para a concretização deste trabalho. Agradeço também ao engenheiro Victor Pereira pelo projeto da ferramenta de Soldagem por Atrito com Pino Não Consumível (SAPNC).

Agradeço aos meus grandes amigos: Sara Zago, Diego Pinzon, Denise Hirayama, Maria Luiza Noronha, Sandro Galisteu, José Milton, Luiz Alberto pela amizade, companheirismo e por toda a ajuda. Agradeço ainda a todas as pessoas que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

“O espelho e os sonhos são coisas semelhantes, é como a imagem do homem diante de si próprio.”

José Saramago

RESUMO

SALGADO, M. V. S. **Processamento e caracterização de ligas do sistema Co-Ni-W-Cr-(Nb, Ta)-C-B visando aplicação como material de ferramenta para soldagem por atrito.** 2015. 84 p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2015.

Os objetivos deste trabalho foram processar e caracterizar microestrutural e mecanicamente superligas à base de cobalto do sistema Co-Al-W-Ni-Cr-(Nb,Ta)-C-B com microestrutura γ/γ' . Visando possível aplicação em ferramenta para Soldagem por Atrito com Pino Não Consumível (SAPNC), em inglês *Friction Stir Welding* (FSW) nas composições: (Co-10Al-7,5W-30Ni-10Cr-3,0Nb-0,6C-0,06B %at.) - 30Ni-3Nb, (Co-10Al-7,5W-40Ni-10Cr-3,0Nb-0,6C-0,06B %at.) – 40Ni-3Nb, (Co-10Al-7,5W-50Ni-10Cr-3,0Nb-0,6C-0,06B %at.) – 50Ni-3Nb além da liga patenteada (Co-10Al-7,5W-40Ni-10Cr-3,0Ta-0,6C-0,06B %at.) - 40Ni-3Ta considerada padrão para este projeto. A caracterização microestrutural foi feita por microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV-FEG), medidas de microanálise semi-quantitativa e mapeamento químico por EDS, caracterização por difração de raios X, além do ensaio mecânico de dureza Vickers em todas as amostras. Os resultados da caracterização microestrutural e mecânica para a liga 40Ni-3Ta mostraram-se semelhantes aos encontrados na literatura enquanto que a composição 40Ni-3Nb foi a que apresentou resultados mais próximos em relação à liga padrão.

Palavras-chave: Superligas à base de cobalto. Microestrutural γ/γ' . Ferramenta para Soldagem por Atrito com Pino não Consumível (SAPNC). *Friction Stir Welding* (FSW).

ABSTRACT

SALGADO, M. V. S. **Processing and characterization of alloys from the Co-Ni-W-Cr-(Nb, Ta)-C-B system aiming application as tool material for friction stir welding.** 2015. 84 p. Dissertation (Master of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2015.

The objectives of this study were to process and characterize microstructural and mechanical cobalt-based superalloys from Co-Al-W-Ni-Cr-(Nb,Ta)-C-B system with γ/γ' microstructure. Aiming possible application for Friction Stir Welding (FSW) tool in the compositions: (Co-10Al-7.5W-30Ni-10Cr-3.0Nb-0.6C-0.06B %at.) - 30Ni-3Nb, (Co-10Al-7.5W-40Ni-10Cr-3.0Nb-0.6C-0.06B %at.) - 40Ni-3Nb, (Co-10Al-7.5W-50Ni-10Cr-3.0Nb-0.6C-0.06B %at.) - 50Ni-3Nb, including the patented alloy (Co-10Al-7.5W -40Ni-10Cr-3.0Ta-0.6C-0.06B %at.) - 40Ni-3Ta considered the standard alloy for this project. The microstructural characterization was made by Scanning Electron Microscopy (SEM), Scanning Electron Microscopy with Field Emission Gun (SEM-FEG), semi-quantitative microanalysis measures and chemical mapping by EDS, characterization by X - ray diffraction and mechanical test of hardness Vickers in all the samples. The results of the microstructural and mechanical characterization for 40Ni-3Ta alloy were similar to those found in the literature. The 40Ni-3Nb alloy showed the closest results, among the other alloys studied in comparison with the standard alloy.

Keywords: Cobalt-based superalloys. γ/γ' microstructure. Friction Stir Welding tool. Friction Stir Welding (FSW).

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Processo de soldagem por atrito com pino não consumível.....	22
Figura 2 - Modelo simples de uma ferramenta do processo.	23
Figura 3 - Pinos com diferentes geometrias: a. base arredondada, b. base plana, c. MX trífute, d. A-skew TM , e. Trivex, f. sem rosca.	24
Figura 4 - ConFiguração de juntas de Soldagem por Atrito com Pino não consumível: (a) topo simples, (b) topo de aresta, (c) topo em T, (d) sobreposta, (e) sobreposta múltipla, (f) sobreposta em T, e (g) filete.	25
Figura 5 - Regiões encontradas numa soldagem por SAPNC.	27
Figura 6 – Distribuição de tamanho de grão em vários locais da zona misturada na liga de alumínio 7050.	28
Figura 7- Microestrutura das zonas termomecanicamente afetada (ZTMA) e misturada (ZM) na soldagem por SAPNC na liga de alumínio 7075.	29
Figura 8 - Micrografia eletrônica de uma superliga Co-Al-W. Partículas cuboidais aumentam a resistência da liga à base de cobalto em temperaturas elevadas.	37
Figura 9 - Seções isotérmicas a 900 e 1000°C do diagrama ternário Co-Al-W.	38
Figura 10 - Ferramenta de SAPNC. (a) antes da soldagem e (b) com desgaste após soldagem de 45,7 m em aço de baixo carbono.	40
Figura 11 - Ferramenta de SAPNC. (a) antes da soldagem e (b) com desgaste após soldagem de 200 mm na liga Ti-6Al-4V.	41
Figura 12 - Ferramenta de SAPNC após a soldagem de 1,4 mm na liga zircaloy 4.	42
Figura 13 - Micrografias da superliga 30Ni-3Nb no estado bruto de fusão.	48
Figura 14 - Resultados de mapeamento da superliga 30Ni-3Nb no estado bruto de fusão.	49
Figura 15 - Difratoograma da liga 30Ni-3Nb em estado bruto de fusão.	50
Figura 16 - Microestruturas da liga 40Ni-3Nb em estado bruto de fusão.	52
Figura 17 - Difratoograma da liga 40Ni-3Nb em estado bruto de fusão.	53
Figura 18 - Micrografias da liga 50Ni-3Nb no estado bruto de fusão.	55
Figura 19 - Difratoograma da liga 50Ni-3Nb em estado bruto de fusão.	56
Figura 20 - Micrografias da liga 30Ni-3Nb após os tratamento térmico a 1150 °C por 168 horas.	58

Figura 21 - Difratoograma da liga 30Ni-3Nb tratada termicamente a 1150°C por 168 h.....	59
Figura 22 - Micrografias da liga 40Ni-3Nb após os tratamentos térmicos a 1150 °C por 168 horas.	60
Figura 23 - Difratoograma da liga 40Ni-3Nb tratada termicamente a 1150°C por 168 h.....	61
Figura 24 - Micrografias da superliga 50Ni-3Nb após os tratamentos térmicos a 1150 °C por 168 horas.....	62
Figura 25 - Difratoograma da liga 50Ni-3Nb tratada termicamente a 1150°C por 168 h.....	63
Figura 26 - Valores de dureza Vickers das ligas (30, 40, 50)Ni-3Nb no estado bruto de fusão e após tratamento térmico a 1150°C por 168h.	64
Figura 27 - Micrografias da superliga 40Ni-3Ta em estado bruto de fusão.	65
Figura 28 - Difratoograma da liga 40Ni-3Ta em estado bruto de fusão.	66
Figura 29 - Micrografias da superliga 40Ni-3Nb após os tratamentos térmicos de solubilização a 1250°C por 24h e envelhecimento a 1000°C por 168h.	67
Figura 30 - Difratoograma da liga 40Ni-3Nb após os tratamentos térmicos de solubilização a 1250 °C por 24 h e envelhecimento a 1000°C por 168h.	68
Figura 31 - Micrografias da superliga 40Ni-3Ta após os tratamentos térmicos de solubilização a 1250 °C por 24 h e envelhecimento a 1000°C por 168h.	69
Figura 32 - Difratoograma da liga 40Ni-3Ta após tratamentos térmicos de solubilização a 1250°C por 24h seguido de envelhecimento a 1000°C por 168h.	70
Figura 33 - Valores de dureza Vickers para as ligas 40Ni-3Nb e 40Ni-3Ta no estado bruto de fusão e após tratamentos térmicos de solubilização a 1250°C por 24h e envelhecimento a 1000°C por 168h.....	71
Figura 34 - Pino fabricado para soldagem por SAPNC.....	73

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - As principais ferramentas utilizadas para SAPNC e a espessura soldada por essas ferramentas.	18
Tabela 2 - Propriedades de tensão da liga Ti-6Al-4V, em relação ao metal base e a junta soldada.	31
Tabela 3 - Parâmetros e materiais para ferramenta no processo SAPNC para aços.	32
Tabela 4 - Materiais soldados pela ferramenta de superliga a base de cobalto desenvolvida.	40
Tabela 5 - Composição química (%at.) das ligas que foram estudadas no presente trabalho e comparadas com a liga padrão.	44
Tabela 6 - Resultados de microanálise por EDS da liga 30Ni-3Nb no estado bruto de fusão.	50
Tabela 7 - Resultados de microanálise por EDS da superliga 40Ni-3Nb no53	53
Tabela 8 - Resultados de microanálise por EDS da superliga 50Ni-3Nb em estado bruto de fusão.	55
Tabela 9 - Resultados de microanálise por EDS da liga 30Ni-3Nb após os tratamentos térmicos a 1150 °C por 168 horas.....	59
Tabela 10 - Resultados de microanálise por EDS da liga 40Ni-3Nb após os tratamentos térmicos a 1150 °C por 168 horas.....	61
Tabela 11 - Resultados de microanálise por EDS da liga 50Ni-3Nb após os tratamentos térmicos a 1150 °C por 168 horas.....	63
Tabela 12 - Resultados de microanálise por EDS da superliga 40Ni-3Ta no estado bruto de fusão.	65
Tabela 13 - Resultados de microanálise por EDS da superliga 40Ni-3Nb após os tratamentos térmicos de solubilização a 1250 °C por 24 h e envelhecimento a 1000°C por 168h.....	67
Tabela 14 - Resultados de microanálise por EDS da superliga 40Ni-3Ta após os tratamentos térmicos de solubilização a 1250 °C por 24 h e envelhecimento a 1000°C por 168h.....	70

LISTA DE SIGLAS

LNNano	Laboratório Nacional de Nanotecnologia
SAPNC	Soldagem por Atrito com Pino não Consumível
FSW	Friction Stir Welding
EDS	<i>Energy Dispersive Spectrometer</i> (Espectrômetro por Energia Dispersiva)
CFC	Cúbica de Face Centrada
ZM	Zona Misturada
ZS	Zona de Solda
ZTMA	Zona Termomecanicamente Afetada
ZTA	Zona Termicamente Afetada
HV	<i>Hardness Vickers</i> (Dureza <i>Vickers</i>)
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
MEV-FEG	Microscópio Eletrônico de Varredura – <i>Field Emission Gun</i>
DRX	Difração de Raios X
TT	Tratamento Térmico
TS	Tratamento Térmico de Solubilização
TE	Tratamento Térmico de Envelhecimento

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
2 OBJETIVO	20
2.1 OBJETIVO GERAL.....	22
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	22
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	21
3.1 O PROCESSO DE SOLDAGEM POR ATRITO COM PINO NÃO CONSUMÍVEL	21
3.2 PARÂMETROS DO PROCESSO	23
3.2.1 Geometria da ferramenta	23
3.2.2 Projeto da junta	24
3.2.3 Parâmetros de soldagem	25
3.3 MICROESTRUTURA DA JUNTA SOLDADA.....	27
3.4 PRINCIPAIS MATERIAIS A SEREM SOLDADOS COM EFICIÊNCIA POR SAPNC.....	30
3.4.1 Ligas de titânio	30
3.4.2 Aços	31
3.5 MATERIAIS UTILIZADOS COMO FERRAMENTA PARA SAPNC	34
3.5.1 Aço	34
3.5.2 Nitreto Cúbico de Boro Policristalino (NCBP).....	35
3.5.3 Desenvolvimento das ligas à base de Co para aplicações em ferramentas de SAPNC.....	36
3.5.3.1 Diagrama de fases ternário Co-Al-W.....	38
3.5.3.2 A adição de elementos de liga ao ternário Co-Al-W.....	38
3.5.3.3 A ferramenta de SAPNC desenvolvida por Park e colaboradores	39
3.5.3.3.1 Soldagem de aço baixo carbono	40

3.5.3.3.2 Soldagem da liga Ti-6Al-4V	41
3.5.3.3.3 Soldagem de Zircaloy 4	41
3.6 SELEÇÃO DO MATERIAL PARA FERRAMENTA	42
3.7 PRINCIPAIS VANTAGENS DO PROCESSO SAPNC:.....	43
4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	44
4.1 PRODUÇÃO DAS LIGAS	44
4.2 ENCAPSULAMENTO E TRATAMENTOS TÉRMICOS DAS LIGAS	45
4.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	45
4.3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV - FEG - <i>Field Emission Gun</i>)	45
4.3.2 Difratometria de raios – X	46
4.4 ENSAIO DE DUREZA.....	46
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	47
5.1.1 Estado bruto de fusão das superligas de (30, 40, 50)Ni-3Nb	47
5.1.3 Resultados dos ensaios de dureza Vickers das ligas (30, 40, 50)Ni-3Nb no estado bruto de fusão e após tratamento térmico a 1150°C por 168h.....	64
5.1.4 Estado bruto de fusão da liga 40Ni-3Ta.....	65
5.1.5 Tratamentos térmicos de solubilização seguido de envelhecimento das ligas de 40Ni-3Nb e 40Ni-3Ta	67
5.2 PRODUÇÃO DE PINOS PARA ENSAIOS DE SAPNC	72
6 CONCLUSÕES.....	74
REFERÊNCIAS	76

1 INTRODUÇÃO

Soldagem por Atrito com Pino Não Consumível (SAPNC), em inglês “*Friction Stir Welding*” (FSW) é um processo de junção em estado sólido usado atualmente com eficiência para unir metais tais como alumínio, cobre, magnésio e suas ligas. Este processo evita vários problemas observados na soldagem por fusão, como trincas a frio; porosidade e perda de material por volatilização (RAI et al., 2011). O processo apresenta vantagens significativas na soldagem de metais dissimilares devido à minimização de reações no estado sólido (NANDAN; DEBROY; BHADESHIA, 2008).

Atualmente, os principais materiais utilizados na confecção da ferramenta para SAPNC são: aços, Nitreto Cúbico de Boro Policristalino (NCBP) e ligas de tungstênio. As ferramentas feitas em aço soldam basicamente alumínio, ligas de magnésio e compósitos de matriz de alumínio (RAI et al., 2011). Essas ferramentas têm sido ainda utilizadas para soldar metais dissimilares como cobre puro (99,5 %) e latão (CuZn30) (LEE et al., 2009).

Possuindo alta resistência, dureza e estabilidade a elevadas temperaturas, o NCBP é a ferramenta mais utilizada para soldar aços. Porém devido às altas temperaturas e pressões necessárias na fabricação destas ferramentas, este material tem um custo muito elevado. Ainda, devido à sua baixa resistência à propagação de trincas, o NCBP tem tendência a fraturar-se no contato inicial da ferramenta com a junta a ser soldada (RAI et al., 2011).

A liga W-25%p Re (peso) solda aços e ligas de titânio com sucesso (RAI et al., 2011). Weinberger e colaboradores produziram soldas de boa qualidade em aços martensíticos endurecidos por precipitação. Quando comparada às soldas produzidas com ferramenta de tungstênio puro, observaram que a liga é quatro vezes mais resistente a 1000 °C. A liga W-25%p Re ainda tem baixa temperatura de transição dúctil-frágil, resistência à fratura e ao desgaste quando comparada ao tungstênio puro (WEINBERGER; ENZINGER; CERJAK, 2009). A principal limitação dessa liga também é seu custo elevado (RAI et al., 2011).

A Tabela 1 apresenta os materiais para ferramenta mais comuns para a soldagem de diferentes ligas e suas espessuras.

Tabela 1 - As principais ferramentas utilizadas para SAPNC e a espessura soldada por essas ferramentas. Adaptado de (MEILINGER; TÖRÖK, 2013).

Ligas soldadas	Espessura (mm)	Material da ferramenta
Ligas de alumínio	3-50	Aços, compósito Co-WC
Ligas de magnésio	3-10	Aços, compósito WC
Ligas de cobre	3-50	ligas de W, NCBP, aços
Ligas de titânio	3-10	Ligas de W
Aços inoxidáveis	3-10	NCBP, ligas de W
Aços baixo-carbono	3-10	Compósito WC, NCBP
Ligas de níquel	3-10	NCBP

A viabilidade comercial do processo SAPNC para materiais com temperaturas de fusão mais altas, como aços e ligas de titânio, aguarda o desenvolvimento de ferramentas mais duráveis e com menores custos. A seleção do material e o modelo da ferramenta afetam profundamente seu desempenho, a qualidade da junta soldada e seu custo (RAI et al., 2011). Assim estão em desenvolvimento ligas a base de Co que têm suas resistências aumentadas por precipitados intermetálicos $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{W})$, com estrutura L1_2 e que possuem custos mais baixos que as ligas W-Re e NCBP. Park e colaboradores fizeram a soldagem com ferramentas de superliga à base de Co e NCBP em vários tipos de aço, além de Ti puro e algumas ligas de Ti e zircaloy, sendo que as ferramentas cerâmicas fraturaram em todas as amostras quando usadas repetidamente, enquanto que a liga a base de cobalto resistiu a esses mesmos materiais sem fratura (HITACHI, 2011).

No presente trabalho estudou-se modificações da liga (Co-Al10-W7,5-Ni40-Cr10-Ta3,0-Co0,6-B0,06 - %at.) apresentada por Park e colaboradores, substituindo o tântalo pelo nióbio, além de modificações na quantidade de níquel em detrimento/favorecimento da quantidade de cobalto, visando uma possível aplicação em SAPNC. Os motivos da substituição de Ta por Nb são apontados a seguir:

- (1) Os metais Ta e o Nb possuem propriedades físico-químicas similares, sendo que o diagrama de fases binário Nb-Ta é isomorfo;
- (2) O Brasil tem as maiores reservas de Nb do mundo, cerca de 95%;
- (3) O preço do nióbio é cerca de dez vezes inferior ao tântalo, sendo que há a possibilidade que se torne vantajoso se as propriedades das ligas forem similares.

2 OBJETIVO

2.1 OBJETIVO GERAL

Processar e caracterizar microestruturalmente e por ensaio de dureza a liga: (Co-10Al-7,5W-40Ni-10Cr-3,0Ta-0,6C-0,06B % at.), produzida por Park e colaboradores (HITACHI, 2011) e as ligas modificadas: (Co-10Al-7,5W-30Ni-10Cr-3,0Nb-0,6C-0,06B % at.), (Co-10Al-7,5W-40Ni-10Cr-3,0Nb-0,6C-0,06B % at.) e (Co-10Al-7,5W-50Ni-10Cr-3,0Nb-0,6C-0,06B % at.), visando aplicação como material de ferramenta para soldagem por atrito.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Produzir amostras das ligas: (Co-10Al-7,5W-40Ni-10Cr-3,0Ta-0,6C-0,06B % at.), (Co-10Al-7,5W-30Ni-10Cr-3,0Nb-0,6C-0,06B % at.), (Co-10Al-7,5W-40Ni-10Cr-3,0Nb-0,6C-0,06B % at.) e (Co-10Al-7,5W-50Ni-10Cr-3,0Nb-0,6C-0,06B % at.);
- Realizar Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de Raios X (DRX) e ensaio de Dureza Vickers das amostras em estado bruto de fusão;
- Realizar tratamentos térmicos nas amostras;
- Realizar Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Microscopia Eletrônica de Varredura por Emissão de Campo (MEV – FEG), Difração de Raios X (DRX) e ensaio de Dureza Vickers das amostras após os tratamentos térmicos;
- Realizar usinagem por eletroerosão a partir de amostras tratadas termicamente a fim de obter o formato das ferramentas para SAPNC.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 O PROCESSO DE SOLDAGEM POR ATRITO COM PINO NÃO CONSUMÍVEL

Soldagem por atrito com pino não consumível (SAPNC) em inglês *Friction Stir Welding* (FSW), é um processo de união em estado sólido inventado em 1991 em Cambridge, no Reino Unido, pela *The Welding Institute* (THE WELDING INSTITUTE, 1995). O processo consiste em uma ferramenta cilíndrica, não consumível, que rotaciona em torno de seu próprio eixo a alta velocidade e que é composta de um pino (extremidade) e ombro realizando uma junção sem fusão de duas chapas ou placas em movimento transversal ao longo da junta (HERMENEGILDO, 2012). A ferramenta tem como funções principais aquecer as peças a serem soldadas, induzir o fluxo de material e limitar o aquecimento abaixo do ombro da ferramenta (ZHANG et al., 2012). Primeiramente o aquecimento produz um “amolecimento” local na região ao redor do pino e a combinação de rotação e translação da ferramenta ao longo da junta conduz o movimento do material da frente para trás do pino. O ombro da ferramenta ainda limita o fluxo de material abaixo da superfície inferior do ombro (MISHRA; MA, 2005; ZHANG et al., 2012). A Figura 1 ilustra o processo SAPNC.

Figura 1 - Processo de soldagem por atrito com pino não consumível.

Fonte: Adaptado de (ZHANG et al., 2012).

O processo passa por deformação plástica severa a elevadas temperaturas resultando na geração de finos grãos recristalizados e equiaxiais (RHODES et al., 1997).

A soldagem por atrito com pino não consumível é considerada um dos processos de soldagem mais significativos das últimas décadas. Algumas vantagens do processo pode-se relacionar: (i) a união de metais abaixo da temperatura de fusão, o que minimiza/evita alguns defeitos encontrados na soldagem por fusão como trincas a frio, porosidade e perda de material por volatilização; (ii) repetitividade e automação do processo; (iii) menores distorções e modificações metalúrgicas na zona termicamente afetada (ZTA); (iv) pode ser aplicado a vários tipos de juntas: de topo, filete, sobreposta, em ângulo; (v) solda metais dissimilares com certo grau de incompatibilidade metalúrgica; (vi) eficiência energética (baixo aporte térmico) (MISHRA; MA, 2005).

3.2 PARÂMETROS DO PROCESSO

Soldagem por atrito com pino não consumível envolve um movimento complexo de material e deformação plástica severa. A geometria da ferramenta, projeto da junta e os parâmetros da soldagem exercem efeito significativo no fluxo de material e distribuição de temperatura, assim influenciando a microestrutura do material (HERMENEGILDO, 2012).

3.2.1 Geometria da ferramenta

A ferramenta de SAPNC é formada por um pino, de comprimento ligeiramente menor que a espessura do material a ser soldado e por um ombro de diâmetro maior que o pino. A Figura 2 ilustra uma ferramenta utilizada na soldagem.

Figura 2 - Modelo simples de uma ferramenta do processo.

Fonte: Adaptado de (NANDAN; DEBROY; BHADESHIA, 2008).

O fluxo do material deformado plasticamente é afetado pela geometria da ferramenta tal como seu movimento linear e rotacional. Fatores importantes são o diâmetro do ombro, acabamento superficial do ombro, a forma e tamanho do pino (MISHRA; MA, 2005; NANDAN; DEBROY; BHADESHIA, 2008).

O diâmetro do ombro da ferramenta é responsável por grande parte da geração de calor, na produção de juntas sem defeitos e com bom acabamento superficial. É necessário que o ombro contenha o fluxo de material e redirecione para baixo (HERMENEGILDO, 2012). A ferramenta deve ter aderência adequada ao material da junta que sofrerá deformação plástica. O torque e a força transversal não devem ser excessivos. O diâmetro do ombro da ferramenta é um fator que influencia na maior resistência da junta soldada, visto que existe um valor ótimo para uma junta ser mais resistente (RAI et al., 2011).

A forma do pino que normalmente é cilíndrica ou cônica, possuindo filetes de rosca ou não, influencia no fluxo do material que sofre deformação plástica e ainda afeta as propriedades da soldagem. Enquanto o ombro facilita o fluxo de grande parte do material soldado, o pino movimenta menor quantidade de material ao seu redor (YADAVA et al., 2010). A Figura 3 apresenta algumas geometrias utilizadas no processo SAPNC.

Figura 3 - Pinos com diferentes geometrias: a. base arredondada, b. base plana, c. MX triflute, d. A-skewTM, e. Trivex, f. sem rosca.

Fonte: (MEILINGER; TÖRÖK, 2013).

3.2.2 Projeto da junta

As configurações de juntas mais comuns em SAPNC são as juntas de topo e sobreposta (MISHRA; MA, 2005).

A Figura 4(a-g) ilustra algumas configurações de juntas mais comuns utilizadas em SAPNC. A Figura 4a exibe uma junta de topo simples na qual deve ser fixada a um suporte de modo a impedir que as duas chapas se afastem devido aos movimentos de rotação e translação da ferramenta. Em uma junta sobreposta simples, Figura 4d, duas placas ou chapas sobrepostas são fixadas em uma placa de apoio. A ferramenta é mergulhada verticalmente por meio do movimento de rotação através da placa superior na placa inferior e então transladada ao longo da junta a fim de unir as duas chapas. Além das juntas de topo e sobreposta, outras configurações de juntas também podem ser obtidas, tal como a junta filete, Figura 4g (MISHRA; MA, 2005).

Nenhuma preparação especial deve ser feita para o processo SAPNC de juntas de topo e sobreposta. O que se deve levar em consideração é a limpeza superficial das juntas, livre de camadas de óxido (MISHRA; MA, 2005).

Figura 4 - Configuração de juntas de Soldagem por Atrito com Pino não consumível: (a) topo simples, (b) topo de aresta, (c) topo em T, (d) sobreposta, (e) sobreposta múltipla, (f) sobreposta em T, e (g) filete.

Fonte: (MISHRA; MA, 2005).

3.2.3 Parâmetros de soldagem

Dois parâmetros muito importantes em SAPNC são a velocidade de rotação da ferramenta em rotações por minuto (rpm), em sentido horário ou anti-horário e a velocidade transversal da ferramenta (mm/min) ao longo da junta a ser

soldada. A rotação da ferramenta tem o objetivo de aquecer e misturar o material ao redor do pino e o movimento transversal tem o objetivo de mover o material da frente para trás do pino (HERMENEGILDO, 2012).

Maiores velocidades de rotação da ferramenta geram temperaturas mais altas em consequência do aquecimento pelo atrito com a peça, resultando numa maior deformação e mistura dos materiais a serem soldados. O ângulo de inclinação da ferramenta em relação à superfície da junta também é um fator importante, visto que o ombro da ferramenta deve conter e direcionar para baixo o material que sofreu deformação plástica de modo a promover um escoamento adequado do material (HERMENEGILDO, 2012).

A profundidade de inserção do pino está associada com a sua altura, sendo que sua profundidade de inserção deve ser adequada para que o ombro faça contato com a superfície da junta. De outro modo, o ombro não pode mover o material que sofreu deformação plástica eficientemente da frente para trás do pino, o que resulta em imperfeições na soldagem (MISHRA; MA, 2005).

O pré-aquecimento da junta pode ser importante para materiais com elevado ponto de fusão, como aços e ligas de titânio, em que o calor produzido no processo nem sempre é suficiente para amolecer e misturar o material ao redor do pino. O pré-aquecimento evita possíveis defeitos e ainda promove um melhor escoamento do material a ser soldado (BROOKER et al., 2001; PRADO et al., 2003).

Na seção transversal de uma junta soldada por SAPNC podem ser identificadas quatro zonas distintas: zona misturada (ZM), zona termomecanicamente afetada (ZTMA), zona termicamente afetada (ZTA) e metal base (MB) como ilustrado na Figura 5.

A. Metal de base (MB): é o local onde não ocorre qualquer alteração nas propriedades do material.

B. Zona termicamente afetada (ZTA): região B é a região onde ocorre aquecimento do material, porém sem deformação. Essa região é similar à soldagem convencional, entretanto, o pico máximo de temperatura é inferior à curva *solidus* da liga.

C. Zona termomecanicamente afetada (ZTMA): onde se tem deformação e aquecimento, porém sem mistura do material. Nessa região a microestrutura anteriormente à soldagem é mantida, porém em seu estado deformado.

D. Zona misturada (ZM) ou zona de solda (ZS): onde houve grande deformação plástica e um elevado aquecimento devido ao processo de mistura. Essa região é a consequência do processo de transporte de material da frente para a parte de trás da ferramenta (NANDAN; DEBROY; BHADESHIA, 2008).

Figura 5 - Regiões encontradas numa soldagem por SAPNC: A - Metal de Base (MB); B - Zona Termicamente Afetada (ZTA); C - Zona Termomecanicamente Afetada (ZTMA); D - Zona Misturada (ZM) ou Zona de Solda (ZS).

Fonte: Adaptado de (NANDAN; DEBROY; BHADESHIA, 2008).

3.3 MICROESTRUTURA DA JUNTA SOLDADA

A zona misturada ou zona de solda apresenta intensa deformação plástica e aquecimento por atrito o que resulta numa microestrutura fina de grãos recristalizada dinamicamente. No interior de grãos recristalizados geralmente se tem baixa densidade de discordâncias (MISHRA; MA, 2005). Entretanto, algumas pesquisas mostraram que pequenos grãos recristalizados na zona misturada têm alta densidade de cortornos de subgrão, subgrãos e discordâncias (HEINZ; SKROTZKI, 2002; KWON; SHIGEMATSU; SAITO, 2003; SATO et al., 1999; YADAVA et al., 2010), a Figura 6 ilustra a microestrutura apresentada pela zona de solda após a soldagem.

O tamanho de grão na zona de solda tende a aumentar próximo da face da solda e diminuir com a distância em qualquer lado da linha de centro da solda, e isso corresponde a aproximadamente à variação de temperatura dentro da zona misturada (MISHRA; MA, 2005). Mahoney e colaboradores relataram a variação de temperatura e de tamanho de grão do fundo ao topo como também do lado do

avanço do recuo em uma solda de alumínio 7050 com espessura de 6,35 mm (MAHONEY, et al., 2001). A Figura 6 apresenta a distribuição dos grãos em locais diferentes da zona misturada da solda do alumínio 7050, com as seguintes faixas de tamanho de grãos médias. (i) de 3,2 μm no fundo 5,3 μm no topo; e (ii) 3,5 μm do lado do recuo a 5,1 μm no lado do avanço. Acredita-se que essa variação no tamanho do grão do fundo para o topo da zona de solda está associada à diferença no perfil de temperatura e dissipação de calor na zona misturada, pois a base das peças está em contato com a placa de apoio, e a temperatura de pico é mais baixa e o ciclo térmico é mais curto comparado ao topo da zona de solda. A combinação de temperatura mais baixa e tempo de exposição mais curto no fundo da zona misturada efetivamente retardam o crescimento de grão e resulta em grãos recristalizados menores. É evidente que com o aumento da espessura da peça, a diferença de temperatura entre a base e o topo da zona misturada aumenta, resultando em diferença de aumento no tamanho e grão (MISHRA; MA, 2005).

Figura 6 – Distribuição de tamanho de grão em vários locais da zona misturada na liga de alumínio 7050.

Fonte: adaptado de (MISHRA; MA, 2005).

A ZTMA é caracterizada por uma estrutura que foi submetida a aquecimento e deformação plástica. Uma micrografia típica é ilustrada na Figura 7. A ZTMA é caracterizada por uma estrutura altamente deformada em que o metal base foi deformado em um padrão de fluxo ascendente ao redor da zona de solda. Embora a ZTMA tenha sido submetida à deformação plástica, a recrystalização não ocorre nessa região. Entretanto, a dissolução de alguns precipitados foi observada na ZTMA devido à exposição a altas temperaturas durante o processo de SAPNC. A extensão da dissolução depende do ciclo térmico experimentado pela ZTMA. Além disso, verifica-se que os grãos na ZTMA usualmente contêm alta densidade de subgrãos (MISHRA; MA, 2005).

Figura 7- Microestrutura das zonas termomecanicamente afetada (ZTMA) e misturada (ZM) na soldagem por SAPNC na liga de alumínio 7075.

Fonte: (MISHRA; MA, 2005).

Além da ZTMA, há a zona termicamente afetada (ZTA). Essa zona experimenta um ciclo térmico, mas não é submetida a nenhuma deformação plástica. Mahoney et al. definem a ZTA como uma zona que experimenta um aumento de temperatura acima de 250°C para a liga de alumínio tratável

termicamente (MAHONEY et al., 2001). A ZTA retém a mesma estrutura de grão com a do material base. Entretanto, a exposição térmica acima de 250°C exerce um efeito significativo na estrutura de precipitados (MISHRA; MA, 2005).

3.4 PRINCIPAIS MATERIAIS A SEREM SOLDADOS COM EFICIÊNCIA POR SAPNC

3.4.1 Ligas de titânio

Rhodes e colaboradores produziram juntas livres de defeitos em que a zona termomecanicamente afetada geralmente não foi constatada sendo uma região tipicamente observada na soldagem de ligas de alumínio (RHODES et al., 1997). Contudo Ramirez e Juhas (RAMIREZ; JUHAS, 2003) identificaram uma faixa estreita da zona termomecanicamente afetada com cerca de 30 µm.

Transformações de fase alotrópicas nas ligas de titânio juntamente com deformação e resfriamento contínuo produzem microestruturas complexas em SAPNC (MISHRA; MA, 2005). Juhas et al. (JUHAS; VISWANATHAN; FRASER, 2000) relataram encontrar ferrita de Widmanstatten, sendo que quando a liga foi resfriada rapidamente essa microestrutura era refinada.

A Tabela 2 mostra as propriedades de tensão do processo SAPNC da liga Ti-6Al-4V na região transversal à junta soldada e no metal base (LEE; YEON; JUNG, 2003). Pela Tabela a região soldada teve total eficiência com respeito à tensão de escoamento e ao limite de resistência à tração em relação ao metal de base. A ductilidade da região soldada se compara fielmente com o metal de base. Os desvios padrões foram relativamente pequenos tanto para os valores de resistência quanto para os valores de deformação, indicando a repetitividade dos resultados (MISHRA; MA, 2005).

Tabela 2 - Propriedades mecânicas em função da liga Ti-6Al-4V, em relação ao metal base e a junta soldada adaptado de (MISHRA; MA, 2005).

Materiais	Tensão de escoamento (MPa)	Limite de resistência à tração (MPa)	Deformação (%)
Metal Base	897±0,7	957,7±3,4	12,7±0,5
Material soldado	912,9 ±8,3	1013,6±8,3	12,7±0,9

3.4.2 Aços

A soldagem por SAPNC tem um menor aporte térmico se comparado aos processos de fusão convencionais. Por isso na soldagem de aços, espera-se obter menos mudanças metalúrgicas na zona termicamente afetada (ZTA) e que a distorção e a tensão residual sejam minimizadas, o que é extremamente importante na soldagem de juntas mais espessas, como na construção naval. Problemas de fratura envolvendo hidrogênio poderiam ser eliminados devido à soldagem no estado sólido (MISHRA; MA, 2005).

A Tabela 3 apresenta vários aços já estudados com a espessura das chapas, os parâmetros de soldagem e as ferramentas de SAPNC utilizadas.

Através desses estudos algumas observações importantes foram feitas.

Em alguns casos, argônio foi usado como gás de proteção contra oxidação tanto para a ferramenta quanto para a região soldada (LIENERT; TANG; KVIDAHL, 2003; PARK et al., 2003; POSADA et al., 2003; JOHNSON et al., 2001). Porém alguns casos não revelaram se utilizaram gás de proteção ou não (THOMAS; THREADGILL; NICHOLAS, 1999; LIENERT; GOULD, 1999; REYNOLDS et al., 2001; POSADA; DELOACH; REYNOLDS, 2003; STERLING et al., 2003). Posteriormente nenhum estudo relatou os efeitos de gás de proteção na qualidade da soldagem por SAPNC.

Tabela 3 - Parâmetros e materiais para ferramenta no processo SAPNC para aços.

Materiais Soldados	Espessura da chapa (mm)	Rotação da Ferramenta (rpm)	Velocidade de soldagem (mm/min)	Material da Ferramenta	Ref.
Aço - 12% Cr	12	-	240	-	THOMAS, 1999
Aço - Baixo Carbono	12; 15	-	102	-	THOMAS, 1999
AISI 1010	6,4	450-650	25-102	Ligas de Mo e W	LIENERT, 1999; LIENERT, 2003; DOHERT, 1997
304 L	3,2; 6,4	300; 500	102	Ligas de W	REYNOLDS, 2001; POSADA, 2001
304	6	550	78	NBCP	PARK, 2003
304L, 316L	5; 10	300-700	150-180	-	POSADA, 2003
Al 6XN	6,4; 12,7	-	102	Liga de W	REYNOLDS, 2001; POSADA, 2003
ARBL – 65	6,4; 12,7	400-450	99-120	W	JOHNSON, 2001
DH – 36	6,4	-	102-457	Liga de W	POSADA, 2003; REYNOLDS, 2003
C-Mn	6,4	-	-	NBCP	STERLING, 2003

Thomas e colaboradores demonstraram que a temperatura da ferramenta ficava acima de 1000 °C e que a região soldada encontrava-se entre 900 a 1000°C após a passagem da ferramenta (THOMAS; THREADGILL; NICHOLAS, 1999). Lienert e Gould também encontraram um pico de temperatura acima de 1000°C logo acima do ombro da ferramenta utilizando termopares de câmara de infravermelho. Eles sugeriram ainda que a temperatura da zona misturada (ZM)

excedia os 1100° C e provavelmente ultrapassaria 1200°C (LIENERT; GOULD, 1999).

A maioria das chapas entre 3,2 e 6,4 mm pode ser soldada com sucesso com um único passe. Para chapas com espessura acima de 6,4 mm, geralmente usa-se dois passes um de cada lado da chapa, devido ao alcance da ferramenta ser relativamente curto na soldagem de aços quando comparado à soldagem de ligas de alumínio (THOMAS; THREADGILL; NICHOLAS, 1999). O pré-aquecimento tanto da ferramenta quanto das chapas a serem soldadas por volta de 300°C facilitam a soldagem do aço ARBL-65 (POSADA et al., 2003).

A ZTMA observada em SAPNC de ligas de alumínio, não é evidenciada em aços devido às transformações que ocorrem durante o ciclo térmico. Park e colaboradores relataram que a ZTMA no aço 304 é caracterizada por uma microestrutura recuperada (PARK et al., 2003), enquanto que Johnson e Threadgill, observaram uma recristalização parcial na zona termomecanicamente afetada dos aços 304L e 316L (JOHNSON; THREADGILL, 2003).

A evolução microestrutural dos aços durante o processo de SAPNC é mais complexa quando comparado ao processo envolvendo ligas de alumínio devido às transformações de fases, recristalização e ao crescimento de grão a temperaturas de 1000 °C ou acima. Posada e colaboradores obtiveram em aço inoxidável uma estrutura com grãos equiaxiais refinados na zona misturada (POSADA, et al., 2003). Entretanto para aço de baixo carbono, aço com 12 % cromo e aço ARBL-65, dependendo da temperatura do processo e da composição da liga, diferentes microestruturas podem ser observadas (THOMAS, THREADGILL; NICHOLAS, 1999; LIENERT; GOULD, 1999; JOHNSON et al., 2001).

No geral, aços soldados pelo processo SAPNC exibem propriedades satisfatórias nos ensaios de dureza, dobramento e tração e ensaio de impacto Charpy (THOMAS; THREADGILL; NICHOLAS, 1999; LIENERT; GOULD, 1999; LIENERT; TANG; KVIDAHL, 2003; POSADA; DEALOCH; REYNOLDS, 2003; JOHNSON et al., 2001). Os ensaios de tração mostraram que os limites de resistência e de escoamento das juntas são geralmente superiores aos do metal de base, distante da junta ou da ZTMA e da ZTA. A ductilidade, porém é comparável a do metal base. A dureza das juntas foi superior ao do metal de base (THOMAS; THREADGILL; NICHOLAS, 1999; LIENERT; GOULD, 1999;

LIENERT; TANG; KVIDAHL, 2003; REYNOLDS et al., 2001; POSADA; DELOACH; REYNOLDS, 2003).

3.5 MATERIAIS UTILIZADOS COMO FERRAMENTA PARA SAPNC

Soldagem por atrito com pino não consumível é um processo de deformação termomecânica, onde a temperatura da ferramenta se aproxima da temperatura *solidus* do metal de base. Uma solda de qualidade requer uma seleção adequada do material da ferramenta a ser utilizada, sendo imprescindível:

- (i) resistência a deformações compressivas a altas temperaturas;
- (ii) boa resistência mecânica, estabilidade dimensional e resistência à fluência;
- (iii) boa resistência à fadiga térmica a fim de resistir a repetidos ciclos de aquecimento/resfriamento;
- (iv) nenhuma reação nociva com o metal base;
- (v) boa resistência à fratura no contato com o metal base;
- (vi) baixo coeficiente de expansão térmica entre o material do pino e do ombro da ferramenta a fim de reduzir tensões térmicas;
- (vii) preços acessíveis.

3.5.1 Aço

Ligas de alumínio ou magnésio são comumente soldadas utilizando ferramentas de aço (MISHRA; MA, 2005; RAI et al., 2011). Tem-se usado também ferramentas de aço para a união de metais dissimilares, tanto em juntas de topo quanto em sobrepostas (CHEN, 2009; ELREFAEY et al., 2005; LEE et al., 2009). Meran e Kovan usaram uma ferramenta de aço X155CrMoV12-1 para a soldagem de cobre puro (99,5 %) com latão CuZn30 em juntas de topo (MERAN; KOVAN, 2008). Para SAPNC de compósitos de matriz de alumínio, alguns estudos têm mostrado que a ferramenta desgasta inicialmente e posteriormente obtêm-se uma forma que torna o desgaste muito menos pronunciado. Essa forma que depende

dos parâmetros do processo pode reduzir o desgaste quando é utilizada como a primeira ferramenta a soldar. O desgaste da ferramenta aumenta com a velocidade de rotação e decresce com a baixa velocidade transversal, o que mostra que alguns parâmetros de soldagem podem ser ajustados de modo a aumentar a vida da ferramenta (PRADO et al., 2003).

3.5.2 Nitreto Cúbico de Boro Policristalino (NCBP)

O Nitreto Cúbico de Boro Policristalino apresenta resistência e dureza elevadas a altas temperaturas com estabilidade térmica. É a ferramenta mais usada para a soldagem de ligas resistentes como aços (PARK et al., 2003; RAI et al., 2011). Além disso, o baixo coeficiente de atrito para o NCBP resulta numa superfície de soldagem lisa (SORENSEN; NELSON, 2007). Entretanto, devido às altas pressões e temperaturas necessárias para a produção do NCBP, o custo da ferramenta é muito elevado. Devido à baixa tenacidade à fratura, a ferramenta tem a tendência de fraturar durante o estágio inicial da soldagem. As profundidades de soldagem com ferramentas de NCBP são limitadas a 10 mm para aços. (RAI et al., 2011).

3.5.3 Ferramentas à base de Tungstênio

O tungstênio comercial puro é resistente a elevadas temperaturas, porém pouco resistente à temperatura ambiente e desgasta facilmente quando usado como ferramenta de SAPNC de aços e ligas de titânio. O tungstênio comercial puro exposto a temperaturas por volta de 1200 °C e posteriormente resfriado a temperatura ambiente se torna frágil (RAI et al., 2011). A adição de rênio reduz a temperatura de transição dúctil-frágil (RAFFO, 1969). Foi então desenvolvida a liga W-25%Re (peso) que possui uma menor temperatura de transição dúctil-frágil e uma melhor resistência à fratura ao desgaste a temperatura ambiente quando comparada ao tungstênio comercial puro (SORENSEN; NELSON, 2007).

Aços e ligas de titânio são soldadas com sucesso pela ferramenta de W-25%Re (RAI et al., 2011). Weinberger e colaboradores produziram soldas de boa qualidade usando W-25%Re, a qual é quatro vezes mais resistente que o tungstênio comercial puro a 1000 °C (WEINBERGER; ENZINGER; CERJAK, 2009). Buffa e colaboradores tiveram sucesso ao soldar Ti com uma ferramenta da liga W-25%Re (BUFFA et al., 2012).

O alto custo de processamento do rênio é a grande desvantagem da liga W-25%Re (LEONHARDT, 2009). Apesar de boas propriedades mecânicas a altas temperaturas o uso da liga W-25%Re como ferramenta de SAPNC é restrito (RAI et al., 2011).

3.5.4 Desenvolvimento das ligas à base de Co para aplicações em ferramentas de SAPNC

As ligas à base de Co são conhecidas principalmente pela elevada resistência ao desgaste e pela manutenção da resistência mecânica em temperaturas elevadas. Isto se deve à combinação de endurecimento por solução sólida da matriz pelas adições de elementos como Cr, W e Mo e pela presença de precipitados dispersos na matriz e nos contornos de grão. A liga STELLITE, desenvolvida em 1900 por Elwood Haynes, foi a primeira liga de Co produzida em escala industrial. Este material era uma liga do sistema Co-Cr que ao longo do tempo foi sendo aprimorada através de adições de elementos como W e Mo (ANTONY, 1983). Posteriormente foram desenvolvidas outras ligas de Co como a HS21(1940) e a X-40(1943) para aplicações como componentes do estágio da turbina nos motores a jato. Entretanto, a disputa com as ligas de Ni e principalmente a descoberta da fase Ni_3Al na liga Nimonic80 impulsionaram o desenvolvimento das ligas de Ni em detrimento às ligas de Co. Apesar desta situação desfavorável, as ligas de Co continuaram o seu desenvolvimento na adição de Co em aços rápidos. Nos aços rápidos o Co é dissolvido na matriz (α -ferrita ou γ -austenita) promovendo um aumento da resistência mecânica em alta temperatura, pois o Co retarda o crescimento de grãos (COBALT DEVELOPMENT INSTITUTE, 2006).

Entretanto em 2006 no sistema Co-Al-W, uma nova fase ternária com composição $\text{Co}_3(\text{Al,W})$ e estrutura L1_2 foi descoberta, por SATO e colaboradores (SATO et al., 2006). Os precipitados da nova fase γ' coexistem com a fase matriz γ (Co_{ss} – CFC), a morfologia da microestrutura γ/γ' no ternário Co-Al-W é idêntica à encontrada nas superligas a base de níquel (POLLOCK et al., 2010; SATO et al., 2006; ZHU; TITUS; POLLOCK, 2014); a Figura 8 exibe uma microestrutura γ/γ' da liga a base de cobalto.

A nova liga a base de cobalto exibe maior resistência a altas temperaturas comparada às superligas de níquel, acima de 500 MPa a 1000 °C, devido provavelmente a maior resistência da fase $\text{Co}_3(\text{Al,W})$ a elevadas temperaturas em relação à fase Ni_3Al das superligas a base de níquel (MIURA; OHKUBO; MOHRI, 2007). As ligas de cobalto são geralmente usadas em componentes para resistência ao desgaste à temperatura ambiente. A elevada resistência mecânica e a boa resistência ao desgaste sugerem a aplicação da liga com estrutura L1_2 como ferramenta para SAPNC. Além disso, a ferramenta pode ser obtida pelo processo de fundição por cera perdida, adequado para a produção em larga escala (PARK et al., 2012).

Figura 8 - Micrografia eletrônica de uma superliga Co-Al-W. Partículas cuboidais aumentam a resistência da liga à base de cobalto em temperaturas elevadas.

Fonte: Adaptado de (ISHIDA, 2013).

3.5.4.1 Diagrama de fases ternário Co-Al-W

Duas seções isotérmicas do diagrama de fases ternário Co-Al-W a 900°C e a 1000°C são apresentados na Figura 9 (a-b). Além das fases γ (Co_{ss} – CFC) e γ' com composição $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{W})$, são também ilustradas as fases, β ou B2 com composição CoAl , Co_3W com estrutura DO_{19} e a fase μ com composição Co_7W_6 . Segundo Sato e colaboradores a fase γ' é estável a 900°C, porém metaestável a 1000°C (SATO et al., 2006) sendo que a adição de certos elementos de liga estabilizam a fase $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{W})$ e/ou aumentam a temperatura *solvus* de γ' (BAUER et al., 2010; OOSHIMA et al., 2010; POLLOCK et al., 2010; SATO et al., 2006; SHINAGAWA et al., 2008; XUE et al., 2013; ZENK et al., 2014; ZHU; TITUS; POLLOCK, 2014).

Figura 9 - Seções isotérmicas do diagrama ternário Co-Al-W. (a) seção a 900° C e (b) seção a 1000°C.

Fonte: Adaptado de (SATO et al., 2006).

3.5.4.2 A adição de elementos de liga ao ternário Co-Al-W

A adição de certos elementos às superligas confere uma melhora em suas propriedades como o aumento da temperatura *solvus* de γ' , a estabilidade da região γ/γ' , a diferença entre os parâmetros de rede γ/γ' chamados de *misfit* ou *mismatch*, a fração volumétrica de γ' em relação à γ , a resistência à oxidação,

aumento da dureza, a tensão de escoamento a temperaturas elevadas e a resistência à fluência.

A adição de Ni à superliga de cobalto eleva a temperatura solvus de γ' assim como aumenta o campo bifásico γ/γ' (POLLOCK et al., 2010; SHINAGAWA et al., 2008; ZHU; TITUS; POLLOCK, 2014). Entretanto a diferença entre parâmetros de rede (*misfit*) de γ e γ' diminuem com um teor de Ni acima de 40 % at. sendo que os precipitados γ' assumem morfologia esférica em detrimento da cuboidal (SHINAGAWA et al., 2008) que possui melhores propriedades mecânicas a altas temperaturas (REED, 2006). A temperatura *solvus* e a fração volumétrica de γ' aumentam significativamente com a adição de Ta, Nb, Ti, ou V (BAUER et al., 2010; OOSHIMA et al., 2010).

A resistência à oxidação em temperaturas elevadas é atribuída ao Cr (REED, 2006) que ainda tem a função de estabilizar a fase $\text{Co}_{ss} - \gamma$ (CFC) (SATO et al., 2006).

A adição de carbono da ordem de 0,05 a 0,2% (em peso) forma carbetos do tipo MC, M_6C , M_{23}C_6 ou M_7C_3 em que os metais formadores de carbetos são Ti, Ta, Hf, Cr, Mo ou Cr e aumentam a resistência das superligas quando possuem morfologia, tamanho e distribuição corretos. Os carbetos do tipo MC formam-se no interior da fase γ na forma de blocos sem distribuição definida. Os carbetos do tipo M_6C , M_{23}C_6 e M_7C_6 previnem escorregamento dos contornos e permitem a relaxação das tensões ao longo dos contornos de grão.

Boro é adicionado em superligas a fim de formar boretos do tipo MB_2 e M_3B_2 , que são partículas duras e refratárias. Esses compostos são difíceis de serem identificados, pois a quantidade de boro adicionada nas superligas varia de 50 a 500 ppm.

3.5.4.3 A ferramenta de SAPNC desenvolvida por Park e colaboradores

Em 2011, Park e colaboradores relataram uma ferramenta a base de cobalto com excelente produtividade, alta resistência ao desgaste a altas temperaturas com a formação da solução sólida de γ' a 1163°C para uma ferramenta com composição: $\text{Co-Al}_{10}\text{-W}_{7,5}\text{-Ni}_{40}\text{-Cr}_{10}\text{-Ta}_{3,0}\text{-C}_{0,6}\text{-B}_{0,06}$ % at (HITACHI, 2011)

Em 2012, Park et al. relataram a soldagem com uma ferramenta a base de cobalto, porém sem mencionar sua composição. Os parâmetros de soldagem são apresentados na Tabela 4:

Tabela 4 - Materiais soldados pela ferramenta de superliga a base de cobalto desenvolvida. Adaptado de (PARK et al., 2012).

Materiais soldados	Rotação da ferramenta (rpm)	Velocidade de soldagem (mm/min)
Aço baixo carbono	250	500
Ti-6Al-4V	200	100
Zircaloy 4	400	400

3.5.4.3.1 Soldagem de aço baixo carbono

Um estudo preliminar revelou que a ferramenta apresentou um grande potencial na SAPNC de aço de baixo carbono conseguindo soldar 45,7 m apresentando grande desgaste tanto do pino como do ombro da ferramenta. A Figura 10 ilustra a ferramenta antes e após soldagem:

Figura 10 - Ferramenta de SAPNC. (a) antes da soldagem e (b) com desgaste após soldagem de 45,7 m em aço de baixo carbono.

Fonte: (PARK et al., 2012)

3.5.4.3.2 Soldagem da liga Ti-6Al-4V

Park e colaboradores obtiveram uma soldagem sem defeitos e com boa aparência por 200 mm da liga Ti-6Al-4V. A superfície da ferramenta demonstrou desgaste tanto no pino como em seu ombro (PARK et al., 2012). As ferramentas utilizadas são ilustradas na Figura 11:

Figura 11 - Ferramenta de SAPNC. (a) antes da soldagem e (b) com desgaste após soldagem de 200 mm na liga Ti-6Al-4V.

Fonte: (PARK et al., 2012).

Alguns materiais utilizados como ferramenta contêm elementos com elevada afinidade com o Ti, como exemplo o NCBP, o que o torna inadequado para ferramenta de SAPNC na soldagem de ligas de Ti. A superliga a base de Co apresentada por (PARK et al., 2012) apresenta resistência ao desgaste tanto mecânica quanto química durante a SAPNC de ligas de Ti.

3.5.4.3.3 Soldagem de Zircaloy 4

A soldagem da liga a base de zircônio, produziu uma superfície lisa com 1,4 m soldado. A ferramenta após a soldagem é ilustrada na Figura 12:

Figura 12 - Ferramenta de SAPNC após a soldagem de 1,4 mm na liga zircaloy 4.

Fonte: (PARK et al., 2012).

Pouca mudança macroscópica é vista na ferramenta. Esse resultado sugere que a ferramenta a base de cobalto tem um grande potencial na soldagem de metais ativos como Ti e Zr (PARK et al., 2012).

3.6 SELEÇÃO DO MATERIAL PARA FERRAMENTA

A qualidade da solda e o desgaste da ferramenta são considerações importantes para a seleção do material, são propriedades que podem afetar a qualidade da solda influenciando a geração e a dissipação de calor. A microestrutura da solda pode ainda ser afetada como resultado da interação com o material da ferramenta. O desgaste significativo da aumenta o custo do processo.

Devido ao aquecimento elevado da ferramenta durante a soldagem, desgaste severo pode ocorrer devido à baixa tensão de escoamento a altas temperaturas. As tensões experimentadas pela ferramenta dependem da tensão da peça a ser soldada a elevadas temperaturas durante o processo de soldagem.

As temperaturas na peça dependem das propriedades da ferramenta, como condutividade térmica e parâmetros de processamento. Outros fatores que podem influenciar são dureza, ductilidade e reatividade com o material a ser soldado. A dureza da ferramenta é importante em atenuar a erosão da superfície pela interação com a peça. O NCBP pode ser inconveniente se há uma probabilidade de ruptura devido a vibrações. A degradação da ferramenta pode

ser acelerada se os materiais da ferramenta e peça reagem para formar fases indesejáveis (RAI et al., 2011).

3.7 PRINCIPAIS VANTAGENS DO PROCESSO SAPNC (INSTITUTE, 2013):

- Baixa distorção e contração, mesmo em soldagens longas;
- Excelentes propriedades mecânicas em testes de fadiga, tração e flexão;
- Não expele fumos;
- Sem porosidade;
- Sem respingos;
- Pode operar em todas as posições;
- Energeticamente eficiente;
- Uma ferramenta pode ser usada por até 1000 m de comprimento de solda em ligas de alumínio da série 6XXX;
- Nenhum metal de adição é necessário;
- Nenhum gás de proteção para a soldagem de alumínio;
- Nenhum tipo de limpeza exigida após soldagem;
- Solda alumínio e cobre com espessuras maiores que 75 mm

4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

4.1 PRODUÇÃO DAS LIGAS

Foram utilizados os elementos: Co, Al, W, Ni, Cr, Nb, C, B e Ta, de alta pureza. As matérias-primas foram pesadas em balança analítica com precisão de 0,1 mg.

As amostras foram fundidas em um forno a arco com cadinho de cobre eletrolítico refrigerado a água, sob atmosfera de argônio e eletrodo não consumível de tungstênio. Antes das fusões foi feita a limpeza da câmara do forno (purga) pelo estabelecimento de vácuo primário de aproximadamente 0,02 mbar (~ 2 Pa) e injeção de aproximadamente 0,9 bar (~ 90 kPa) de argônio. As ligas foram submetidas a 5 etapas de fusão para garantir que sua composição final fosse homogênea. Antes da etapa de fusão, uma amostra de Ti puro (getter) foi fundida para remoção de vapor d'água, oxigênio e nitrogênio residuais do argônio eventualmente presentes na atmosfera do forno. Após a fusão, as amostras foram pesadas novamente para monitorar possíveis perdas de massa nesta etapa.

Inicialmente as matérias primas foram fundidas a fim de se obter 4 ligas com composições apresentadas na Tabela 5:

Tabela 5 - Composição química (%at.) das ligas que foram estudadas no presente trabalho e comparadas com a liga (Co-10Al-7,5W-40Ni-10Cr-3,0Ta-0,6C-0,06B % at.).

Identificação das ligas	Composição química em porcentagem atômica								
	Co	Ni	Al	W	Ta	Cr	Nb	B	C
40Ni-3Ta	Bal.	40	10	7,5	3	10	-	0,06	0,6
30Ni-3Nb	Bal.	30	10	7,5	-	10	3	0,06	0,6
40Ni-3Nb	Bal.	40	10	7,5	-	10	3	0,06	0,6
50Ni-3Nb	Bal.	50	10	7,5	-	10	3	0,06	0,6

Em seguida as amostras foram cortadas em uma máquina de corte refrigerada de baixa rotação (ISOMET) com disco de corte adiamantado.

4.2 ENCAPSULAMENTO E TRATAMENTOS TÉRMICOS DAS LIGAS

O encapsulamento das amostras foi feito em tubos de quartzo. Uma bomba de vácuo foi utilizada para a retirada de ar dos tubos e em seguida injetado gás argônio.

Os tratamentos térmicos foram realizados em um forno Lindberg/Blue modelo STF54434C. As ligas 30Ni-3Nb, 40Ni-3Nb e 50Ni-3Nb foram tratadas na temperatura de 1150 °C por 168h com resfriamento ao ar. As ligas 40Ni-3Ta e 40Ni-3Nb sofreram tratamentos térmicos de solubilização a 1250°C por 24h seguido de envelhecimento a 1000°C por 168h (HITACHI, 2011). Todos os tratamentos térmicos foram feitos a fim de verificar as possíveis mudanças microestruturais relativas ao estado bruto de fusão e aos resultados obtidos na literatura.

4.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

As amostras no estado bruto de fusão e tratadas termicamente foram embutidas a quente em resina fenólica, com uma força de 20 kN em um equipamento Pan Press 30. Posteriormente, as amostras foram lixadas em um equipamento Arotec Aropol 2V, com uma sequência de lixas à base de carbetto de silício de 280#, 400#, 600#, 1000#, 1200#, 2400# e 4000#. Já o polimento foi realizado no mesmo equipamento com uma suspensão de sílica coloidal OP-S (Struers).

4.3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV - FEG - *Field Emission Gun*)

Algumas imagens das microestruturas das amostras foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). O equipamento utilizado foi o microscópio eletrônico Hitachi, modelo TM 3000, com tensão de aceleração de 20 kV e filamento de tungstênio, pertencente ao DEMAR-EEL-USP. As imagens por

microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV - FEG) e identificação das fases pela técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) foram obtidas pelo equipamento *FEI Inspect F50 High Resolution SEM*, com tensão de 200 V a 30 kV pertencente ao Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano) .

4.3.2 Difratometria de raios – X

As amostras na forma maciça foram caracterizadas por meio da difração de raios X, utilizando-se um difratômetro modelo Empyrean da marca Panalytical, com radiação Cu- α , tensão de 40 kV, corrente de 30 A, varredura entre 20° e 100°, passo angular de 0,02°, tempo de contagem de 50 s/ponto, na temperatura ambiente. Os difratogramas foram interpretados utilizando o software PowderCell e a montagem e simulação dos padrões das fases foi feito com acesso ao *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD) pelo sítio: <http://bdec.dotlib.com.br/>.

4.4 ENSAIO DE DUREZA

As medidas de dureza Vickers foram realizadas no microdurômetro Micromet 2004 da Buehler, com carga de 500g e tempo de aplicação da carga de 30 segundos a temperatura ambiente. Foram realizadas 20 medidas de forma aleatória em cada amostra.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÕES MICROESTRUTURAIS e MECÂNICA

5.1.1 Estado bruto de fusão das superligas de (30, 40, 50)Ni-3Nb

Micrografias da liga 30Ni-3Nb no estado bruto de fusão estão apresentadas na Figura 13 (a-c). Pela Figura (a) é possível identificar uma microestrutura com baixa porosidade e grãos grosseiros. Na Figura (b) pode-se observar uma microestrutura dendrítica com precipitados de estrutura quasi-lamelar (claros, cinza escuros e escuros) na região interdendrítica, o que pode indicar que essas regiões solidificaram a partir de uma reação eutética como observado por (MIURA; OHKUBO; MOHRI, 2007). Segundo relatos (CUI et al., 2011; DMITRIEVA; VASILENKO; MELNIK, 2009; MIURA; OHKUBO; MOHRI, 2007; ZHU; TITUS; POLLOCK, 2014), a projeção liquidus do sistema Co-Al-W prevê a reação eutética com a formação das fases Co_{ss} , CoAl e Co_7W_6 ao final da solidificação como mostrado na reação: $L \leftrightarrow \text{Co}_{ss} (\gamma) + \text{CoAl} (\beta) + \text{Co}_7\text{W}_6 (\mu)$. Foram ainda encontrados carbonetos do tipo MC na região interdendrítica com morfologia em “bloco”. Como as ligas estudadas neste trabalho contém grande quantidade de Ni, principalmente em solução sólida com Co, julgou-se mais correto mudar a nomenclatura da fase de Co_{ss} para $(\text{Co}, \text{Ni})_{ss}$.

Figura 13 - Micrografias da superliga 30Ni-3Nb no estado bruto de fusão. (a) Com aumento de 500 X. (b) Microestrutura dendrítica, com precipitados claros na região interdendrítica. (c) As fases presentes com aumento de 15000 X.

(a)

(b)

(c)

Fonte: Autoria própria

Os resultados de mapeamento químico por Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS) da região do eutético na liga 30Ni-3Nb são apresentados na Figura 14.

Figura 14 - Resultados de mapeamento da superliga 30Ni-3Nb no estado bruto de fusão.

Fonte: Autoria própria

As fases encontradas na micrografia tiveram suas composições analisadas por EDS como mostra a Tabela 6:

Tabela 6 - Resultados de microanálise por EDS da liga 30Ni-3Nb no estado bruto de fusão.

Fase	Composição química (% atômica)					
	Co	Al	W	Cr	Ni	Nb
β - CoAl	27,1	24,4	3,3	6,4	34,0	4,9
μ - Co ₇ W ₆	38,9	3,7	12,8	11,0	17,4	16,2

O resultado para a difração de raios X da liga 30Ni-3Nb em estado bruto de fusão é apresentada na Figura 15.

A análise do difratograma indica a presença das fases (Co, Ni)_{ss} – CFC e Co₇W₆ como mostrado pelas micrografias das Figuras 13 e observado por (MIURA; OHKUBO; MOHRI, 2007; XUE; WANG; FENG, 2011). O difratograma da liga em estado bruto de fusão apresenta ainda o carbeto NbC observado na Figura 13 como carboneto MC.

Figura 15 - Difratograma da liga 30Ni-3Nb em estado bruto de fusão.

Fonte: Autoria própria

As micrografias da liga 40Ni-3Nb no estado bruto estão apresentadas na Figura 16 (a-c). Assim como a liga 30Ni-3Nb, a microestrutura apresenta baixa porosidade, morfologia dendrítica, além de grãos grosseiros. A região Interdendrítica, assim como na liga 30Ni-3Nb, também apresenta precipitados de estrutura quasi-lamelar. A microestrutura ilustra ainda carbonetos do tipo MC com morfologia de “escrita chinesa” e placas de Co_7W_6 . Segundo Xue e colaboradores (XUE, WANG, FENG, 2012), os precipitados da fase Co_7W_6 são estabilizados pela presença de Cr e elementos refratários como Ta, Nb e Mo. Os resultados de EDS mostram que os precipitados da fase μ são ricos em W e Nb e com quantidades reduzidas de Cr. Ao redor da fase μ foi observada a presença de precipitados grosseiros da fase γ' . Como descrito por Shinagawa e colaboradores (SHINAGAWA et al., 2008), o limite de solubilidade de Al nas fases Co_3W e Co_7W_6 é inferior a 3% at. o que provoca a expulsão dos átomos de Al da fase Co_7W_6 favorecendo a precipitação de γ' nas vizinhanças de μ .

Figura 16 - Microestruturas da liga 40Ni-3Nb em estado bruto de fusão.

(a)

(b)

(c)

Fonte: Autoria própria

Tabela 7 - Resultados de microanálise por EDS da liga 40Ni-3Nb no estado bruto de fusão.

Fase	Composição química (% atômica)						
	Co	Al	W	Cr	Ni	Nb	Outros
μ - Co_7W_6	35,8	2,2	13,5	9,7	27,0	11,8	-

Os resultados de difração de raios - X da liga 40Ni-3Nb em estado bruto de fusão são mostrados na Figura 17.

O resultado da análise de difratometria da liga 40Ni-3Nb indica a presença das fases $(\text{Co}, \text{Ni})_{\text{ss}}$ – CFC, $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{W})$ e Co_7W_6 como observados nas micrografias da Figura 16. A fase Co_3W observada na microestrutura não foi identificada, a qual possivelmente tem uma fração volumétrica inferior a 3% at. e não pôde ser identificada pela técnica.

Figura 13 - Difratograma da liga 40Ni-3Nb em estado bruto de fusão.

Fonte: Autoria própria

Os resultados da caracterização microestrutural da liga 50Ni-3Nb são mostrados na Figura 18(a-c). A Figura 18a ilustra a fase matriz constituída por grãos da fase γ - (Co, Ni)_{ss}, com precipitados finos em “bloco” da fase μ distribuídos ao longo da microestrutura de grãos grosseiros. É possível observar uma quantidade de poros elevada se comparada às ligas 30Ni-3Nb e 40Ni-3Nb. Na região dos contornos de grãos são observados o eutético $\gamma/(W,Nb)C$, como mostrado na Figura 18(b,c). Na Figura 18c é observado uma partícula com morfologia de bloco próximo ao eutético $\gamma/(W,Nb)C$. Os resultados de EDS mostram que este precipitado é muito rico em W e Cr; Ni e Nb em quantidades menores, mostrado na Tabela 8. Os resultados dão indícios que possivelmente seja a fase α -W. Pelos resultados de EDS, a região é rica em W e Cr que confirmaria a precipitação da fase α -W. Na micrografia da Figura 18b, observa-se um zoneamento em torno dos precipitados de μ - Co_7W_6 que pode ser atribuído à formação da fase Co_3W pela reação peritetóide $Co_{ss} + Co_7W_6 \leftrightarrow Co_3W$. Nas vizinhanças da fase Co_3W são encontrados o microconstituente γ/γ' .

Figura 18 - Micrografias da liga 50Ni-3Nb no estado bruto de fusão.

EEL-USP

HL D4.0 x500 200 um

50% at Ni - As Cast

(a)

(b)

(c)

Fonte: Autoria própria

Tabela 8 - Resultados de microanálise por EDS da liga 50Ni-3Nb em estado bruto de fusão.

Fase	Composição química (% atômica)					
	Co	Al	W	Cr	Ni	Nb
μ - Co_7W_6	20,6	0,6	32,2	9,4	24,1	13,1
$\alpha/\text{M}_6\text{C}$	1,3	-	90,5	2,7	4,0	1,4
MC	1,2	-	81,7	3,1	3,3	2,4

Os resultados de difração de raios - X da liga 50Ni-3Nb em estado bruto de fusão é mostrado na Figura 19.

O difratograma para o estado bruto de fusão apresentou poucos picos, sendo que somente a fase γ foi identificada. Tal fato pode ter ocorrido por consequência dos grãos grosseiros na microestrutura, em que possivelmente apenas uma região de um único grão foi analisada, ou ainda devido aos precipitados finos na microestrutura não corresponderem à fração volumétrica de pelo menos 3 %at. para que pudesse ser identificada pela técnica.

Figura 19 - Difratograma da liga 50Ni-3Nb em estado bruto de fusão.

Fonte: Autoria própria

5.1.2 Tratamentos térmicos das superligas de Co-3Nb a 1150°C por 168h

A micrografia da liga 30Ni-3Nb após tratamento térmico a 1150 °C por 168 h é mostrada na Figura 20 (a-b). Observa-se uma microestrutura bem distinta em relação àquela do material no estado bruto de fusão. A microestrutura dendrítica foi eliminada e a fase β – CoAl totalmente dissolvida. Não foi possível observar a microestrutura γ/γ' devido aos aumentos empregados na imagem. Observa-se a presença de dois tipos de precipitados: fase clara e fase escura. Os resultados de EDS destas duas regiões são mostrados na Tabela 9. A partir dos valores obtidos pode-se dizer que os precipitados claros correspondem à fase μ - Co_7W_6 e os precipitados escuros são carbonetos do tipo MC, ricos em Nb.

Figura 20 - Micrografias da liga 30Ni-3Nb após os tratamento térmico a 1150 °C por 168 horas.

Fonte: Autoria própria

Tabela 9 - Resultados de microanálise por EDS da liga 30Ni-3Nb após os tratamentos térmicos a 1150 °C por 168 horas.

Fase	Composição química (%at.)					
	Co	Al	W	Cr	Ni	Nb
μ - Co_7W_6 (fase clara)	43,4	0,4	28,8	11,4	12,9	3,0
MC (fase escura)	-	-	0,7	-	-	27,8

Os resultados de difração de raios X para a liga 30Ni-3Nb após tratamento térmico a 1150 °C por 168 horas são apresentados na Figura 21.

O difratograma da liga tratada termicamente indica a presença da fase $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{W})$, possivelmente pelo crescimento dos precipitados de γ' devido ao tratamento térmico. Os carbonetos MC não foram identificados pela técnica, provavelmente pela baixa fração volumétrica.

Figura 21 - Difratograma da liga 30Ni-3Nb tratada termicamente a 1150°C por 168 h.

Fonte: Autoria própria

O tratamento térmico a 1150 °C por 168 h para a superliga 40Ni-3Nb resultou no equilíbrio de fases estabelecido entre as fases γ/γ' , μ e MC, como mostrado na Figura 22(a-c). A Figura 22a ilustra uma microestrutura onde não é possível a identificação dos contornos de grão. Alguns precipitados da fase μ cresceram e consumiram os precipitados menores adjacentes deixando regiões “livres” de precipitação. Pode-se observar na Figura 22b que os precipitados MC possuem tamanho em torno de 2 a 3 μm . Na Figura 22c a microestrutura mostra a fase matriz γ com precipitados esféricos da fase γ' - $\text{Co}_3(\text{Al,W})$ de dimensões em torno de 100 nm.

A Tabela 10 mostra a composição química da fase μ .

Figura 22 - Micrografias da liga 40Ni-3Nb após os tratamentos térmicos a 1150 °C por 168 horas.

EEL-USP
40% at Ni - TT 1150 C - 168h

HL D4.1 x500 200 μm

(a)

(b)

(c)

Fonte: Autoria própria

Tabela 10 - Resultados de microanálise por EDS da liga 40Ni-3Nb após os tratamentos térmicos a 1150 °C por 168 horas.

Fase	Composição química (%at.)						
	Co	Al	W	Cr	Ni	Nb	Outros
μ - Co_7W_6	27,2	0,9	32,3	6,5	18,6	14,5	-

O resultado da análise de difração de raios - X da liga 40Ni-3Nb após tratamento térmico a 1150°C é mostrado na Figura 23.

O resultado da análise de difratometria da liga 40Ni-3Nb indica a presença das fases $(\text{Co}, \text{Ni})_{\text{ss}}$ – CFC, $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{W})$, Co_7W_6 e NbC como observados nas micrografias da Figura 22.

Figura 23 - Difratograma da liga 40Ni-3Nb tratada termicamente a 1150°C por 168 h.

Fonte: Autoria própria

Para liga 50Ni-3Nb após os tratamentos térmicos a 1150 °C por 168 h foi observada uma distribuição distinta de precipitados da fase μ -Co₇W₆, Figura 24(a-c). Precipitados mais grosseiros que dissolveram parcialmente na matriz durante os tratamentos térmicos. Na região ao redor destas partículas observa-se uma região “livre” de precipitação. Já por toda a matriz é possível verificar que houve a precipitação da fase μ -Co₇W₆ juntamente com carbonetos mais finos, Figura 24b. No interior dos grãos da fase γ é possível encontrar a microestrutura γ/γ' , como mostrado na Figura 24c. As composições (%at.) da fase μ e do MC são mostradas na Tabela 11.

Figura 24 - Micrografias da superliga 50Ni-3Nb após os tratamentos térmicos a 1150 °C por 168 horas.

Fonte: Autoria própria

Tabela 11 - Resultados de microanálise por EDS da liga 50Ni-3Nb após os tratamentos térmicos a 1150 °C por 168 horas.

Fase	Composição química (% atômica)					
	Co	Al	W	Cr	Ni	Nb
μ - Co_7W_6	19,4	0,9	32,1	11,1	23,7	12,8
MC	-	-	0,4	-	-	38,4

O difratograma de raios - X da liga 50Ni-3Nb após tratamento térmico a 1150°C é mostrado na Figura 25.

Diferentemente do resultado obtido para a mesma liga em estado bruto, foram identificadas por difratometria as fases $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{W})$, Co_7W_6 e NbC, além da fase matriz já observada $(\text{Co}, \text{Ni})_{\text{ss}}$ – CFC ilustradas na Figura 24.

Figura 25 - Difratograma da liga 50Ni-3Nb tratada termicamente a 1150°C por 168 h.

Fonte: Autoria própria

5.1.3 Resultados dos ensaios de dureza Vickers das ligas (30, 40, 50)Ni-3Nb no estado bruto de fusão e após tratamento térmico a 1150°C por 168h.

A Figura 26 apresenta os resultados do ensaio de dureza Vickers (HV) das ligas: 30Ni-3Nb, 40Ni-3Nb e 50Ni-3Nb no estado bruto de fusão e após tratamento térmico a 1150°C por 168h.

Observa-se uma manutenção na dureza para a liga 30Ni-3Nb tratada termicamente em relação ao estado bruto de fusão e uma média de dureza inferior aos resultados apresentados pelas ligas 40Ni-3Nb e 50Ni-3Nb. Nos resultados para a liga 40Ni-3Nb observa-se um aumento na dureza da liga após tratamento térmico em relação ao estado bruto. Esse aumento possivelmente se deu pelos precipitados γ' dispersos na matriz apresentarem um aumento no tamanho para cerca de 100 nm, além do aumento dos precipitados MC. Já para a liga 50Ni-3Nb a amostra em estado bruto apresentou a maior média na dureza observada, porém após tratamento térmico houve uma grande queda.

Figura 26 - Valores de dureza Vickers das ligas (30, 40, 50)Ni-3Nb no estado bruto de fusão e após tratamento térmico a 1150°C por 168h.

Fonte: Autoria própria

A seguir serão apresentados os resultados da liga 40Ni-3Ta em estado bruto de fusão. Esta liga foi considerada como liga padrão para este trabalho.

5.1.4 Estado bruto de fusão da liga 40Ni-3Ta

As micrografias da liga 40Ni-3Ta são mostradas na Figura 27 (a,c). É possível verificar a estrutura dendrítica constituída das fases γ – (Co, Ni)_{ss} e no seu interior precipitados esferoidais da fase $\text{Co}_3(\text{Al},\text{W})$. Na região interdendrítica foi encontrado o eutético $\gamma/(\text{Ta},\text{W})\text{C}$ com morfologia em “escrita chinesa”. Os resultados de mapeamento químico por EDS mostram que os carbonetos são ricos em Ta e W. Na Tabela 12 são mostrados os resultados de análise semi-quantitativa da região central das dendritas e dos carbonetos do tipo MC.

Figura 27 - Micrografias da superliga 40Ni-3Ta em estado bruto de fusão.

Fonte: Autoria própria

Tabela 12 - Resultados de microanálise por EDS da liga 40Ni-3Ta no estado bruto de fusão.

Constituinte /Fase	Composição química (%atômica)					
	Co	Al	W	Cr	Ni	Ta
Matriz (γ/γ')	28,8	9,9	7,0	10,4	41,2	2,6
MC	10,7	-	15,2	5,3	9,0	8,8

O difratograma de raios - X da liga 40Ni-3Ta em estado bruto de fusão é mostrado na Figura 28.

As fases identificadas foram: $(\text{Co}, \text{Ni})_{\text{ss}}$ – CFC, $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{W})$, Co_7W_6 e TaC. As fases $(\text{Co}, \text{Ni})_{\text{ss}}$ – CFC e Co_7W_6 apresentaram somente um pico e a ultima não foi observada nas microestruturas da Figura 27.

Figura 28 - Difratograma da liga 40Ni-3Ta em estado bruto de fusão.

Fonte: Autoria própria

5.1.5 Tratamentos térmicos de solubilização seguido de envelhecimento das ligas de 40Ni-3Nb e 40Ni-3Ta

As micrografias da liga 40Ni-3Nb solubilizadas a 1250 °C por 24h seguido de envelhecimento a 1000 °C por 168h são mostradas na Figura 29(a-c). Observa-se precipitados da fase Co_7W_6 com morfologia “bloco” e a fase matriz γ com precipitados esféricos de γ' - $\text{Co}_3(\text{Al},\text{W})$ e uma baixa densidade de poros. O tamanho dos precipitados de γ' são de aproximadamente 100 a 500 nm. Foi ainda observado a presença de uma fase escura, μ , envolvendo os precipitados da fase μ . Os resultados de EDS da fase Co_7W_6 são apresentados na Tabela 13.

Figura 29 - Micrografias da superliga 40Ni-3Nb após os tratamentos térmicos de solubilização a 1250°C por 24h e envelhecimento a 1000°C por 168h.

Fonte: Autoria própria

Tabela 13 - Resultados de microanálise por EDS da liga 40Ni-3Nb após os tratamentos térmicos de solubilização a 1250 °C por 24 h e envelhecimento a 1000°C por 168h.

Fase	Composição química (% at.)					
	Co	Al	W	Cr	Ni	Nb
μ - Co_7W_6	30,35	0,77	39,06	9,99	16,87	2,97

O difratograma de raios X da liga 40Ni-3Nb após os tratamentos térmicos de solubilização a 1250°C por 24h e envelhecimento a 1000°C por 168h é mostrado na Figura 30.

As fases identificadas no difratograma são as mesmas observadas nas micrografias da Figura 29: (Co, Ni)_{ss} – CFC, $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{W})$ e Co_7W_6 .

Figura 30 - Difratograma da liga 40Ni-3Nb após os tratamentos térmicos de solubilização a 1250 °C por 24 h e envelhecimento a 1000°C por 168h.

Fonte: Autoria própria

Nas micrografias da Figura 31(a-c) da liga 40Ni-3Ta solubilizada a 1250 °C por 24h e envelhecida a 1000 °C por 168h, diferentemente da amostra em estado bruto de fusão descrita na seção 5.1.4, observa-se uma microestrutura com precipitados claros – Co_7W_6 de morfologia em “bloco” envolto por regiões da fase γ' e uma estrutura γ/γ' . Os precipitados cuboidais de γ' são da ordem de 500 a 700 nm. Não foram observados carbonetos na microestrutura. Os resultados de EDS da fase Co_7W_6 são apresentados na Tabela 14.

Figura 31 - Micrografias da superliga 40Ni-3Ta após os tratamentos térmicos de solubilização a 1250 °C por 24 h e envelhecimento a 1000°C por 168h.

Fonte: Autoria própria

Tabela 14 - Resultados de microanálise por EDS da liga 40Ni-3Ta após os tratamentos térmicos de solubilização a 1250 °C por 24 h e envelhecimento a 1000°C por 168h.

Fase	Composição química (% at.)					
	Co	Al	W	Cr	Ni	Ta
μ - Co_7W_6	30,3	1,2	32,3	12,5	16,1	7,5
						Outros
						-

O difratograma de raios X da liga 40Ni-3Ta após os tratamentos térmicos de solubilização a 1250°C por 24h e envelhecimento a 1000°C por 168h é mostrado na Figura 32.

As fases identificadas no difratograma são: $(\text{Co}, \text{Ni})_{\text{ss}}$ – CFC, $\text{Co}_3(\text{Al}, \text{W})$, Co_7W_6 e TaC.

Figura 32 - Difratograma da liga 40Ni-3Ta após tratamentos térmicos de solubilização a 1250°C por 24h seguido de envelhecimento a 1000°C por 168h.

Fonte: Autoria própria

A Figura 33 apresenta os resultados do ensaio de dureza Vickers (HV) aplicado às ligas: 40Ni-3Nb e 40Ni-3Ta para o estado bruto de fusão e após tratamento térmico de solubilização a 1250°C por 24h e envelhecimento a 1000°C por 168h para ambas as ligas. Observa-se uma queda na média das medidas de dureza para a liga com nióbio após os tratamentos térmicos enquanto que para a liga com tântalo observa-se um leve aumento da dureza após os tratamentos térmicos. O resultado para a liga com tântalo após tratamentos térmicos é consistente com o resultado reportado por (SATO et al., 2006). Comparando-se as duas ligas, observa-se que a dureza da liga com tântalo é superior nas duas condições ensaiadas, um dos fatores pode ser devido aos maiores tamanhos dos precipitados γ' quando comparada com a liga com Nb.

Figura 33 - Valores de dureza Vickers para as ligas 40Ni-3Nb e 40Ni-3Ta no estado bruto de fusão e após tratamentos térmicos de solubilização a 1250°C por 24h e envelhecimento a 1000°C por 168h. As denominações “Nb” e “Nb TS+TE” representam respectivamente, os resultados da liga em estado bruto e após os tratamentos térmicos da liga com nióbio, enquanto que “Ta” e “Ta TS+TE” representam os resultados da liga com tântalo.

Fonte: Autoria própria

5.2 PRODUÇÃO DE PINOS PARA ENSAIOS DE SAPNC

Foram também produzidos pinos para o ensaio de SAPNC nas composições 40Ni-3Ta e 40Ni-3Nb. A composição 40Ni-3Ta foi escolhida por ser a liga considerada padrão por este trabalho, e a liga 40Ni-3Nb foi escolhida por apresentar melhor resultado de dureza Vickers após tratamento térmico a 1150 °C em comparação às ligas 30Ni-3Nb e 50Ni-3Nb apresentadas. O projeto do pino foi desenvolvido em parceria com o Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano) pelo engenheiro Victor Pereira sob supervisão do Dr. Antonio Jose Ramirez Londono. O conjunto pino mais suporte será colocado à prova para a soldagem pelo próprio LNNano.

A Figura 34 (a-e) ilustra um dos pinos produzidos e que foram usinados pela técnica de eletroerosão, já que pelos métodos usuais de usinagem não foi possível produzir.

Figura 34 - Pino fabricado para soldagem por SAPNC.

Fonte: Autoria própria/LNNano

6 CONCLUSÕES

6.1 LIGAS (30, 40, 50)Ni-3Nb

Os resultados das ligas (30, 40, 50)Ni-3Nb em estado bruto de fusão apresentaram microestruturas diferentes dos estados após tratamento térmico a 1150°C por 168h. Em estado bruto, as ligas ilustraram microestruturas com morfologia dendrítica em que nas regiões dendríticas observou-se a fase γ e nas regiões interdendríticas as fases μ , NbC e CoAl (para a liga 30Ni-3Nb), além de microestruturas eutéticas. Após tratamento térmico a morfologia dendrítica foi eliminada e observou-se uma matriz γ com precipitados esferioidais γ' e ainda precipitados da fase μ e NbC.

Os resultados de difração de raios - X apresentaram concordância com os resultados obtidos em microscopia, porém sem a identificação da fase CoAl para a liga 30Ni-3Nb em estado bruto e a fase Co_3W devido à baixa fração volumétrica apresentada pelas fases.

Os resultados de dureza Vickers apresentados mostraram que a liga 30Ni-3Nb apresentou resultados semelhantes tanto para o estado bruto de fusão quanto após tratamento térmico. Para a liga 40Ni-3Nb observou-se um ganho considerável na dureza após tratamento térmico, fato que possivelmente se deu pelo aumento tanto dos precipitados γ' quanto dos precipitados NbC. Já os resultados de dureza para a liga 50Ni-Nb apresentaram queda após tratamento térmico.

6.2 LIGAS 40Ni-3Nb e 40Ni-3Ta

Nos resultados microestruturais da liga 40Ni-3Ta em estado bruto de fusão foi observada uma microestrutura com morfologia dendrítica composta pelas fases γ , γ' e MC com composição (Ta, W)C. Foi observada também a presença do eutético $\gamma/(\text{Ta, W})\text{C}$.

Os resultados microestruturais para as ligas 40Ni-3Nb e 40Ni-3Ta após tratamentos térmicos de solubilização a 1250°C por 24h e 1000°C por 168h apresentaram uma matriz γ com precipitados de γ' em seu interior, além de precipitados ricos em W - Co_7W_6 . Para a liga com nióbio os precipitados γ' apresentaram morfologia totalmente esferoidal da ordem de 100 a 500 nm. Já para a liga com tântalo, os precipitados cuboidais de γ' apresentaram tamanhos variando de 500 a 700 nm.

O resultado de difração de raios - X para a liga 40Ni-3Ta em estado bruto foram identificadas as fases γ , γ' , TaC e a fase Co_7W_6 , esta última apresentando somente um pico.

Nos resultados de difração de raios - X para as ligas 40Ni-3Ta e 40Ni-3Nb após tratamento térmicos puderam ser identificadas as fases γ , γ' e Co_7W_6 em acordo com as micrografias das Figuras 29 e 31.

Nos resultados de ensaio de dureza Vickers a liga 40Ni-3Nb apresentou uma queda na média da dureza de 435 HV para o estado bruto para aproximadamente 422 HV após os tratamentos térmicos. Os resultados da liga com tântalo apresentaram a manutenção da dureza com médias 443,5 HV para o estado bruto e para 442 HV após os tratamentos térmicos, sendo próximos aos resultados obtidos na literatura. Comparando-se as duas ligas, a dureza da liga com tântalo é superior nas duas condições ensaiadas, um dos fatores pode ser devido aos maiores tamanhos dos precipitados γ' quando comparada com a liga com Nb.

REFERÊNCIAS

ANTONY, K. C. Wear-resistant cobalt-base alloys. **The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society**, v. 35, p. 52-60, 1983.

BAUER, A.; NEUMEIER, S.; PYCZAK, F.; GOKEN, M. Microstructure and creep strength of different γ/γ' strengthened Co-base superalloy variants. **Scripta Materialia**, v. 63, n. 12, p. 1197–1200, 2010.

BROOKER, M. J.; VAN, D.A.J.M.; KALEE, S.W.; SKETCHLEY, P. D. Applying friction stir welding to the Ariane 5 main motor thrust frame. In: EUROPEAN SPACE AGENCY, (SPECIAL PUBLICATION) ESA SP. 2001...**Anais**.

BUFFA, G.; FRATINI, L.; MICARI, F. On the Choice of Tool Material in Friction Stir Welding of Titanium Alloys. In: NORTH AMERICAN MANUFACTURING SEARCH CONFERENCE, 40. 2012, Notre Dame, Indiana, USA. **Proceedings of NAMRI/SME**.

CHEN, T. Process parameters study on FSW joint of dissimilar metals for aluminum-steel. **Journal of Materials Science**, v. 44, n. 10, p. 2573–2580, 2009.

COBALT DEVELOPMENT INSTITUTE. Cobalt Facts: Metallurgical Uses. Guilford, Surrey, UK, 2006. p. 8-22.

CUI, Y. F.; ZHANG, X.; XU, G. L.; ZHU, W. J.; LIU, H. S.; JIN, Z. P. Thermodynamic assessment of Co-Al-W system and solidification of Co-enriched ternary alloys. **Journal of Materials Science**, v. 46, n. 8, p. 2611–2621, 2011.

DMITRIEVA, G.; VASILENKO, V.; MELNIK, I. Al – Co – W fusion diagram in the Co – CoAl – W part. **Chemistry of Metals and Alloys**, v. 1, n. 1, p. 338–342, 2009.

ELREFAEY, A.; GOUDA, M.; TAKAHASHI, M.; IKEUCHI, K.. Characterization of aluminum/steel lap joint by friction stir welding. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 14, n. 1, p. 10–17, 2005.

FLICKR. Tanque de combustível externo da *space shuttle* soldado por SAPNC. Acesso em 23 de maio de 2015, disponível em: <https://www.flickr.com/photos/nasamarshall/sets/72157613161040126/?view=sq>.

HEINZ, B.; SKROTZKI, B. Characterization of a friction-stir-welded aluminum alloy 6013, **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 33, n. 3, p. 489-498, 2002.

HERMENEGILDO, T. F. C. **Soldagem por atrito com pino não consumível do aço de alta resistência ISO 3183 X80M**. 2012. 183f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2012.

HITACHI. (Japan). Seunghwan Park, Satoshi Hirano, Shinya Imano, Jun Sato, Hiroyuki Kokawa, Yutaka Sato, Kiyohito Ishida, Toshihiro Omori. **Friction stir tool**. US 2011/0062214A1, 17 Mar. 2011.

ISHIDA, K. Micrografia eletrônica de uma superliga Co-Al-W. Acesso em 15 de Outubro de 2013, disponível em <http://www.bureau.tohoku.ac.jp/kohyo/kokusai/06Apr.20News-full.htm>.

JOHNSON, R.; KONKOL, P.; MATHERS, J.; PICKENS, J. Friction stir welding HSLA-65 steel for shipbuilding. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON FSW, 3, 2001, Kobe, p. 26-28.

JUHAS, M.; VISWANATHAN, G.; FRASER, H. Characterization of microstructural evolution in a Ti-6Al-4V. In: JATA, M; LEE, E. W.; FRAZIER, W.; KIM, N. J. **Friction Stir Weld Proceedings of the Lightweight Alloys for Aerospace Application**. Hoboken: The Minerals, Metals and Materials Society, 2001. p. 209-217.

JUHAS, M., VISWANATHAN, G.; FRASER, H. In: PROCEEDINGS OF THE SECOND SYMPOSIUM ON FRICTION STIR WELDING. Gothenburg.

KWON, Y. J.; SHIGEMATSU, I.; SAITO, N. Mechanical properties of fine-grained aluminum alloy produced by friction stir process. **Scripta Materialia**, v. 49, n. 8, p. 785–789, 2003.

LEE, C.Y.; CHOI, D. H.; YEON, Y. M.; JUNG, S. B. Dissimilar friction stir spot welding of low carbon steel and Al–Mg alloy by formation of IMCs. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 14, n. 3, p. 216–220, 2009.

LEE, W.; YEON, Y.; JUNG, S. Joint properties of friction stir welded AZ31B-H24 magnesium alloy. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 19, n. 6, p. 785-790, 2003.

LEONHARDT, T. Properties of tungsten-rhenium and tungsten rhenium with hafnium carbide. **Journal of Materials Science**, v. 7, n. 61, p. 68–71., 2009.

LIENERT, T.; GOULD, J. Friction stir welding of mild steel. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON FSW, 1, 1999. Thousand Oaks, p. 257-261.

LIENERT, T.; TANG, W.; KVIDAHL, L. G. Friction stir welding of DH-36 steel. In: INTERNATIONAL FRICTION STIR WELDING SYMPOSIUM, 4, 2003. Park City.

MAHONEY M.; MISHRA, R.S.; NELSON T.; FLINTOFF J.; ISLAMGALIEV R.; HOVANSKY Y. In: JATA, K.V.; MAHONEY, M.W.; MISHRA, R.S.; SEMIATIN, S.L.; FILED, D.P. **Friction Stir Welding and Processing**, Warrendale: The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society, 2001. p.183.

MEILINGER, Á.; TÖRÖK, I. The importance of friction stir welding tool. **Production Processes and Systems**, vol. 6, n. 1, p. 25-34, 2013.

MERAN, C.; KOVAN, V. Microstructures and mechanical properties of friction stir welded dissimilar copper/brass joints. **Materialwissenschaft und Werkstofftechnik**, v. 39, n. 8, p. 521–530, 2008.

MISHRA, R. S.; MA, Z. Y. Friction stir welding and processing. **Materials Science and Engineering R: Reports**, v. 50, n. 1-2, p. 1-78, 2005.

MIURA, S.; OHKUBO, K.; MOHRI, T. Mechanical Properties of Co-Based L12 Intermetallic Compound Co₃(Al,W). **Materials Transactions**, v. 48, n. 9, p. 2403–2408, 2007.

NANDAN, R.; DEBROY, T.; BHADESHIA, H. K. D. H. Recent advances in friction-stir welding - Process, weldment structure and properties. **Progress in Materials Science**, v. 53, n. 6, p. 980–1023, 2008.

OOSHIMA, M.; TANAKA, K.; OKAMOTO, N. L.; KISHIDA, K.; INUI, H. Effects of quaternary alloying elements on the γ' solvus temperature of Co-Al-W based alloys with fcc/L12 two-phase microstructures. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 508, n. 1, p. 71–78, 2010.

PARK, S. H. C.; HIRANO, S.; IMANO, S.; SATO, Y. S.; KOKAWA, H.; OMORI, T.; ISHIDA, K. Friction-stir welding of high-softening-temperature materials using cobalt-based alloy tool. **Materials Science Forum**, v. 706-709, p. 996-1001, 2012.

PARK, S. H. C.; SATO, Y. S.; KOKAWA, H.; OKAMOTO, K.; HIRANO, S.; INAGAKI, M. Rapid formation of the sigma phase in 304 stainless steel during friction stir welding. **Scripta Materialia**, v. 49, n. 12, p. 1175–1180, 2003.

POLLOCK, T. M.; DIBBERN, J.; TSUNEKANE, M.; ZHU, J.; SUZUKI, A. New Co-based γ - γ' High-temperature alloys. **Journal of Materials Science**, v. 62, n. 1, p. 58–63, 2010.

POSADA, M.; DELOACH, J.; REYNOLDS, A. P.; FONDA, R.; HALPIN, J. Evaluation of friction stir welded HSLA-65. **Main**, p. 17–22, 2003.

PRADO, R.; MURR, L. E.; SOTO K. F.; MCCLURE, J. C. Self-optimization in tool wear for friction-stir welding of Al 6061+ 20% Al₂O₃ MMC. **Materials Science and Engineering A**, v. 349, p. 156–165, 2003.

PRECISION TECHNOLOGIES GROUP. Navio Super Liner Ogasawara. Acesso em 25 de outubro de 2013. Disponível em: <http://www.holroyd.com/blog/friction-stir-welding-applications/>.

RAFFO, P. L. Yielding and fracture in tungsten and tungsten-rhenium alloys. **Journal of the Less-Common Metals** v. 7, p. 133–149, 1969.

RAI, R.; DE, A.; BHADSHIA, H. K. D. H.; DEBROY, T. Review: friction stir welding tools. **Science and Technology of Welding & Joining**, v. 16, n. 4, p. 325–342, 2011.

RAMIREZ, A. J.; JUHAS, M. C. Microstructural evolution in Ti-6Al-4V friction stir welds. **Materials Science Forum**, v. 426-432, p. 2999–3004, 2003.

REED, R. C. **The superalloys fundamentals and applications**. Cambridge: Cambridge University Press, 2006. 372 p.

REYNOLDS, A.; POSADA, M.; DELOACH, J.; SKINNER, M.; HALPIN, J.; LIENERT, T. FSW of austenitic stainless steels. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON FRICTION STIR WELDING, 3., 2001, Kobe.

RHODES, C. G.; MAHONEY, M. W.; BINGEL, W. H.; SPURLING, R. A.; BAMPTON, C. C. Effects of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum. **Scripta Materialia**, v. 36, n. 1, p. 69–75, 1997.

SATO, J. et al. Cobalt-base high-temperature alloys. **Science**, v. 312, n. 5770, p. 90–91, 2006.

SATO, Y. S.; KOKAWA, Y.; ENOMOTO, M.; JOGAN, S.; HASHIMOTO, T. Precipitation sequence in friction stir weld of 6063 aluminum during aging. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 30, n. 12, p. 3125-3130, 1999.

SHINAGAWA, K.; OMORI, T.; SATO, J.; OIKAWA, K.; OHNUMA, I.; KAINUMA, R.; ISHIDA, K. Phase equilibria and microstructure on γ' phase in Co-Ni-Al-W system. **Materials Transactions**, v. 49, n. 6, p. 1474–1479, 2008.

SIRTS. Estrutura de vagão do trem de alta velocidade Shinkansen. Acesso em 23 de Maio de 2015. Disponível em: http://www.sirts.pl/images/pliki/4_Hitachi_Rail_Europe_Limited.pdf

SORENSEN, C.; NELSON, T. Friction stir welding of ferrous and nickel alloys. In: MISHRA, R. S.; MAHONEY, M. W. **Friction Stir Welding and Processing**. Ohio: American Society for Materials International, 2007. cap. 6, p. 111–121.

SPINOFF. Processo SAPNC aplicado em rodas de automóveis. Acesso em 23 de Maio de 2015. Disponível em: https://spinoff.nasa.gov/Spinoff2008/ip_4.html

THE WELDING INSTITUTE. Acesso em 4 de Novembro de 2013, disponível em The Welding Institute: <http://www.twi.co.uk/technologies/welding-coating-and-material-processing/friction-stir-welding/benefits-and-advantages/>.

THE WELDING INSTITUTE. (United States). Wayne M. Thomas; Edward D. Nicholas, James C. Needham, Michael G. Murch, Peter Temple-Smith, Christopher J. Dawes. **Friction Welding**, US 5460317, 24 Oct. 1995.

THOMAS, W. M.; THREADGILL, P. L.; NICHOLAS, E. D. Feasibility of friction stir welding steel. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 4, n. 6, p. 365–372, 1999.

THREADGILL, P. L.; LEONARD, A. J.; SHERCLIFF, H. R.; WITHERS, P. J. Friction stir welding of aluminium alloys. **International Materials Reviews**, v. 54, n. 2, p. 49-93, 2009.

WEINBERGER, T.; ENZINGER, N.; CERJAK, H. Microstructural and mechanical characterisation of friction stir welded 15-5PH steel. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 14, n. 3, p. 210–215, 2009.

XUE, F.; WANG, M.; FENG, Q. Alloying effects on heat-treated microstructure in Co-Al-W-base superalloys at 1300 °C and 900 °C. In: SUPERALLOYS 2012: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON SUPERALLOYS, 12. 2012, Warrendale: The Minerals, Metals & Materials Society, p. 813-821.

XUE, F.; WANG, M. L.; FENG, Q. Phase equilibria in Co-rich Co-Al-W alloys at 1300 °C and 900 °C. **Materials Science Forum**, v. 686, p. 388–391, 2011.

XUE, F.; ZHOU, H. J.; DING, X. F.; WANG, M. L.; FENG, Q. Improved high temperature γ' stability of Co-Al-W-base alloys containing Ti and Ta. **Materials Letters**, v. 112, p. 215–218, 2013.

YADAVA, M. K.; MISHRA, R. S.; CHEN, Y. L.; CARLSON, B.; GRANT, G. J. Study of friction stir joining of thin aluminium sheets in lap joint configuration. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 15, n. 1, p. 70–75, 2010.

ZENK, C. H.; NEUMEIER, S.; STONE, H. J.; GOKEN, M. Mechanical properties and lattice misfit of γ/γ' strengthened Co-base superalloys in the Co-W-Al-Ti quaternary system. **Intermetallics**, v. 55, p. 28–39, 2014.

ZHANG, Y. N.; SATO, Y. S.; KOKAWA, H.; PARK, S. H. C.; HIRANO, S. Review of tools for friction stir welding and processing. **Canadian Metallurgical Quarterly**, v. 51, n. 3, p. 250–261, 2012.

ZHU, J.; TITUS, M. S.; POLLOCK, T. M. Experimental investigation and thermodynamic modeling of the Co-rich region in the Co-Al-Ni-W quaternary system. **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**, 2014.