UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

MARCOS VINÍCIUS PEREIRA DE ARAÚJO

Influência da soldagem no comportamento mecânico de tração a quente e fluência da liga G-NiCr28W - MA

> São Carlos 2021

MARCOS VINÍCIUS PEREIRA DE ARAÚJO

Influência da soldagem no comportamento mecânico de tração a quente e fluência da liga G-NiCr28W - MA

Versão Corrigida

Tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Doutor em Ciências.

Área de concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Cassius Olívio Figueiredo Terra Ruchert

São Carlos 2021

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.

Araújo, Marcos Vinícius Pereira
A658i Influência da soldagem no comportamento mecânico de tração a quente e fluência da liga G-NiCr28W - MA / Marcos Vinícius Pereira Araújo; orientador Cassius Olívio Figueiredo Terra Ruchert. São Carlos, 2021.
Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais e Área de Concentração em Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2021.
1. Fluência. 2. Junta soldada. 3. G-NiCr28W-MA. I. Título.

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato: Tecnólogo MARCOS VINICIUS PEREIRA DE ARAUJO.

Título da tese: "Influência da soldagem no comportamento mecânico de tração a quente e fluência da liga G-NiCr28W - MA".

Data da defesa: 09/12/2021.

Comissão Julgadora

Resultado

APPOVACY

Prof. Associado Cassius Olivio Figueiredo Terra Ruchert (Orientador) (Escola de Engenharia de Lorena/EEL-USP)

Prof. Dr. Mauricio Angeloni (Faculdade de Tecnologia do Estado de São Paulo/FATEC - Sertãozinho)

Prof. Dr. Vitor Luiz Sordi (Universidade Federal de São Carlos/UFSCar)

Prof. Associado Haroldo Cavalcanti Pinto (Escola de Engenharia de São Carlos/EESC-USP)

Prof. Dr. Claudio Shyinfi Kiminami (Universidade Federal de São Carlos/UFSCar)

1020VAD

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais: Prof. Associado Rafael Salomão

Presidente da Comissão de Pós-Graduação: Prof. Titular Murilo Araujo Romero

À minha esposa e filha, Priscila e Lorena, com amor, admiração e gratidão por sua compreensão, carinho, presença e incansável apoio ao longo do período de elaboração deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Cassius Olívio Figueiredo Terra Ruchert, pela atenção e apoio durante o processo de definição e orientação.

Ao Prof. Dr. Waldek Wladimir Bose Filho, que nos anos de convivência, muito me ensinou, contribuindo para meu crescimento científico e intelectual.

Ao Prof. Dr. Márcio Correa de Carvalho, da UNIFESSPA, pelo apoio em realizar análises e discussão dos resultados.

À Escola de Engenharia de São Carlos, pela oportunidade de realização do curso de doutorado.

À CAPES, pela concessão da bolsa temporária de Doutorado e pelo apoio financeiro para a realização desta pesquisa.

À empresa ENGEMASA de São Carlos pelo fornecimento do material estudado e ensaios de fluência executados neste trabalho.

Aos funcionários da empresa ENGEMASA Allan dos Miranda, Celso Donisetti Souza Filho, Daniele de Brito e João Guilherme Dessi pelo apoio na execução de preparação de amostras e execução dos ensaios executados neste trabalho;

Ao laboratório EngineersRP pela utilização da infraestrutura para realização de preparação de amostras e execução de análises no material.

Enfim, a todos que de uma forma ou outra estiveram envolvidos na realização desde trabalho e na participação desta etapa da minha vida, os meus sinceros agradecimentos.

Muito obrigado a todos!

"A persistência é o menor caminho do êxito"

Charles Chaplin

RESUMO

ARAÚJO, M. V. P. Influência da soldagem no comportamento mecânico de tração a quente e fluência da liga G-NiCr28W – MA, 185 p. Tese (Doutorado) –Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2021.

O presente trabalho foi realizado com o intuito de se avaliar a influência da presença de uma junta soldada nas propriedades mecânicas em temperatura ambiente e em alta temperatura da liga G-NiCr28W-MA fundida por gravidade. Placas da liga foram fundidas, posteriormente soldadas e então amostras do metal base e da seção transversal da junta soldada foram extraídas, submetidas a análise e ensaios nas condições brutas de fusão e envelhecidas. As análises e os ensaios em temperatura ambiente foram executados objetivando-se estudar a evolução microestrutural e os efeitos do envelhecimento nas propriedades mecânicas do material, aos quais foram evidenciados relevantes diferenças entre as características e comportamentos do metal base e da junta soldada. No metal base e na junta soldada foram executados ensaios de tração, de 24°C até 1000°C. Os ensaios de fluência no metal base e na junta soldada, foram executados na faixa de temperatura de 900°C e 1100°C e tensões entre 15 MPa e 60 MPa. Os resultados dos ensaios de tração foram analisados através da equação de Hollomom, sendo possível determinar os componentes da equação em função da temperatura, podendose assim comparar os resultados determinando a influência da solda em relação ao metal base, a qual demonstrou consideráveis efeitos nos resultados. Os ensaios de fluência também evidenciam que a presença de uma solda neste material tem influências fenomenológicas significativas que devem ser levadas em consideração na fabricação e aplicação deste material. Tais resultados foram analisados por meio das teorias clássicas do estudo da fluência como Monkman-Grant, Nórton e Arrhenius e evidenciam que a região de solda, devido a quantidade de soluto e condições de resfriamento, resultam em refinamento microestrutural em relação ao metal base, tem influência deletéria nas propriedades mecânicas de deformação dependentes do tempo.

Palavras-chave: Fluência, Junta soldada, G-NiCr28W - MA

ABSTRACT

ARAÚJO, M. V. P.**Influence of welding on the mechanical behavior of hot tensile and creep tests of G-NiCr28W - MA alloy.** Thesis (Doctorate) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2021.

The present work was carried out with the aim of evaluating the influence of the presence of a welded joint on the mechanical properties at room temperature and at high temperature of the G-NiCr28W-MA alloy cast by gravity. Alloy plates were cast, then welded, and then samples of the base metal and the cross-section of the welded joint were extracted, subjected to analysis and testing under raw melting and aged conditions. The analyzes and tests at room temperature were carried out with the aim of studying the microstructural evolution and the effects of aging on the mechanical properties of the material, which showed relevant differences between the characteristics and behavior of the base metal and the welded joint. Tensile tests were performed on the base metal and on the welded joint, from 24°C to 1000°C. Creep tests on the base metal and on the welded joint were performed in the temperature range of 900°C and 1100°C and stresses between 15 MPa and 60 MPa. The tensile test results were analyzed using the Hollomom equation, making it possible to determine the components of the equation as a function of temperature, thus being able to compare the results by determining the influence of the weld in relation to the base metal, which showed considerable effects on the results. Creep tests also show that the presence of a weld in this material has significant phenomenological influences that must be taken into account in the manufacture and application of this material. Such results were analyzed through the classical theories of creep study such as Monkman-Grant, Nórton and Arrhenius and show that the weld region, due to the amount of solute and cooling conditions, results in microstructural refinement in relation to the base metal, has deleterious influence on the time-dependent mechanical properties of deformation.

Keyword: Creep, Welded joint, G-NiCr28W – MA

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Mapa de fluência de Weertman	37
Figura 2: (a) Curva de fluência, deformação obtida por extensômetro, (b) Curva instantânea da taxa de deformação em função do tempo	38
Figura 3: Variações da curva de fluência em função da temperatura e tensão aplicada	40
Figura 4: Movimento de vacâncias permitindo a deformação por fluência pelo mecanismo de difusão	42
Figura 5: Sistemas de deslizamento da estrutura atômica CFC	44
Figura 6: Soma vetorial que define os índices de Miller em um sistema de deslizamento da estrutura CFC	44
Figura 7: Mecanismo de fluência predominante de acordo com a inclinação de curva hipotética	45
Figura 8: Mecanismo de deformação por escalagem de discordâncias	46
Figura 9: Fluência por deslizamento de contornos de grão	47
Figura 10: Processo de restauração microestrutural denominado recuperação	48
Figura 11:Curva de DSC do Ferro de alto grau de pureza	49
Figura 12: Comportamento de torção a quente para materiais que somente se recuperam dinamicamente	50
Figura 13: Ensaio de torção a quente do material ASTM A297 Grau HP. Nota-se o patamar de tensão no material, indicando que o fenômeno predominante de restauração dinâmica que atua é a recuperação	50
Figura 14: Solidificação dendrítica	55
Figura 15: Microestrutura de solidificação dendrítica onde pode ser visualizado a segregação constitucional nas regiões interdendríticas	56
Figura 16: Formação de precipitados a partir de (a) solução sólida supersaturada, podendo resultar em (b) precipitados sem coerência cristalográfica ou (c) precipitados com coerência cristalográfica.	57
Figura 17: Efeito do tempo de envelhecimento na propriedade mecânica de dureza, demonstrando o efeito de super-envelhecimento	58
Figura 18: Características no comportamento mecânico que comprovam o envelhecimento dinâmico. (a) Faixa de temperatura que ocorre o envelhecimento dinâmico demonstrado pelo limite de escoamento e (b) Curva de tração apresentando serrilhados	60

Figura 19: Volume e geometria do interstício da célula unitária cúbica de face centrada	61
Figura 20: (a) Pontos de fusão e (b) Entalpia de formação de carbonetos	63
Figura 21: Fluxograma do processo de fabricação por fundição	64
Figura 22: Mecanismo de solidificação de ligas metálicas em um molde	66
Figura 23: Cronologia do desenvolvimento dos processos de soldagem	67
Figura 24: Processos de soldagem disponíveis a nível industrial	68
Figura 25: (a) Equipamento básico para soldagem com eletrodos revestidos e (b) Diagrama de detalhamento de uma poça de fusão para soldagem com eletrodos revestidos	69
Figura 26:Relação da corrente de soldagem com (a) taxa de deposição e (b) geometria do cordão de solda	71
Figura 27: Segregação constitucional e formação de segunda fase dos contornos de grão	72
Figura 28: Orientação cristalográfica exemplificando a solidificação da poça de fusão	73
Figura 29: Super-resfriamento constitucional	74
Figura 30: Relação entre gradiente térmico/velocidade de resfriamento e a porcentagem de soluto, que definem o modo de solidificação	75
Figura 31: Modo de solidificação governada pela quantidade de soluto e gradiente térmico (super-resfriamento constitucional)	76
Figura 32: (a) Exemplo de aplicação em alta temperatura e (b) Deformação dependente do tempo ocasionada pela aplicação do material a alta temperatura	79
Figura 33: Microestrutura da liga G-NiCr28W (a) Bruta de fusão e (b) Envelhecida por 1000 horas a 1000°C	80
Figura 34: Dinâmica de transformação dos carbonetos de cromo na liga em função do tempo e temperatura de envelhecimento	81
Figura 35: Detalhamento das regiões de transformação dos carbonetos de cromo. (a) Transformação dos carbonetos eutéticos M_7C_3 em $M_{23}C_6$. (b) Transformação dos carbonetos $M_{23}C_6$ em M6C	81
Figura 36: Fluxograma experimental	84
Figura 37: Bloco Y utilizado para as análises e caracterizações do metal base	86
Figura 38: Placas fundidas que foram soldadas	86
Figura 39: Blocos Y fundidos	87

Figura 40: Geometria do bisel usinado, obtendo-se o chanfro utilizado	87
Figura 41: Execução da soldagem das placas. (a) Medição da corrente de soldagem.	
(b) Execução de limpeza entre passes. (c) Junta soldada finalizada	88
Figura 42: Esquema de retirada de amostras e corpos de prova dos blocos Y	89
Figura 43: Esquema de retirada de amostras e corpos de prova das placas e juntas soldadas. Obs.: As placas/junta soldada foram analisadas no estado bruto de fusão	89
Figura 44: Exemplo de amostra retirada da junta soldada na orientação de seção transversal, a qual foi utilizada para as análises em microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e nos ensaios de microdureza	91
Figura 45: Orientação de amostras obtidas dos corpos de prova de fluência	91
Figura 46: Esquema de pontos de medição para determinação do perfil de microdureza das juntas soldadas	95
Figura 47: Geometria e dimensões dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração em temperatura ambiente e em alta temperatura no metal base e junta soldada	95
Figura 48: Equipamento utilizado para a execução dos ensaios de tração	96
Figura 49: Extensômetro equipado com hastes de alumina acoplado ao corpo de prova em alta temperatura	97
Figura 50: Pirômetro óptico obtendo dados de temperatura do corpo de prova	97
Figura 51: Equipamento do tipo "peso morto" utilizado para a execução dos ensaios de fluência	98
Figura 52: Instalação do termopar tipo K e do extensômetro do tipo LVDT	90
Figura 53: Geometria e dimensões do corpo de fluência	99
Figura 54: Ensaio de líquido penetrante e envelhecimento do corpo de prova. a) Corpo de prova usinado. b) Aplicação do líquido penetrante. c) aplicação do revelador. d) Corpo de prova da junta soldada após envelhecimento, com destaque para o cordão de solda	100
Figura 55: Determinação da estrutura atômica da matriz do (a) metal base e (b) metal de adição por meio do diagrama de Schaeffler	103
Figura 56: Dilatação linear e coeficiente de dilatação linear α em função da temperatura. (a) Corrida 1 e (b) corrida 2 executados em amostras brutas de fusão diferentes	103

Figura 57: Curva de DSC na faixa de 20 °C à 1200 °C. (a) Curva sem correção, (b) Curva corrigida, ambas demonstrando a não existência de picos de transformações	
alotrópicas, somente leves flutuações ocasionadas a precipitação de carbonetos	105
Figura 58: Curva de DSC aquecida até 900 °C e mantida nesta temperatura por uma hora, não sendo detectado nenhum pico de transformações de fase	106
Figura 59: Curva de DSC aquecida até 1000 °C e mantida nesta temperatura por uma hora, não sendo detectado nenhum pico de transformações de fase	106
Figura 60: Curva de DSC aquecida até 1150 °C e mantida nesta temperatura por uma hora, não sendo detectado nenhum pico de transformações de fase	106
Figura 61: Macrografia da junta soldada na condição bruta de fusão	107
Figura 62: Macrografia da junta soldada na condição envelhecida a 900°C	108
Figura 63: Macrografia da junta soldada na condição envelhecida a 1150°C	109
Figura 64: Microestrutura no estado bruto de fusão do (a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda	110
Figura 65: Zona de ligação evidenciando um modo de solidificação do tipo crescimento colunar dendrítico	111
Figura 66: Microestrutura envelhecida a 900°C por 1000 horas do (a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda	113
Figura 67: Microestrutura envelhecida a 1150°C por 1000 horas do (a) metal base, (b) metal de solda	110
Figura 68: Microestrutura na condição bruta de fusão obtida por MEV-BSE	114
Figura 69: Mapeamento na condição bruta de fusão	117
Figura 70: Junta soldada envelhecida a 900° C/1000 horas obtida por MEV-BSE	110
Figura 71: Maneamento na condição envelhecida a 900°C por 1000 horas	119
Figure 72: Microsoftruture de junte coldede na condição envelhecida e 1150°C por	121
1000 horas obtida por MEV-BSE	122
Figura 73: Mapeamento na condição envelhecida a 1150°C por 1000 horas	123
Figura 74: Comparação entre as microestruturas no (a) estado bruto de fusão, envelhecia a 900°/1000h e (c) envelhecida a 1150°C/1000h	125
Figura 75: Dureza Brinell em função do tempo de envelhecimento	126
Figura 76: Microdureza nas regiões interdendrítica e intradendrítica em função do tempo de envelhecimento	127

Figura 77: Determinação do perfil de microdureza para o estado bruto de fusão...... 128 Figura 78: Perfil de microdureza para a junta soldada envelhecida a 900°C..... 129 Figura 79: Perfil de microdureza para a junta soldada envelhecida a 1150°C..... 130 Figura 80: Curva tensão por deformação em função da temperatura de ensaio do Figura 81: Propriedades de tração em função da temperatura para o metal base...... 132 Figura 82: Curva tensão/deformação em função da temperatura de ensaio da junta soldada 133 Figura 83: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 900°C..... 135 Figura 84: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 950°C..... 135 Figura 85: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 1000°C...... 136 Figura 86: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 1050°C...... 136 Figura 87: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 1100°C...... 136 Figura 88: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 15 MPa..... 137 Figura 89: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 20 MPa..... 137 Figura 90: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 30 MPa..... 137 Figura 91: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 40 MPa..... 138 Figura 92: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 50 MPa..... 138 Figura 93: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 60 MPa..... 138 Figura 94: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 900°C..... 141 Figura 95: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 950°C..... 141 Figura 96: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 1000°C..... 141 Figura 97: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 1050°C...... 142 Figura 98: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 1100°C...... 142 Figura 99: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 15 MPa..... 142 Figura 100: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 20 MPa...... 143 Figura 101: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 30 MPa...... 143 Figura 102: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 40 MPa...... 143 Figura 103: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 50 MPa...... 144 Figura 104: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 60 MPa...... 144

Figura 105: Curvas isotérmicas do tempo de ruptura versus a tensão aplicada	146
Figura 106: Relação de Monkman-Grant	146
Figura 107: Determinação dos parâmetros de Norton e da Lei de Potência do metal base	150
Figura 108: Parâmetros de Nórton e da Lei de Potência para a junta soldada	150
Figura 109: Determinação das constantes da equação de Arrhenius para o metal base.	153
Figura 110: Determinação das constantes da equação de Arrhenius para a junta soldada	100
Figura 111. Energia de ativação em função da temperatura	154
Figura 112: Microestrutura dos corpos de prova de fluência ensaiados a 900°C	160
Figura 113: Microestrutura dos corpos de prova de fluência ensaiados a 950°C	161
Figura 114: Microestrutura dos corpos de prova de fluência ensaiados a 1000°C	162
Figura 115: Microestrutura dos corpos de prova de fluência ensaiados a 1050°C	163
Figura 116: Microestrutura dos corpos de prova de fluência ensaiados a 1100°C	164
Figura 117: Imagem mostrando os locais de nucleação e crescimento de trinca nos corpos de prova na condição de ensaio a 900°C a 60 MPa	166
Figura 118: Imagem mostrando os locais de nucleação e crescimento de trinca nos corpos de prova na condição de ensaio a 1000°C a 40 MPa	166
Figura 119: Imagem mostrando os locais de nucleação e crescimento de trinca nos	100
corpos de prova na condição de ensaio a 1100°C a 15 MPa	167
Figura 120: Detalhe da nucleação de trincas na superfície do corpo de prova	167
Figura 121: Oxidação encontrada nas regiões de nucleação e propagação de trincas/vazios	169
Figura 122: Fractografia evidenciando modo de fratura interdendrítica e microtrincas	100
nas regiões interdendríticas em corpos de prova sem solda	169
Figura 123: Fractografia evidenciando modo de fratura interdendrítica e microtrincas	
nas regiões interdendriticas em corpos de prova soldado	170

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Razão entre o raio do átomo de C em relação aos metais hospedeiros	61
Tabela 2: Estrutura e estequiometria dos carbonetos obtidos	62
Tabela 3: Diferença entre as eletronegatividades dos metais (forte formadores decarbonetos) e do carbono	63
Tabela 4: Estequiometria dos carbonetos em função do envelhecimento do aço G- NiCr28W	82
Tabela 5: Matéria prima utilizada no cálculo de carga para fusão da liga	84
Tabela 6: Faixa de composição química objetivada conforme norma EN 10295 sob a designação DIN G-NiCr28-W com microadição de Titânio	85
Tabela 7: Composição química objetivada do metal de adição	85
Tabela 8: Parâmetros de soldagem utilizados na soldagem das placas	88
Tabela 9: Condições de ensaio de fluência para o metal base e a junta soldada que foram submetidas a análise metalográfica	92
Tabela 10: Condições de ensaio dos corpos de prova foram analisados em MEV	93
Tabela 11: Temperaturas utilizadas nos ensaios de tração	98
Tabela 12: Temperatura e tensão utilizados nos ensaios de fluência o metal base	100
Tabela 13: Temperatura e tensão utilizados nos ensaios de fluência a junta soldada	101
Tabela 14: Análise química do metal base	102
Tabela 15: Análise química do metal de adição	102
Tabela 16: Determinação do níquel e cromo equivalente	103
Tabela 17: Análise EDS das regiões de metal base e metal de solda bruta de fusão	117
Tabela 18: Análise EDS das regiões de metal base e metal de solda envelhecida a 900°C por 1000 horas	120
Tabela 19: Análise EDS das regiões de metal base e metal de solda envelhecida a 1150°C por 1000 horas	122
Tabela 20: Propriedades de fluência para o metal base	139
Tabela 21: Propriedades de fluência para a junta soldada	144
Tabela 22: Comparação entre os valores de tempo de ruptura e taxa de deformação obtidos para o metal base e a junta soldada	147
Tabela 23: Comparação entre os valores de deformação final e redução de área	147

obtidos para o metal base e a junta soldada	
Tabela 24: Constantes m e k da equação de Monkman-Grant	148
Tabela 25: Comparação dos resultados obtidos dos parâmetros de Nórton	151
Tabela 26: Comparação entre os valores obtidos para o metal base e a junta soldada	155
Tabela 27: Energia de ativação em função da temperatura para o metal base/junta	
3010404	158

LISTA DE SIGLAS

- ASTM American Society of Testing and Materials
- ASM American Society of Metals
- USP Universidade de São Paulo
- DIN Deustch Industry Norm
- MEV Microscópio Eletrônico de Varredura
- EDS Energy Dispersive Spectometry
- DSC Differential Scanning Callorimetry
- ISO International Standardization Organization
- USP Universidade de São Paulo
- MB Metal Base
- ZTA Zona Termicamente Afetada
- CFC Cúbica de Face Centrada
- CCC Cúbica de Corpo Centrado
- SMAW Shilded Metal Arc Welding
- HB Hardness Brinell
- HV Hardness Vicker

LISTA DE SÍMBOLOS

- °C Graus Celsius
- K graus Kelvin
- σ-Tensão, MPa
- σ_v Tensão verdadeira, MPa
- E Módulo de elasticidade, GPa
- ε Deformação, mm/mm
- ϵ_v Deformação verdadeira, mm/mm
- $\dot{\epsilon}_{ss}$ Taxa de deformação por fluência
- Q_c Energia de ativação para fluência
- k' Coeficiente de resistência
- n' Expoente de encruamento
- R Constante universal dos gases
- α Coeficiente de dilatação linear
- n Expoente de Nórton
- B, A Constantes do material referente a fluência secundária

Sumário

1.	Introdução e objetivo	33
	1.1. Introdução	33
	1.2. Objetivo	34
2.	Revisão bibliográfica	35
	2.1. Efeito da temperatura no comportamento mecânico dos metais	35
	2.2. Mecanismos de deformação por fluência	36
	2.2.1. Fundamentos de fluência de alta temperatura	38
	2.2.2. Fenomenologia e mecanismos de fluência	40
	2.2.3. Fluência por difusão	41
	2.2.4. Fluência por deslizamento de discordâncias	43
	2.2.4.1. Sistemas de escorregamento em materiais de matriz CFC	43
	2.2.4.2. Fluência por escalagem de discordâncias	46
	2.2.4.3. Fluência por deslizamento de contornos de grãos	46
	2.2.4.4. Alterações microestruturais durante a fluência	47
	2.2.4.5. Mecanismos de deslizamento de contornos de grãos	53
	2.3. Aumento da resistência pela precipitação de carbonetos	54
	2.4. Solidificação das ligas metálicas	54
	2.5. Reações do estado sólido	56
	2.6. O fenômeno de envelhecimento	58
	2.7. Tipos de precipitados	60
	2.8. O processo de fundição em areia por gravidade	64
	2.9. Soldagem	66
	2.9.1. Soldagem por eletrodos revestidos	69
	2.9.2. Solidificação da poça de fusão	72
	2.10. A liga G-NiCr28W	76
3.	Materiais e métodos	84
	3.1. Materiais	84
	3.2. Métodos	85
	3.2.1. Retirada das amostras e corpos de prova	89
	3.2.2. Análise química	90

	3.2.3. Preparação e análise metalográfica	90
	3.2.4. Calorimetria exploratória diferencial	93
	3.2.5. Dilatometria	93
	3.2.6. Ensaios de dureza	94
	3.2.7. Ensaio de microdureza	94
	3.2.8. Ensaios de tração em temperatura ambiente	95
	3.2.9. Ensaios de tração em alta temperatura	96
	3.2.10. Ensaios de fluência	98
4.	Resultados e discussão	102
	4.1. Análise química do metal base e do metal de solda	102
	4.2. Análises térmicas	104
	4.2.1. Ensaios de dilatometria	104
	4.2.2. Calorimetria exploratória diferencial	105
	4.3. Análise macrográfica da junta soldada	107
	4.3.1. Macrografia do estado bruto de fusão	107
	4.3.2. Macrografia na condição envelhecida a 900°C	108
	4.3.3. Macrografia na condição envelhecida a 1150°C	109
	4.4. Caracterização microestrutural	110
	4.4.1. Microscopia óptica	110
	4.4.1.1. Estado bruto de fusão	110
	4.4.1.2. Envelhecido a 900°C por 24, 100, 500 e 1000 horas	112
	4.4.1.3. Envelhecido a 1150°C por 24, 100, 500 e 1000 horas	114
	4.4.2. Microscopia eletrônica de varredura	116
	4.4.2.1. Estado bruto de fusão	116
	4.4.2.2. Envelhecida a 900°C por 24,100, 500 e 1000 horas	119
	4.4.2.3. Envelhecida a 1150°C por 24,100, 500 e 1000 horas	122
	4.5. Ensaio de dureza e microdureza	125
	4.5.1. Ensaios de dureza Brinell no metal base	125
	4.5.2. Ensaios de microdureza no metal base	127

4.5.3. Determinação do perfil de microdureza da junta soldada	128
4.6. Ensaios de tração do metal base e junta soldada	131
4.7. Ensaios de fluência do metal base e junta soldada	135
4.7.1. Comparação das propriedades de fluência entre o metal base e a jur	nta
oldada	145
4.8. Microestrutura dos corpos de prova de fluência e modo de fratura	160
4.8.1. Microscopia óptica	160
4.8.2. Microscopia eletrônica de varredura	166
4.9. Fractografia	169
. Conclusões	171
. Sugestões para trabalhos futuros	173
. Referências	175
. Anexos	181

1. Introdução e objetivo

1.1. Introdução

Os materiais metálicos aplicados em trabalhos a alta temperatura são denominados ligas resistentes ao calor, possuindo apropriadas características contra corrosão e fenômenos de deformação dependentes do tempo. A faixa de temperatura em que as ligas resistentes ao calor são aplicadas está entre 600 e 1200°C, que é a temperatura de muitos processos industriais, tais como geração de vapor de potência, geração de energia por meio de turbinas a vapor e a gás, fornos de tratamento térmico de metais, fornos de reforma para obtenção de hidrogênio, moldes para a fabricação de vidros e seus artefatos e fornos de unidades petroquímicas para obtenção de polímeros.

As falhas mais comuns que ocorrem em componentes que trabalham em alta temperatura são decorrentes dos efeitos de corrosão/oxidação, choque térmico, fadiga térmica/termomecânica e fluência (ASM, 2011). Portanto, é de extrema importância o entendimento dos mecanismos de deformação em alta temperatura, devido as variáveis envolvidas no processo de falha. Essas variaveis podem estar relacionadas a processos de fabricação (fundição e soldagem), comportamento da evolução microestrutural e mecanismos de deformação dependentes do tempo. Logo, o pleno conhecimento de um determinado material pode oferecer confiáveis diretrizes para elaboração de projetos (Ashby, 2004).

Com o aumento da demanda mundial para a produção de energia e e produtos industrializados ao qual a alta temperatura faz parte do processo, se faz necessário o aprimoramento dos materiais existentes levando-se em consideração os mecanismos de degradação que são inerentes ao processo ao qual o componente será submetido e também os processos de fabricação e seus efeitos no comportamento ao qual será solicitado.

O aumento nas demandas destes produtos fez com que os processos industriais sofressem aumento dos parâmetros operacionais dos equipamentos, como as pressões e temperaturas de operação, logo, as ligas tradicionalmente utilizadas tais como ASTM A312 TP 304 e 316, ASTM A297

Gr. HK (0,40C; 25Cr; 20Ni), ASTM A297 Gr. HP (0,40C; 25Cr;35Ni) sofressem modificações por meio da adição de elementos formadores de carbonetos, tais como o nióbio. Apesar de o elemento nióbio ser considerado um forte formador de carboneto, a liga que o tem em sua composição é susceptível a transformar, na faixa de temperatura de 700 a 900°C, os carbonetos de Nb em complexos silicetos denominados "fase G", que é uma fase deletéria ao material.

A liga que será estudada neste trabalho é um aço para alta temperatura a base de Fe-Ni-Cr, sendo normatizada quanto a sua composição química e propriedades mecânicas de acordo com a designação da norma DIN EN 10295 e especificação G-NiCr28W sendo microadicionado o elemento Ti em sua composição originalmente especificada na norma.

A liga G-NiCr28W é uma liga que tem em sua composição 0,40C%; 28%Cr; 48Ni%; 5%W. A considerável presença de tungstênio na composição química promove estabilidade microestrutural ao material, que envolve a mudança estequiométrica dos carbonetos de cromo para a sua forma mais estável, ou seja, M₆C em relação aos carbonetos de estequiometria M_7C_3 e $M_{23}C_6$.

Como a liga é tipicamente fundida e depois soldada, o estudo da junta soldada foi executado para correlacionar como esta se comporta frente as condições de evolução microestrutural / comportamento mecânico bem como ela interferi neste comportamento, uma vez que é de suma importância o conhecimento destes fatores a materiais que são utilizados na fabricação de componentes, que podem ser soldados para montagem e construção de equipamentos em campo.

1.2. Objetivo

Assim o objetivo principal deste trabalho é o estudo de quanto as propriedades mecânicas monotônicas e dependentes do tempo da liga são afetadas pela presença de uma junta soldada.

2. Revisão bibliográfica

2.1. Efeito da temperatura no comportamento mecânico dos metais

Os principais mecanismos de deformação dos materiais são os de deslizamento de discordâncias e por maclagem (POLUKIHIN, GORELIK e VORONTSOV, 1983). Os sistemas de deslizamento de discordâncias dos materiais são dependentes da sua organização atômica, ou seja, de acordo com sua estrutura atômica podem existir mais ou menos sistemas disponíveis de escorregamento, e as discordâncias não se movem com a mesma facilidade em todos os planos cristalinos e em todas direções, pois, a movimentação das discordâncias se dá preferencialmente em planos e direções específicos, ambos com a maior densidade atômica de um tipo de reticulado cristalino (REED-HILL e ABBASCHIAN, 2009).

Em geral, pode-se afirmar que com o aumento da temperatura as discordâncias exibem maior facilidade de escorregamento (DIETER, 1981), pois, este aumento confere ao reticulado cristalino energia que é convertida em vibrações atômica e isso permite que ocorra o deslizamento com tensões menores em relação a temperaturas mais baixas. Conforme se aumenta a temperatura, espera-se que o material se deforme mais com menores cargas aplicadas, resultando que a temperatura tem um papel de ativação de mecanismos de deformação.

Outro fenômeno que cresce exponencialmente com o aumento da temperatura é o da difusão atômica nos modos de auto difusão, difusão de átomos substitucionais, difusão de átomos intersticiais e movimentação de vacâncias que tem um efeito no comportamento do deslizamento das discordâncias, as quais proporcionam mecanismos para "ultrapassarem" obstáculos. Outro efeito da difusão é que conforme é aplicada uma tensão no material, os átomos tendem a fluir de modo a acomodar as tensões internas, ocasionando um mecanismo de deformação por difusão (KASSNER, 2015).

Todos os mecanismos citados têm em comum a temperatura como ativador. Assim é de grande importância do conhecimento da entalpia de cada

processo. Um dos modos de se calcular é variando-se a tensão aplicada para uma dada temperatura, podendo esse procedimento ser realizado em várias temperaturas. De acordo com Kassner (2015), para uma dada temperatura, conforme se diminui a tensão, a taxa de deformação também diminui, e para uma dada tensão, conforme se aumenta a temperatura a taxa de deformação também aumenta. Tal fato evidencia a dependência do tempo para processos de deformação a baixas tensões e alta temperatura, denominando este fenômeno como fluência. Diferentemente das deformações monotônicas, não dependentes do tempo, a fluência é definida como um processo de deformação dependente do tempo, ocorrendo nos materiais quando submetidos a temperatura suficientemente alta para que os mecanismos dependentes do tempo possam ser ativados e atuarem no material, ocorrendo até mesmo abaixo do limite elástico de um material. Em materiais cristalinos, os principais mecanismos de deformação por fluência ocorrem pela ativação térmica do movimento de discordâncias, transporte atômico por difusão e escorregamento de grãos. O entendimento do comportamento de um determinado material é então essencial para se determinar a confiabilidade de um projeto com base no conhecimento prévio de quais mecanismos estão atuando em uma determinada situação.

Frost e Ashby (1982) propuseram melhoras nos mapas de deformação por fluência inicialmente elaborado por Weertman (1970). Nestes mapas, podem ser identificados quais mecanismos de deformação secundária ocorrem para a fluência de um material, dada uma determinada condição de tensão normalizada pelo módulo de cisalhamento em função da temperatura homóloga.

2.2. Mecanismos de deformação por fluência

Com base nos estudos iniciais de Weertman (1970), os mecanismos de deformação por fluência podem ser classificados em três grandes grupos, sendo estes a da fluência anelástica, a de baixa temperatura e a fluência de Andrade ou de alta temperatura. A figura 1 mostra o mapa desenvolvido por
Weertman (1970). Nele pode ser identificados as três regiões mencionadas anteriormente. A anelasticidade se destaca como mecanismo atuante em todas temperaturas, porém somente para tensões abaixo da tensão critica de cisalhamento. A fluência de baixa temperatura é o mecanismo atuante para a faixa de temperatura de T < $0.4T_m$ (sendo T_m a temperatura de fusão) e tensões relativamente altas (levando-se em consideração a resistência mecânica do material na determinada temperatura). Também é conhecida como fluência logarítmica, pois sua deformação varia com o logaritmo do tempo, diminuindo até alcançar uma taxa de deformação zero. São encontradas somente para pequenas deformações, com maior frequência abaixo de 1%, não levando à fratura do componente.



Figura 1: Mapa de fluência de Weertman. Fonte: adaptado de Weertman (1970)

Supondo que seja aplicada uma tensão constante em um determinado material a uma determinada faixa de temperatura, onde essa tensão se localize entre o limite elástico e o limite de resistência a fratura, a deformação se torna dependente do tempo e, assim, é lógico pensar que o processo necessita de uma determinada energia de deformação (entalpia de processo) para que aconteça a movimentação de discordâncias. Porém, a movimentação das discordâncias é impedida, por meio de mecanismos de ancoragem. Com o tempo, para que a deformação continue, se faz necessária a ativação de mecanismos de deformação por deslizamento de discordâncias de maior entalpia, logo, ocorre uma queda da taxa de deformação, obedecendo um comportamento logarítmico.

Para maiores temperaturas, aproximadamente T > 0,4 T_m, e tensões maiores do que as aplicáveis para a fluência anelástica, a fluência é denominada fluência de alta temperatura ou de Andrade, e em relação as demais, a temperatura ativa mecanismos de deformação como, por exemplo, a escalagem de discordâncias, sendo este mecanismo de deformação dependente do tempo é facilitado pelo aumento da mobilidade atômica, ou seja, por meio da autodifusão.

2.2.1. Fundamentos de fluência de alta temperatura

A fluência em alta temperatura é classicamente associada com a plasticidade dependente do tempo sob uma tensão constante em temperatura T > 0,4Tm. A plasticidade sob estas condições é detalhada na figura 2.



Figura 2: (a) Curva de fluência, deformação obtida por extensômetro, (b) Curva instantânea da taxa de deformação em função do tempo. Fonte: Adaptado de Callister e Rethwisch, 2012.

38

Na figura 2 pode ser visualizadas três regiões principais de deformação que compõem o comportamento clássico de metais e suas ligas em deformação por fluência. Inicialmente o material é submetido a uma carga, a qual implicara a um carregamento inicial e uma deformação elástica instantânea não dependente do tempo. Com o tempo o material sofre uma deformação e a taxa de deformação varia, diminuindo sendo esta região da curva denominada fluência primária. O fato da taxa de deformação diminuir com o tempo para a fluência primária sugere que o material exibe um aumento da resistência a fluência classicamente conhecido como encruamento. O encruamento se dá por meio do acumulo de discordâncias, pelas quais seus campos de tensão interagem tornando o material mais resistente. A segunda região da curva, também conhecida como fluência estacionária, é a da fluência secundária, pois a deformação se torna constante em relação ao tempo (linear), ou seja, a taxa de deformação é estacionária. A constância da taxa de deformação nesta região se deve ao fato de que existe concorrência entre processos de encruamento e recuperação, uma vez que em altas temperaturas, os materiais tendem a sofrer processos de restauração microestruturais. A taxa de deformação da região secundária é o parâmetro mais importante de um ensaio e caracterização do comportamento de fluência de um determinado material, pois, o projeto de componentes baseados no seu comportamento em fluência se baseia nesta taxa. A terceira região da curva, denominada fluência terciária apresenta um aumento da taxa de deformação até a ruptura do material, resultando de processos de alterações microestruturais ou processos de evolução metalúrgica de falha, como por exemplo, escorregamento de contornos de grãos, nucleação de vazios e também pode ocorrer estricção do componente elevando a tensão aplicada e assim a taxa de deformação. A taxa de deformação por fluência é afetada pela variação da temperatura e da tensão aplicada. A figura 3 mostra as tendências do comportamento em fluência de um material em relação a variação destes dois parâmetros.



Figura 3: Variações da curva de fluência em função da temp. e tensão aplicada. Fonte: Adaptado de Callister e Rethwisch, 2012.

De acordo com a figura 3, com o aumento da temperatura e o aumento da tensão aumenta-se a taxa de deformação e diminui-se o tempo de ruptura.

2.2.2 Fenomenologia e mecanismos de fluência

Segundo Kassner (2015), em metais puros ou ligas da classe "*m*" (metais com comportamento em fluência similar à de metais puros) existe uma relação estabelecida, altamente fenomenológica, entre a taxa de fluência secundária, ϵ_{ss} , e a tensão, σ , que é consistente com a lei de Norton sendo denominada Lei da potência.

$$\dot{\varepsilon_{ss}} = A_0 \exp(-Q_c/RT) (\sigma_{ss}/E)^n \tag{1}$$

Onde:

A0: Constante do material

R: Constante universal dos gases

T: Temperatura

Qc: Entalpia ou energia de ativação para o fenômeno de fluência

E: Módulo de elasticidade

n: Expoente de Nórton

A equação 1 descreve a correlação entre a taxa de deformação, a tensão e a temperatura a qual o material é submetido, em uma equação do tipo Arrhenius. Os principais mecanismos de deformação por fluência são o deslizamento de discordâncias e a difusão atômica, porém os valores de entalpia de ativação de cada processo são diferentes. Em âmbito geral, quatro grandes grupos podem classificar os mecanismos de fluência, sendo: Difusão, Deslizamento de discordâncias, escalagem de discordâncias e deslizamento de contornos de grãos.

2.2.3. Fluência por difusão

A fluência difusional, ou seja, a não baseada em escorregamento de discordâncias em baixa temperatura e alta tensão, foi sugerida qualitativamente por Nabarro (1948) e quantificada por Herring (1950). Vacâncias em excesso são criadas nos contornos e são transportadas através do cristal no sentido perpendicular ao eixo da tensão aplicada. A concentração de vacâncias pode ser estimada por meio da equação 2.

$$c = c_{\nu} \left[\exp\left(\frac{\sigma b^3}{kT}\right) \right]$$
(2)

nde:

c: Concentração de vacâncias;

cv: Concentração de equilíbrio de vacâncias

σ: Tensão aplicada;

b: Vetor de Burgers;

O excesso de vacâncias difundem dos contornos de grãos, no sentido normal a da tensão aplicada, para a orientação paralela, conforme ilustra a figura 4. Desta forma, os contornos de grão atuam como fontes e sumidouro de vacâncias.



Figura 4: Movimento de vacâncias permitindo a deformação por fluência pelo mecanismo de difusão.

Fonte: Adaptado de Kassner (2015) e Reed-Hill (2009).

Coble (1963) propôs que a fluência era controlada ao longo dos contornos de grãos. Assim, pode-se concluir que os dois mecanismos atuam concomitantemente, obedecendo uma relação linear e resultante das contribuições dos dois mecanismos de deformação por difusão. No entanto, o mecanismo proposto por Coble predomina em menores temperaturas. Já o proposto por Nabarro-Herring predomina para maiores temperaturas. Ambos mecanismos necessitam de acomodação dos grãos, neste caso por deslizamento, para que não se iniciem a formação de vazios nas regiões intergranulares. Em 1957, Harper e Dorn sugeriram que para baixas tensões e alta temperatura, a taxa de fluência secundária evidencia um comportamento Newtoniano, similar a fluência difusional, mas o mecanismo de deformação envolve a escalagem, a partir de configurações de discordâncias de baixa densidade, apresentando constância em grãos de tamanho relativamente grandes, de modo que os mecanismos através dos contornos de grão se tornem desprezíveis.

De modo geral, a fluência por difusão se torna o mecanismo predominante em situações onde existam condições de alta temperatura e baixas tensões, sendo considerada, em vista dos demais mecanismos, como um processo lento.

2.2.4. Fluência por deslizamento de discordâncias

Nesta categoria de mecanismos, a deformação por fluência ocorre por meio do deslizamento de discordâncias nos sistemas de escorregamento de um material específico. Naturalmente, todos os materiais (principalmente os de engenharia) apresentam graus de impureza, sejam intencionais ou não, sendo tais obstáculos superados por meio de ativação térmica para a discordância continuar a deslizar.

2.2.4.1. Sistemas de escorregamento em materiais de

matriz CFC

O principal plano de deslizamento na estrutura atômica do sistema CFC são da família de planos octaedrais {111}, como ilustra a figura 5 (a). A figura 5 (b) mostra um plano deste tipo, e abaixo deste plano, a figura mostra um plano extra. A figura 5 (c) mostra o movimento de "zig-zag" que uma discordância parcial. Este movimento mostrado pela figura 5 (b) mostra como uma discordância pode ser dividida em duas para formar discordâncias parciais.

O vetor de Burgers, para a estrutura CFC, que permite maior facilidade para o deslizamento é o grupo de direções (110), sendo o vetor de Burgers dado pela equação 3:

$$\frac{1}{2}[\bar{1}01] = \frac{1}{6}[\bar{1}2\bar{1}] + \frac{1}{6}[\bar{2}11] \tag{3}$$

A soma vetorial deste mecanismo pode ser visualizado por meio da figura 6.



Figura 5: Sistemas de deslizamento da estrutura atômica CFC. Fonte: Adaptado de Reed-Hill, 2009.



Figura 6: Soma vetorial que define os índices de Miller em um sistema de deslizamento da estrutura CFC.

Fonte: Adaptado de Reed-Hill, 2009

Quando uma discordância total é dividida em duas discordâncias parciais, a energia para a deformação é diminuída. Isto se deve a energia associada a uma discordância ser proporcional ao quadrado do vetor de Burgers. O vetor de Burgers de uma discordância total é o dobro das discordâncias parciais. Portanto, cada tipo de material exibirá um determinado

tipo de energia associada a discordâncias parciais. De acordo com a magnitude da discordância parcial, essa nova configuração será denominada "discordância estendida". Em planos compactos, no caso {111} para o CFC, tais discordâncias estendidas podem gerar falhas na sequência dos planos atômicos, denominadas falhas de empilhamento. E a essas falhas, está associada uma energia, denominada energia de falha de empilhamento. A energia de falha de empilhamento é uma importante propriedade relativa a cada material e dela, depende se um material sofrerá determinados processos de restauração microestrutural, tais como recuperação e recristalização dinâmicos.

A equação (1) descreve a taxa de fluência secundária em função da tensão e temperatura resultando que sua inclinação obtida por meio de um expoente a denomina como lei da potência. Por isso, essa equação é aplicada para metais puros e ligas da classe M que são ligas que sob o aspecto da fluência, se comportam de maneira similar a metais puros, podendo citar como exemplo ligas de matriz austenítica como inox e ligas a base de níquel (KASSNER, 2015). Com o aumento da tensão e/ou da temperatura aplicada, essa inclinação é alterada. Assim, pode-se considerar um esquema, demonstrado na figura 7 que mostra, dentro da região de fluência secundária os tipos de fluência encontradas.



Figura 7: Mecanismo de fluência predominante de acordo com a inclinação de curva hipotética.

Fonte: Adaptado de Kassner, 2015

A energia de ativação pode ser estimada com base na inclinação da curva do logaritmo da taxa de deformação, ε_{ss}, pelo inverso da temperatura absoluta.

2.2.4.2. Fluência por escalagem de discordâncias

Com a aplicação de tensão no material, as discordâncias tendem a deslizar, deformando o cristal com o tempo. Mas, ao encontrar um obstáculo, tal como precipitados, maior energia relacionada a deformação (tensão e temperatura) é necessário para que a deformação continue. Por meio do auxílio de vacâncias, a discordância muda de plano em um mecanismo denominado escalagem conforme ilustra figura 8.



Figura 8: Mecanismo de deformação por escalagem de discordâncias.

Fonte: Dowling, 2013

Com o acumulo de deformação por escalagem, o material sofrerá a deformação macroscópica, que é dependente do tempo, pois a escalagem é dependente do tempo.

2.2.4.3. Fluência por deslizamento de contornos de

grãos

Acima da temperatura homóloga de 0,4_{Tm}, os grãos de materiais policristalinos podem deslizar em relação ao seu vizinho, em um movimento que é favorecido pela orientação da tensão aplicada. Em geral, não é o mecanismo predominante na deformação dependente do tempo, porém tem

papel determinante no modo de fratura do material, sendo inversamente proporcional ao tamanho de grão (EDWARD e ASHBY, 1979). A maioria dos modos de fratura intergranular por fluência são iniciados por meio desse mecanismo, como a criação de vazios, conforme ilustra a figura 9.



Figura 9: Fluência por deslizamento de contornos de grão. Fonte: Adaptado de Edward e Ashby (1979)

2.2.4.4. Alterações microestruturais durante a fluência

Na fluência primária, ocorre uma rápida acomodação plástica em pontos microestruturais de concentração de tensão, como em contornos de grão e falhas internas. Ao esgotarem-se, a acomodação plástica inicial dá lugar a taxa de fluência secundária, que é basicamente um balanço entre os fenômenos de encruamento e recuperação dinâmica. O termo recuperação se refere a mudanças em um material deformado, ou encruado, que ocorrem antes da recristalização e que parcialmente restaura as propriedades do material antes da deformação (HUMPHREYS e HATERLY, 2004). Inicialmente, a recuperação se dá por meio das mudanças de subestruturas de discordâncias no interior do grão do material. A recuperação não é confinada a materiais pré deformados,

podendo ocorrem em materiais fora do seu estado de equilíbrio, materiais de alta concentração de defeitos pontuais e/ou lineares. No caso de materiais deformados, defeitos pontuais e discordâncias são formados durante a deformação. A recuperação de discordâncias não é um evento único, mas ocorre após uma série de eventos, conforme ilustra a figura 10.



Figura 10: Processo de restauração microestrutural denominado recuperação. Fonte: Humphreys e Haterly (2004).

Para que todos ou apenas parte dos eventos descritos na figura 10 ocorram em um material, dependerá de importantes variáveis como composição química do material, nível de deformação aplicada, temperatura no momento da deformação e temperatura no momento em que o fenômeno de recuperação ocorre. No caso da fluência, a recuperação ocorre no momento da deformação, e para essa situação, o processo é denominado recuperação dinâmica. Durante a recuperação, mudanças a nível microestrutural são sutis sendo, portanto, praticamente impossível de detectá-las. Para obter dados da temperatura em que ocorre e quantificá-la, se faz necessário a utilização de ensaios/análises indiretas, como por exemplo, por um ensaio de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), sendo seu resultado exemplificado na figura 11.



Figura 11:Curva de calorimetria exploratória diferencial do Ferro de alto grau de pureza.

Fonte: Reed-Hill e Abbaschian, 2009.

Atualmente, Ο maior interesse no estudo da recuperação е recristalização dinâmicas não advém dos estudos dos fenômenos de fluência, mas sim do campo de estudo de conformação a quente de materiais metálicos. Consequentemente, os fenômenos são estudados por meio das propriedades de tração, compressão e torção em vez dos dados de fluência. O ensaio de torção a quente, que será detalhado posteriormente, é o ensaio mais utilizado para se estudar os fenômenos de recuperação e recristalização dinâmica devido as grandes deformações possíveis de serem obtidas e de ser um ensaio simples de ser realizado em comparação ao de fluência. Em materiais metálicos que tendem a somente se recuperar, como no caso das ligas ferrosas e ligas de alumínio, a recuperação dinâmica pode ser o único fenômeno atuante no processo. Em tal caso, a curva de tensão de cisalhamento por deformação de cisalhamento alcançará um valor e permanecerá em um patamar, conforme a Figura 12. Note que após um aumento na tensão, a curva atinge um valor estacionário, destacado por T_s.



Figura 12: Comportamento de torção a quente para materiais que somente se recuperam dinamicamente.

Fonte: Reed-Hill e Abbaschian, 2009.

Como obtido por Araújo (2016), o aço ASTM A297 Gr. HP modificado com nióbio, que é composto de 25%p Cr., 35%p Ni e adição de nióbio, de matriz austenítica, não se recristaliza dinamicamente, conforme pode ser visualizado na figura 13.



Figura 13: Ensaio de torção a quente do material ASTM A297 Grau HP. Nota-se o patamar de tensão no material, indicando que o fenômeno predominante de restauração dinâmica que atua é a recuperação. Fonte: Araújo (2016).

Para Hertel (1980 apud REED-HILL; ABBASCHIAN, 1994), a maioria das deformações em alta temperatura implicam apenas nos fenômenos de recuperação dinâmica, e com esse tipo de raciocínio, tem sido desenvolvido uma teoria onde somente a recuperação dinâmica acontece em uma curva tensão-deformação de cisalhamento. Durante a deformação plástica, tem-se inicialmente o encruamento do material, aumentando a sua resistência devido ao aumento na densidade de discordâncias. A evolução da densidade de discordâncias (ρ) durante a deformação (ε) na etapa de encruamento é controlada pela competição entre o armazenamento e a aniquilação (rearranjo) de discordâncias e pode ser dado por dois termos independentes conforme equação 4:

$$\frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} = \frac{\partial \rho^+}{\partial \varepsilon} - \frac{\partial \rho^-}{\partial \varepsilon}$$
(4)

O primeiro termo do lado direito da equação fornece o de aumento da densidade de discordâncias devido à taxa de deformação enquanto o segundo termo fornece a diminuição da taxa densidade de discordâncias devido à recuperação dinâmica. Considerando que a geração de discordância pode ser considerada independente da deformação e que a recuperação dinâmica segue uma cinética de primeira ordem (JONAS *et al*, 2009) então a equação 4 se torna:

$$\frac{\partial \rho}{\partial \varepsilon} = h - r\rho \tag{5}$$

O termo h está associado ao encruamento e r está associado à recuperação dinâmica em uma referente temperatura e taxa de deformação, tal expressão exibe que a densidade de discordância tem influência na curvatura, sendo porém independente da deformação. A integral da equação 5 resulta em:

$$\rho = \rho_0 exp(-r\varepsilon) + \left(\frac{h}{r}\right) \left(1 - exp(-r\varepsilon)\right) \tag{6}$$

E a tensão de cisalhamento, τ , é fornecida pela equação 7:

$$\tau = \alpha \mu b \rho^{1/2} \tag{7}$$

Onde α é uma constante adimensional, μ é o módulo de cisalhamento, b é o vetor de Burgers e ρ é a densidade de discordâncias. Assim, a tensão pode ser obtida pela equação 8:

$$\sigma = \alpha M \mu b \rho^{1/2} \tag{8}$$

Combinando-se as equações 6 e 8, é obtido uma função que fornece a evolução da tensão dada pela equação 9:

$$\sigma = \sigma_0^2 \exp(-r\varepsilon) + (\alpha M \mu b)^2 \left(\frac{h}{r}\right) (1 - \exp((-r\varepsilon))^{1/2}$$
(9)

Onde σ_0 é a tensão inicial e quando ϵ tender ao infinito, a equação 8 é reescrita como:

$$\sigma \approx \alpha M \mu b \sqrt{h/r} \tag{10}$$

Assumindo por definição que a equação 10 é a tensão de saturação, que identifica o fenômeno de recuperação dinâmica (σ_{sat}) a equação 9 pode ser rescrita como:

$$\sigma = [\sigma_{sat}^2 - (\sigma_{sat}^2 - \sigma_0^2)exp(-r\varepsilon)]^{1/2}$$
⁽¹¹⁾

A equação 11 descreve a relação entre tensão e deformação para materiais que apresentam marcadamente somente o fenômeno de recuperação

dinâmica em um processo de amaciamento dinâmico. Em alta temperatura, a recuperação dinâmica tem um forte efeito no formato em curvas Tensãodeformação devido ao fato de que movimento de discordâncias diminuir a energia média de deformação e o efeito disso é que o material tem maior facilidade de nuclear e propagar discordâncias proporcionando ao material uma menor tendência ao encruamento.

A recuperação não tem o mesmo efeito em todos materiais, tendendo a ser o mecanismo de restauração microestrutural predominante em materiais de alta energia de falha de empilhamento. Em materiais de baixa energia de falha de empilhamento, ocorre o mecanismo de recristalização dinâmica, que sobrepõe qualquer vestígio da ocorrência de recuperação dinâmica. A correspondência entre qual tipo de mecanismo de restauração microestrutural dinâmica e a energia de falha de empilhamento está nos mecanismos primários de movimentação de discordâncias. Especificamente, o mecanismo primário envolvendo a recuperação dinâmica sugere que é um processo de escorregamento cruzado de discordâncias é ativado termicamente.

2.2.4.5. Mecanismos de deslizamento de contornos de

grãos

Neste mecanismo de deformação, dependente do tempo, ocorre a movimentação dos grãos em relação aos grãos vizinhos de forma a acomodar a deformação do grão causada pelos mecanismos de deslizamento de discordâncias. Devido ao fato do deslizamento em contornos de grãos ocorrerem em temperatura próxima a de fusão e a baixas taxas de deformação, não se considera o deslizamento de contornos como um mecanismo independente, sendo considerado um mecanismo combinado de fluência por discordâncias e por difusão. Do ponto de vista de deformação na fluência secundária, não apresenta grande contribuição, mas para a fluência terciária se torna um importante fator, pois controla um dos principais mecanismos de fratura intergranular.

2.3. Aumento da resistência pela precipitação de carbonetos

Em alta temperatura, visando os efeitos das deformações dependentes do tempo, existem dois conceitos básicos na engenharia de materiais para melhorar as propriedades dos materiais, sendo, em primeiro lugar, a manipulação da morfologia granular dos materiais, onde se considera orientação e tamanho de grãos, buscando-se sempre o aumento dos grãos sendo possível até mesmo a obtenção e aplicação nestes tipos de serviço materiais monocristalinos. Em segundo, o ancoramento de discordâncias por meio da criação de obstáculos que dificultem ou mesmo bloqueiem seu deslizamento.

Um dos meios para a criação dos obstáculos é a nucleação e crescimento de precipitados no material. Levando-se em consideração que para aplicações de materiais a trabalhos em altas temperaturas, os materiais empregados devem ter elevada resistência a oxidação e efeitos de corrosão, as ligas utilizadas são geralmente de materiais com alta resistência a estes meios degradantes, como por exemplo, ligas de aço inoxidável, ligas a base de níquel, ligas a base de cobalto, ou seja, ligas metálicas consideradas com alto grau de elementos de liga. Um dos efeitos não desejados do alto grau de elementos de liga e o trabalho em alta temperatura é a de possível formação de fases, de caráter cerâmica ou intermetálicas, que possam ter efeito deletério no comportamento desejado do material (PIERSON, 1996). Com base no material estudado neste trabalho, o mecanismo de aumento de resistência a deformações dependentes do tempo, será a precipitação de fases cerâmicas (carbonetos), oriunda da fusão primária do material na fusão durante a fundição e ciclos térmicos durante a soldagem e também do envelhecimento da liga e da precipitação durante a deformação em alta temperatura.

2.4. Solidificação das ligas metálicas

A maioria dos componentes metálicos comerciais são obtidos por meio da solidificação de metais a partir de fase líquida, sendo denominados fundidos (ASM vol 15, 2011). As propriedades destes materiais estão diretamente relacionadas com a natureza da solidificação. A solidificação dos metais ocorre através da nucleação e crescimento de grão, e sobre condições apropriadas, os metais podem ser resfriados abaixo da temperatura de fusão sem se solidificar, em um fenômeno denominado super-resfriamento. O super-resfriamento está diretamente relacionado as forças de ligação atômica, ou seja, os materiais com maiores ponto de fusão são a queles que necessitam de maior energia para que o cristal seja desfeito. Para esses materiais também espera-se que o super-resfriamento tenha maior magnitude na condição homogênea. Em condições heterogêneas, a magnitude de super-resfriamento é diminuída devido ao fato das diferentes temperaturas características de cada componente químico envolvido.

A solidificação dendrítica é um fenômeno comum na maioria das ligas comerciais. Nesta situação, o super-resfriamento é um dos fatores para a ocorrência da solidificação e é a força motriz para um crescimento dendrítico, uma vez que gera um gradiente de temperatura entre diferentes composições químicas a partir da segregação constitucional (REED-HILL e ABBASCHIAN, 2009). De forma geral, a segregação constitucional resulta de quando o material se solidifica com uma composição diferente do líquido que a originou. A solidificação dendrítica então se inicia e o crescimento dos grãos se dá conforme ilustra a figura 14. A figura 15 mostra um exemplo de solidificação onde se visualiza a segregação constitucional dendrítica.



Figura 14: Solidificação dendrítica. Fonte: Reed-Hill e Abbaschian (2009)



Figura 15: Microestrutura de solidificação dendrítica onde pode ser visualizado a segregação constitucional nas regiões interdendríticas. Fonte: Whittaker, Wilshire e Brear (2013).

utilizadas em aplicações industriais, Em ligas geralmente são adicionados átomos de soluto para proporcionar melhora nas propriedades dos materiais e estes são dissolvidos podendo reagir para formar compostos, como por exemplo, o carbono para a formação de carbonetos. Na maioria das vezes, esses carbonetos têm uma densidade menor do que o metal liquido. Quando uma liga se solidifica, quer estes compostos estejam na forma de elementos de liga ou como impureza, têm a menor solubilidade na fase sólida do que na líquida, sendo este um fator que leva a segregação de elementos solutos nos fundidos, os quais se enquadram em regiões de segregação como as de um de cordão de solda. A segregação dendrítica é muito comum em fundidos solidificados em condições normais (pressão e taxa de resfriamento) onde se torna possível verificar variações localizadas, chamada de microsegregação.

2.5. Reações do estado sólido

A precipitação de uma nova fase a partir de uma única fase em estado sólido é amplamente controlada por difusão, ocorrendo quando o soluto, tende a formar embriões. Em sistemas condensados (líquidos e sólidos), a energia de deformação é geralmente um importante fator e a formação de uma nova fase sempre envolve uma forma de deformação do reticulado cristalino. Quando a

interface entre um embrião e a matriz é coerente, existe correspondência entre os planos e direções cristalográficas separando as duas fases. Essas características cristalográficas podem, contudo, sofrer mudanças na direção ao atravessar a interface. Em uma matriz (figura 16) que contém uma solução supersaturada de B em A, nota-se que o núcleo do precipitado tem um formato que se aproxima de uma forma esférica. Logo, verifica-se que o precipitado tem maior energia de ligação sendo capaz de deformar a matriz a qual está cristalograficamente ancorado. Por outro lado, se o precipitado tiver uma menor energia de ligação, o mesmo terá o formato de placas (REED-HILL e ABBASCHIAN, 2009).



Figura 16: Formação de precipitados a partir de (a) solução sólida supersaturada, podendo resultar em (b) precipitados sem coerência cristalográfica ou (c) precipitados com coerência cristalográfica. Fonte: Reed-Hill e Abbaschian (2009).

No caso do precipitado coerente, foi demonstrado que a energia de deformação plástica do reticulado cristalino não tem grande dependência do seu formato. Este não é o caso de precipitados não coerentes. No sentido de ancoramento de discordâncias, os precipitados coerentes pode ser "atravessado" pela discordância, já os incoerentes não permitem este mecanismo. Então, o deslizamento das discordâncias apresentam outro mecanismo para vencer este obstáculo, sendo esse mecanismo o de

escalagem, que necessitam de maiores energias para ativação do mecanismo (KASSNER, 2015). Assim, pode-se concluir que os precipitados incoerentes têm maior efetividade na ancoragem de deslizamento de discordâncias.

Até o momento foram consideradas apenas as reações, nucleações e transformações no resfriamento do material a partir de sua fusão. Tendo por base que o material estudado será utilizado em alta temperatura, se faz importante o conhecimento das transformações que podem ocorrer no aquecimento do material. Existem importantes diferenças cinéticas que ocorrem no aquecimento em relação ao resfriamento. As prováveis causas estão no comportamento de cinética de nucleação, pois, é considerado maior facilidade de nucleação heterogênea em relação a nucleação homogênea.

2.6. O fenômeno de envelhecimento

Nenhum tipo de precipitação pode ocorrer sem a nucleação, e uma vez ela iniciada, a solução sólida principalmente a intersticial, perde átomos de duas maneiras: com a nucleação de novos precipitados e com o crescimento daqueles já nucleados. O progresso da precipitação é governado pela equação de Avrami. O mais importante efeito da precipitação é que a matriz onde ela se precipita endurece. Porém com o passar de tempo de envelhecimento, o material começa perder parte da dureza adquirida, e este fenômeno é denominado super-envelhecimento. A figura 17 mostra um comportamento típico deste fenômeno.



Figura 17: Efeito do tempo de envelhecimento na propriedade mecânica de dureza, demonstrando o efeito de super-envelhecimento. Fonte: Reed-Hill e Abbaschian (2009)

O formato da curva se dá em função de duas variáveis, a temperatura e a composição química da liga. Quanto maior a temperatura, mais rápido ocorre a precipitação, porém o superenvelhecimento também ocorrerá. A composição influencia a curva, o grau de supersaturação é pequeno, logo é menor a cinética de nucleação e crescimento de precipitados. Uma interessante característica da precipitação é que os precipitados não se desenvolvem em sua forma mais estável, ou seja, o precipitado possui diversas estequiometrias e/ou morfologia antes de seu estado termodinâmico de menor energia. Em relação ao aumento da resistência do material com a precipitação, essa ocorre devido ao ancoramento das discordâncias, impedindo seu deslizamento e evitando que o material se deforme.

Em um ensaio de tração, a partir do aumento da temperatura, a tensão limite de escoamento diminui e com a temperatura suficientemente alta, começa a ocorrer a interação entre as discordâncias e os átomos de impureza (intencionais ou não) ocorrendo assim, durante a deformação, um fenômeno que é conhecido por envelhecimento dinâmico. Uma manifestação física que pode ocorrer é que uma determinada faixa de temperatura é dependente da taxa de deformação (figura 18 a). O aumento da taxa de deformação é diretamente proporcional ao aumento dos limites inferior e superior da faixa de temperatura onde ocorre o envelhecimento dinâmico. Outra manifestação física que ocorre é que o limite de escoamento, nesta faixa de temperatura, se torna aproximadamente constante.

Dentro da faixa de temperatura de envelhecimento dinâmico, o fluxo plástico tende a se tornar instável, sendo manifestado por meio de irregularidades na curva tensão por deformação sob a forma de serrilhados, conforme ilustra a figura 18 b.



Figura 18: Características no comportamento mecânico que comprovam o envelhecimento dinâmico. (a) Faixa de temperatura que ocorre o envelhecimento dinâmico demonstrado pelo limite de escoamento e (b) Curva de tração apresentando serrilhados.

Fonte: Reed-Hill e Abbaschian (2009).

Os serrilhados apresentados são conhecidos como efeito de Portevin-LeChatelier. Os aspectos mais significantes do envelhecimento dinâmico são os observados em materiais que contém átomos em solução sólida intersticiais.

2.7. Tipos de precipitados

Os precipitados são compostos formados a partir de diferentes composições químicas, sendo classificado como uma fase diferente da matriz do material (PIERSON, 1996). Existem dois grandes grupos, sendo os intermetálicos, homogêneos ou heterogêneos e os não metálicos, podendo ser compostos cerâmicos ou covalentes. Em geral, elementos de soluções sólidas, sejam substitucional, como Cr, W, Mo, Ti ou intersticial, como C, N e B são adicionados intencionalmente com o intuito de proporcionar precipitados ao material. A estabilidade do material em alta temperatura é consideravelmente dependente da sua composição química, logo, a formação e transformação das fases e precipitados tem grande importância tecnológica. Para o presente trabalho, as fases de interesse no estado precipitados são oriundas da reação com o carbono, ou a nucleação, crescimento e transformação de carbonetos.

Convencionalmente, a denominação carboneto é aplicável a formação de fases com outro elemento de igual ou menor eletronegatividade. Para a formação dos carbonetos, são essenciais três propriedades distintas, sendo elas a eletronegatividade, o tamanho atômico e o tipo de ligação (a qual é dependente do espécime e sua configuração eletrônica). Os carbonetos são divididos em: Intersticiais (sendo estes os abordados neste trabalho), covalentes, intermediários e os de estrutura cristalina rocha.

Os carbonetos são compostos de átomos de C intersticiais (soluto) em uma matriz hospedeira (solvente). A configuração da estrutura cristalina da matriz estabelece os limites de solubilidade do carbono, e é totalmente dependente do tipo de estrutura, onde os fatores de empacotamento para estruturas do tipo CCC é da ordem de 0,68 e para a estrutura do tipo CFC é de 0,74. Os fatores de empacotamento apontam para uma maior solubilidade na estrutura CCC, entretanto, a estrutura CFC apresenta maior solubilidade. Tal fato pode ser explicado por meio volume dos interstícios, para o sistema CFC dentro da célula cristalina, se apresenta na geometria octaedral, conforme figura 19.



Figura 19: Volume e geometria do interstício da célula unitária cúbica de face centrada.

Fonte: Cahn e Haasen, 1983

A relação para a formação de carbonetos intersticiais e o átomo do hospedeiro deve ser menor ou igual que 0,60 (60% do tamanho atômico) para

esse limite de formação intersticial, nove átomos metálicos se enquadram, conforme detalha a tabela 1.

Grupo IV		Grupo V		Grupo VI	
C/Ti	0,526	C/V	0,576	C/Cr	0,609
C/Zr	0,483	C/Nb	0,530	C/Mo	0,556
C/Hf	0,486	C/Ta	0,529	C/W	0,553

Tabela 1: Razão do raio do átomo de C e dos metais hospedeiros (Pierson, 1996).

Outra característica dependente da razão entre os raios atômicos é a estrutura cristalina resultante do composto. Entretanto, para um mesmo composto existem diferenças estequiométricas, e essa característica é dependente do quanto tempo houve para a nucleação, crescimento e transformação dos carbonetos, uma vez que os mesmos precipitados no resfriamento do material a partir do estado líquido, podem não estar em seu estado termodinâmico de maior estabilidade (alta energia livre). A tabela 2 detalha a estrutura cristalina e sua respectiva estequiometria de alguns dos carbonetos obtidos.

Grupo IV	Grupo V	Grupo VI	
	V ₂ C (HCP)		
	V_4C_3 *	$Cr_{23}C_6$ (CFC)	
TiC_{1-x} (CFC)	V_6C_5*	Cr_7C_3 *	
	V_8C_7 *	CR_3C_2 (hex)	
	VC (CFC)		
	Nb ₂ C (HCP)	$M_{2} \subset (\Pi \subset D)$	
$7 \sim (CEC)$	Nb_3C_2 *	$MO_2C(HCP)$	
ΣIC_{1-x} (CFC)	Nb ₄ C*	$M_{0}C$ (here)	
	NbC (CFC)	Moc (liex)	
	Ta ₂ C (HCP)		
	Ta_3C_2*	W ₂ C (HCP)	
$\Pi U_{1-x}(UFU)$	Ta ₄ C*	WC (HCP)	
	TaC (CFC)		

Tabela 2: Estrutura e estec	quiometria (dos carbonetos	obtidos	(Pierson,	1996)
				· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	

CFC: Cúbica de face centrada; **HCP**: Hexagonal compacta; **hex**: Hexagonal simples; * Não determinada

Outra característica importante para a formação do carboneto é a diferença de eletronegatividade. Especificamente, para a formação de carbonetos intersticiais, ela é relativamente alta, onde a eletronegatividade do carbono é 2,5 e a dos metais de transição é baixa. As diferenças são detalhadas com o auxílio da tabela 3.

Tabela 3: Diferença entre as eletronegatividades dos metais (forte formadores de carbonetos) e do carbono (Pierson, 1996).

Grupo IV		Grupo V		Grupo VI	
C-Ti	1,0	C-V	0,9	C-Cr	0,9
C-Zr	1,1	C-Nb	0,9	C-Mo	0,7
C-Hf	1,2	C-Ta	1,0	C-W	0,8
Eletronegatividade do C = 2,5					

Por serem de caráter altamente iônico, sendo fases cerâmicas, os carbonetos descritos nas tabelas 2 e 3 tem alto ponto de fusão. A figura 20 (a) detalha os pontos de fusão dos carbonetos e seus respectivos hospedeiros (carbonetos intersticiais). Estes carbonetos podem ser considerados como compostos refratários.



Figura 20: (a) Pontos de fusão e (b) Entalpia de formação de carbonetos. Fonte: Pierson, (1996).

A energia de formação destes carbonetos podem ser visualizados por meio da figura 20 (b). Nota-se que os carbonetos do grupo IV possuem maiores ponto de fusão que os metais hospedeiros. Essa diferença é menor para os carbonetos do grupo V. Os carbonetos do grupo VI apresentam comportamento contrário aos do grupo IV (hospedeiros com maior ponto de fusão em relação aos carbonetos). Assim, os carbonetos do grupo IV tem maior estabilidade termodinâmica em relação aos dos grupos V e VI. Com base no material estudado neste trabalho, os carbonetos de interesse são os de Cr, W e Ti.

2.8. O processo de fundição em areia por gravidade

A fundição dos metais existe desde os tempos antigos (ASM vol. 15, 2011). Através do tempo, grande variedade de métodos de moldagem e fusão dos metais foram desenvolvidos. Entre estes, um dos mais utilizados é o de fundição em areia. A figura 21 esquematiza o processo em fundição em areia em escala industrial.



Figura 21: Fluxograma do processo de fabricação por fundição. Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Para o diagrama apresentado na figura 21, pode existir variações devido ao tipo de material, complexidade geométrica do componente e requisitos de qualidade. O tipo de areia que será utilizada no trabalho é a areia verde de cromita, sendo aglomerado por argila e resina fenólica. A areia do tipo cromita permite maior troca térmica em relação a de sílica. A fusão do material é realizada por meio de equipamentos denominados fornos de fusão que podem pertencer aos mais diversos tipos construtivos, mas para este trabalho será utilizado os fornos de indução de alta frequência.

Como já mencionado anteriormente, a grande maioria das ligas aplicáveis em engenharia se solidificam em uma estrutura dendrítica, no entanto, também existe o modo de solidificação dendritica colunar e equiaxial. Ambas estruturas, dendríticas colunares e equiaxiais, podem estar presentes a partir de um material solidificado. A partir do metal líquido super-resfriado, embriões sólidos são nucleados próximos a parede do molde, que é a região do conjunto onde o metal líquido mais perde energia por meio da troca térmica. Deste modo, algumas destas dendrítas são orientadas no sentido da região mais fria para a região mais quente. Este mecanismo ocorre em todo molde, e então, se orientam até as regiões centrais do núcleo do molde. Nestas regiões, o mecanismo de solidificação não resulta em orientação dendrítica, tornando essa estrutura equiaxial. Devido ao fato das dendrítas, de uma mesma região, serem inicialmente formadas do mesmo cristal inicial, então elas formarão um grão quando a solidificação se tornar completa. Este grão tem crescimento favorável sob a direção cristalográfica [100] (REED-HILL e ABBASCHIAN, 2009). O fenômeno da equiaxialidade no centro do fundido pode ser explicado devido ao fato dos efeitos da convecção no material fundido e do gradiente de temperatura a partir do molde até o final da coluna dendrítica. Tais efeitos podem ocasionar macrossegregação ao material, sendo necessário um intenso controle da taxa de nucleação de embriões no interior do metal líquido por meio de inoculantes. Porém a utilização de inoculantes pode ter um pronunciado efeito de refino de grãos, que é prejudicial ao comportamento mecânico em alta

temperatura, o qual é o cerne deste trabalho. O mecanismo de solidificação em moldes é ilustrado por meio da figura 22.



Figura 22: Mecanismo de solidificação de ligas metálicas em um molde. Fonte: ASM International (1997).

Adicionalmente, se as dendrítas foram muito grandes, o preenchimento das regiões interdendríticas se torna crítica pois dificulta o transporte do metal líquido para a região equiaxial causando, consequentemente, a formação de vazios e porosidade ao material.

2.9. Soldagem

Denomina-se soldagem o processo de união entre materiais utilizando uma fonte de calor, sendo a solda o resultado deste processo. A soldagem é o processo de união de materiais mais utilizado, em especial para os metais e suas ligas de maior utilização na indústria (ASM Vol. 6, 2011). É considerado como o grande impulso de sua utilização a segunda guerra mundial, ao qual a demanda por equipamentos bélicos e logísticos (navios tanques) aumentou a fim de atender as nações em guerra. A figura 23 mostra a cronologia do desenvolvimento dos processos de soldagem. Com base nessa figura, pode-se considerar que a soldagem é um método de fabricação recente.



Figura 23: Cronologia do desenvolvimento dos processos de soldagem. Fonte: Wainer, Brandi e Mello (2010)

Segundo Houldcroft (1979), cada processo de soldagem deve preencher os seguintes requisitos:

-Gerar quantidade de energia capaz de unir dois materiais, similares ou não;

-Remover as contaminações das superfícies a serem unidas;

-Evitar que o ar atmosférico contamine a região de solda durante a soldagem;

-Propiciar o controle de transformação de fases, para que a solda alcance as propriedades desejadas, sendo elas, físicas, químicas ou mecânicas. O desenvolvimento e o aperfeiçoamento dos processos de soldagem são alcançados por meio da interação de três áreas:

-Projeto de equipamentos soldados;

-Desenvolvimento de equipamentos e novos processos de soldagem;

-Desenvolvimento de materiais visando obter boa soldabilidade.

De fato, em relação ao último item supracitado, para a engenharia de construção de equipamentos, pouco adianta desenvolver um novo material

sem que se conheça sua soldabilidade e propriedades mecânicas/físicas na condição como soldado. Logo conclui-se que os processos de soldagem e desenvolvimento de materiais estão em constante evolução. A figura 24 mostra os processos de soldagem disponíveis a nível industrial.



(**) com argônio, oxigênio, CO2 ou misturas desses gases.

Figura 24: Processos de soldagem disponíveis a nível industrial. Fonte: Wainer, Brandi e Mello (2010)

Nem todos os materiais podem ser soldados por todos os tipos de processos de soldagem, devido a natureza de suas características físicas e químicas. Em relação a cada material a ser soldado, cada processo tem suas vantagens e limitações, e o balanço dessas características determinará o adequado emprego de um processo em relação ao material. O processo de soldagem por eletrodos revestidos se mostra muito adequado para soldagem

de aços inoxidáveis e ligas de níquel, e como este foi o processo de soldagem utilizado no trabalho, a partir de agora o processo de soldagem que será detalhado.

2.9.1. Soldagem por eletrodos revestidos

A soldagem a arco com eletrodo revestidos (SMAW – Shielded Metal Arc Welding) é um processo que produz a coalescência entre os metais pelo aquecimento destes por meio de um arco elétrico estabelecido entre um eletrodo metálico consumível revestido e a peça que está sendo soldada. O equipamento utilizado e o esquema básico do processo é ilustrado na figura 25 (a). Na figura 25 (b) é apresentado o esquema da poça de fusão produzida na soldagem com eletrodos revestidos.





Figura 25: (a) Equipamento básico para soldagem com eletrodos revestidos e (b) Diagrama de uma poça de fusão para soldagem com eletrodos revestidos. Fonte: Adaptado de Wainer, Brandi e Mello (2010)

Este processo é considerado um dos mais versáteis, pois, pode ser aplicado desde a soldagem de componentes de construções residenciais até componentes de equipamentos de energia nuclear (OKAMURA e TANIGUCHI, 1982). Tal fato se deve a simplicidade do equipamento utilizado. As fontes de energia são de custo relativamente baixos, tanto, do ponto de vista de investimento inicial quanto de manutenção. O transformador é a configuração mais simples de equipamento, e fornece uma corrente alternada. No caso de corrente contínua, duas configurações podem ser utilizadas, as unidades geradoras e as unidades transformadoras-retificadoras. Durante a soldagem, a estabilidade do arco é obtida limitando os picos de corrente durante os curtocircuitos a níveis suficientemente baixos, objetivando a redução de respingos, mas estes também tem que ser suficientemente altos para possibilitar a reabertura do arco.

Uma importante característica do processo de soldagem por eletrodo revestido em relação ao demais processos é que a tensão do arco não é controlável independentemente dos outros parâmetros por três razões básicas:

- O controle da distância entre o eletrodo e a peça é realizado manualmente e não permite grande precisão;

- A transferência por glóbulos no arco está associada a variações consideráveis no comprimento efetivo do arco e consequentemente na tensão;

- Maiores tensões são requeridas a medida que a corrente é aumentada.

A corrente de soldagem tem predominância nas características operatórias do processo, nos aspectos estéticos, metalúrgicos e nas propriedades mecânicas da junta soldada. A taxa de deposição tem relação direta com a corrente de soldagem, conforme mostra a figura 26(a) e também na geometria do cordão, na figura 26(b) a corrente apresenta relação.



Figura 26:Relação da corrente de soldagem com (a) taxa de deposição e (b) geometria do cordão de solda.

Fonte: Adaptado de Wainer, Brandi e Mello (2010).

A intensidade de corrente tem um efeito inverso sobre a velocidade de resfriamento reduzindo a produtividade do processo, uma vez que os parâmetros de resfriamento não pode ser demasiado rápido ou lento. Uma maneira bastante eficaz para controlar a velocidade de resfriamento está no controle da velocidade de soldagem. A energia de soldagem é dada pela equação 12.

$$H = \frac{e_a V I}{v} 60 \tag{12}$$

Onde: - H = Energia de soldagem, J/cm;

- *H* = Energia de soldagem, J/cm;
- e_a = Eficiência do arco;
- *V* = Tensão, V;
- I = Corrente, A
- v = Velocidade de soldagem, cm/min.

A transferência metálica na soldagem com arco é composta por fenômenos muito complexos, em destaque os da soldagem por eletrodos revestidos. O arco elétrico pode ser definido como a descarga elétrica mantida através de um gás ionizado iniciado por uma quantidade de elétrons emitidos do eletrodo negativo aquecido e mantido pela ionização térmica do gás aquecido. É de importância fundamental salientar que no arco elétrico, durante a soldagem, a tensão elétrica tende a zero. Com base nessas afirmações, podem ser introduzidos três conceitos importantes: calor, ionização e emissão.

O calor ocorre devido à movimentação de cargas elétricas no arco, em que a ocorrência dos choques entre os elétrons gera o calor. Em relação aos elétrons, os íons positivos são praticamente estáveis, portanto, os elétrons são responsáveis pela geração do calor. Para os eletrodos revestidos, além do cheque entre os íons, existe o choque também com os átomos do eletrodo que estão fundidos.

A ionização ocorre quando um elétron localizado em uma determinada órbita recebe quantidade de energia o forçando para órbitas mais energéticas e de acordo com a quantidade de energia que o elétron recebe, ele pode ou não sair da influência do campo magnético e se tornar um elétron livre. A energia necessária para tornar um elétron livre de um determinado espécimen atômico é denominado potencial de ionização. No caso dos arcos elétricos para soldagem, o interesse está voltado para a ionização térmica, sendo essa ocorrida devido a colisão entre partículas aquecidas. Logo, ocorrendo o fenômeno de ionização, tem-se um elétron livre tornando a região condutora de eletricidade.

2.9.2. Solidificação da poça de fusão

A solidificação da poça de fusão, assim como na fundição, é uma transformação de fase do estado líquido para o sólido, porém na soldagem ela é localizada. Geralmente, na solidificação, ocorre uma contração de 6% no volume, acompanhada de mudanças de composição química em regiões, por meio da micro e macro-segregações, determinando assim, as propriedades
mecânicas da junta soldada bem como o aparecimento de trincas nas estruturas brutas de fusão. Como na fundição, a solidificação ocorre por nucleação e crescimento, onde na fundição a parede do molde é que retira o calor do material fundido e na soldagem o metal base, que já está no estado sólido, retira o calor da poça promovendo a nucleação e por fim a solidificação.

A zona de ligação entre a solda e o metal base possui uma região parcialmente fundida e a partir dela ocorre a solidificação. O crescimento granular se realiza com a mesma orientação cristalina dos grãos da região parcialmente fundida. Esse crescimento é denominado epitaxial e sua ocorrência precisa de super-resfriamento. Além deste crescimento, existe crescimento competitivo da estrutura de solidificação, determinado pela direção do gradiente de extração de calor e a direção <100> do reticulado cristalino do sistema cúbico de face centrada. A figura 27 ilustra os diferentes gradientes de temperatura da zona de ligação ocasionada pela segregação constitucional que ocorre na solidificação da poça de fusão. A figura 28 ilustra a orientação cristalina que ocorre durante a solidificação da poça.



Figura 27: Segregação constitucional e formação de segunda fase dos Contornos de grão

Fonte: Wainer, Brandi e Mello (2010)



Figura 28: Orientação cristalográfica exemplificando a solidificação da poça de fusão.

Fonte: Wainer, Brandi e Mello (2010)

Para ligas metálicas durante a solidificação, o acumulo de soluto na interface faz com que a temperatura *liquidus* seja mais baixo que o valor do ponto de fusão da liga, sendo este fenômeno denominado super-resfriamento constitucional. A figura 29 esquematiza o fenômeno.



Figura 29: Super-resfriamento constitucional. Fonte: Adaptado de Reed-hill e Abbaschian (2010)

A variação de composição química que ocorre na solidificação, tanto na fundição como na soldagem é conhecida como segregação, podendo ocorrer nas magnitudes em escala macro e micro. A segregação em escala macro, ou macrossegregação é aquela que ocorre na solidificação de lingotes. A micro-segregação ocorre através da diferença de composição química entre o centro das dendrítas e das regiões entre os braços das dendrítas. Essas regiões

também podem ser denominadas intra e interdendríticas, respectivamente. A micro-segregação é diretamente proporcional ao intervalo de solidificação de uma liga, para um dado gradiente térmico externo, G, inversamente proporcional a raiz da velocidade de resfriamento e também, para uma mesma liga, a intensidade pode ser aumentada, sendo os gradientes térmicos diferentes.

O modo de solidificação, então, é em função da quantidade de soluto existente na liga e também da relação entre gradiente térmico e a raiz da velocidade de resfriamento, conforme ilustra a figura 30.



Figura 30: Relação entre gradiente térmico/velocidade de resfriamento e a porcentagem de soluto, que definem o modo de solidificação. Fonte: Weertman (1970)

As variáveis G e R podem ser correlacionadas a energia de soldagem. O aumento de G está relacionado a menores energias de soldagem, diminuindo a região de super-resfriamento onde o material tende a ter uma interface de solidificação planar. Se o super-resfriamento for maior (menor gradiente) a tendência é a de um crescimento dendrítico. A velocidade R de crescimento da interface está relacionada à velocidade de soldagem e logo está ligado ao gradiente térmico e a energia de soldagem imposta pelo processo. A figura 31 mostra a relação entre o gradiente térmico e o modo de solidificação.



Figura 31: Modo de solidificação governada pela quantidade de soluto e gradiente térmico (super-resfriamento constitucional). Fonte: Wainer, Brandi e Mello (2010).

2.10. A liga G-NiCr28W

A decisão na seleção de uma determinada liga, que será utilizada em um componente resistente a fluência específico, é uma das mais críticas para o projetista e, por causa disso, sua escolha poderá ter consequências que afetarão a durabilidade e confiabilidade de toda a planta em que o material é aplicado (ASHBY, 2004; PIEKARSKI e DROTLEW, 2011).

A liga G-NiCr28W é normatizada de acordo com a norma europeia DIN EN 10295 (2002) sob a numeração 2,4879 (G-NiCr28W é seu nome). Ela é considerada uma liga a base de níquel e tem em sua composição global 48% de níquel, 28% de cromo, 5% de tungstênio, 0,4% de carbono e ferro em balanço e apresenta bons resultados de propriedades mecânicas e de corrosão levando-se em consideração seu custo frente as superligas de níquel (ASTEMAN, 2011). O efeito de cada elemento de liga individualmente na formação das propriedades mecânicas da liga segue como descrito:

-Carbono: Geralmente, em ligas que são aplicadas a trabalhos em alta temperatura sob condições de fluência, são adicionados de médio a altos teores de carbono sob o esforço de tentar-se melhorar as propriedades de fluência por meio da formação de precipitados para o ancoramento das discordâncias, evitando seu deslizamento e diminuindo a deformação dependente do tempo. Como consequência, as ligas com teores de carbono maior do que 0,2% são precipitadas com massivos carbonetos eutéticos primários, nas regiões interdendríticas sendo estes carbonetos primários oriundos da solidificação na fundição, ou seja, são do estado como fundido (PIROWSKI, WODNICKI e GIWIZDZ, 2010). Nem todo carbono é consumido na formação dos carbonetos primários. Muito carbono ainda fica em solução sólida intersticial na matriz austenítica do material e com o tempo de trabalho em alta temperatura esse carbono se precipita com a formação de carbonetos, sendo estes denominados carbonetos secundários, ocorrendo nas regiões intradendríticas do material. No entanto, a quantidade de carbono deve ser limitada, pois, perde-se em ductilidade com redução drástica da tenacidade e piora da soldabilidade do material.

-Silício: Na maioria dos materiais fundidos para alta temperatura, a quantidade está na faixa de 1 a 2,5% e é empregado para melhorar a ductilidade do material, uma vez que o mesmo contém altas quantidades de elemento de liga e carbono. Nas ligas onde é adicionado o silício e que contém nióbio, ocorre a transformações de carbonetos de nióbio em uma fase deletéria denominada "fase G" sendo formada por NiSiNb. Uma das vantagens da liga estudada (G-NiCr28W) não ocorre tal transformação (MOSTAFEI et. al, 2011), sendo essa uma das vantagens da utilização desta liga em relação as já utilizadas atualmente (ASTM A297 Grau HP e Grau HK).

-Manganês: Nas ligas resistentes o calor, o manganês é utilizado como forma de remover elementos deletérios, tais como, enxofre e fósforo.

-Cromo: Este é um dos principais elementos utilizados contra os efeitos da oxidação e carburização em alta temperatura e também para a formação de carbonetos que melhoram a resistência a fluência do material, utilizados nas faixas de 17 – 38%.

-Níquel: O níquel é adicionado aos materiais que trabalham em alta temperatura a partir de 18%, e o aumento da quantidade deste elemento resulta na melhora das propriedades de oxidação em alta temperatura além de promover a estabilização da matriz austenítica, não permitindo que ocorra a transformação, em parte, em ferríta. Outro aspecto de interesse na adição de níquel é que ele tem baixa eficácia na dissolução do carbono, o que contribui para a formação de precipitados secundários com o envelhecimento do material. Uma desvantagem em relação a sua utilização é o alto preço, e como regra de mercado na indústria, geralmente utiliza-se componentes de alto teor de níquel em regiões de equipamentos onde a temperatura seja muito alta, bem como flutuações destas regiões a choques térmicos, onde sejam indispensáveis materiais com melhores propriedades.

-Tungstênio: Em ligas para alta temperatura, o tungstênio promove a estabilização dos carbonetos de cromo. Na liga estudada neste trabalho, a quantidade média utilizada gira em torno de 5%. Outro aspecto da adição de tungstênio nessa liga, está na sua dissolução na matriz austenítica e devido ao seu alto ponto de fusão, que promove um aumento da temperatura de trabalho do material (YAN, 2013; JUNG et al, 2016).

-Titânio: A microadição de titânio promove a formação adicional de carbonetos na matriz do material, em ambas regiões (inter e intradendrítica) e o principal efeito está no fato que em vez de, formar carbonetos de cromo que podem empobrecer a matriz localizadamente propiciando a formação de pites de corrosão, forma-se carbonetos de titânio (WILSON, CARNEY e KELLY, 2005).

As ligas resistentes ao calor, que são utilizadas em temperaturas acima de 650°C devem possuir excelentes propriedades contra fluência, resistência a corrosão e estabilidade microestrutural (KISASSOZ, 2019). Em algumas

aplicações, a temperatura de trabalho pode exceder 1100°C, conforme ilustra a figura 32 e, portanto, as ligas aplicadas devem ter boas propriedades nestas temperaturas.



Figura 32: (a) Exemplo de aplicação em alta temperatura e (b) Deformação dependente do tempo ocasionada pela aplicação do material a alta temperatura.

Fonte: Adaptado de Caillat e Pasquinet (2017)

Na condição bruta de fusão, a liga apresenta uma matriz austenítica circundada por uma rede de carbonetos eutéticos primários de cromo de estequiometria M_7C_3 que tem estrutura cristalina Hexagonal (MOSTAFEI et al, 2016). Em altas temperaturas, o carboneto M_7C_3 apresenta instabilidade se transformando, obedecendo a seguinte reação:

$$2M_7C_3 + 9M = M_{23}C_6$$
 (13)

O M do carboneto M_7C_3 representa a componente metálica do carboneto. O carboneto $M_{23}C_6$ e tem estrutura cristalina do tipo cúbica de face centrada e neste carboneto o M é cromo ligado ao W em grandes quantidades (SALDUZ et. al., 2018) Os carbonetos $M_{23}C_6$ são então provenientes da transformação dos carbonetos primários sendo, portanto, denominados carbonetos secundários. Os carbonetos secundários também podem ser nucleados na matriz austenítica do material sob a composição $Cr_{21}W_2C_6$.

(12)

A liga G-NiCr28W também apresenta um tipo de carboneto mais estável de estequiometria M₆C (MOSTAFEY, 2011; AYDIN. 1983) Nesta transformação, que ocorre na faixa de temperatura de 700 – 1000°C, os carbonetos $M_{23}C_6$ e M_6C podem coexistir (Li, 2010). A transformação dos carbonetos $M_{23}C_6$ em M_6C se dá pela seguinte forma:

 $M_{23}C_6 + 13M = 6M_6C$ (14)

A microestrutura bruta de fusão da liga pode ser vista na figura 33 (a). A partir da permanência em alta temperatura e a ocorrência da transformação, a morfologia microestrutural é alterada, conforme figura 33 (b). Nesta figura, pode-se fazer uma comparação entre a microestrutura bruta de fusão e a microestrutura envelhecida a 1000 °C por 1000 horas.



Figura 33: Microestrutura da liga G-NiCr28W (a) Bruta de fusão e (b) Envelhecida por 1000 horas a 1000°C. Fonte: Aydin (1983)

A transformação dos carbonetos primários M_7C_3 em $M_{23}C_6$ ocorre em uma faixa de temperatura e em um determinado intervalo de tempo, de acordo com a lei de Avrami. A figura 34, determinada por Aydin(1983), mostra a dinâmica de transformação e nucleação destes carbonetos, podendo-se ressaltar que para maiores temperaturas, o tempo decai em escala logaritimica.

80



Figura 34: Dinâmica de transformação dos carbonetos de cromo na liga em função do tempo e temperatura de envelhecimento. Fonte: Aydin (1983)

A figura 35 (a) detalha as faixas de temperatura e intervalo de tempo em que ocorre a transformação dos carbonetos primários. A figura 35 (b) detalha a formação e o crescimento do carboneto M₆C.



Figura 35: Detalhamento das regiões de transformação dos carbonetos de cromo. (a) Transformação dos carboneto eutético M_7C_3 em $M_{23}C_6$. (b) Transformação dos carbonetos $M_{23}C_6$ em M_6C . Fonte: Aydin (1983).

A tabela 4 detalha a composição química de cada carboneto de acordo com o tempo e a temperatura de envelhecimento.

Envolhor	imonto					~ ~ /			
Епчешес	imento	Fase	1		Quant	ificação quin	aica		
° C	Tempo h		% Cr	% Fe	% Ni	% W	% Si	% M n	% Rest C
Bruta de fusão	Bruta de fusão	M ₇ C ₃	75,7 (70,3-78,2)	5,5 (4,3-9,4)	3,8 (2,3-7,4)	6,4 (5,6-7,4)	-	0,5	8,1
700	1000	M7C3	77,7 (76,7-78,7)	4,5 (4,2-4,7)	2,5 (1,9-5,7)	5,8 (4,8-6,4)	-	0,5	8,9
700	1000	M ₂₃ C ₆	79,6 (76,7-80,6)	4,7 (4,2-5,2)	3,2 (2,1-5,1)	5,6 (4,3-6,5)	-	0,5	6,3
1000	32	M ₂₃ C ₆	74,5 (73;2-76,4)	4,8 (4,5-6,1)	5,9 (5,1-10,9)	8,4 (7,8~10)	-	0,5	5,4
1000	1000	M ₂₃ C ₆	70,6 (69,8-71,4)	4,7 (4,4-5,2)	5,3 (4,8-6,5)	13,5 (12,7-14,6)	-	0,5	5,4
Bruta de fusão	Bruta de fusão	M ₆ C	35,1 (34,3-36,2)	3,5 (3,0-4,4)	30,1 (29,2-30,8)	19,9 (18,1-21,4)	6,5 (5,9-6,9)	0,6	4,3
700	1000	M ₆ C	35,0 (33,9-36,4)	3,2 (2,9-3,8)	29,7 (29,1-30,5)	20,1 (17,8-22,6)	6,4 (5,9-6,7)	0,6	5,0
1000	32	M ₆ C	35,2 (34,1-36,7)	3,1 (2,3 -4,8)	30,2 (31,1-32,5)	19,4 (17,4-21,2)	7,0 (6,5-7,3)	0,5	4,5
1000	1000	M ₆ C	37,3 (35,2-39,3)	1,9 (1,5-2,2)	31,1 (30,4-32)	18,4 (17,9-20,8)	7,2 (6,5-7,6)	0,3	4,2

Tabela 4: Estequiometria dos carbonetos em função do tempo deenvelhecimento do aço G-NiCr28W (Aydin, 1983).

Pode ser notado que os carbonetos do tipo M₆C possuem as maiores quantidades de tungstênio. Também, para a temperatura de 1000°C envelhecido por 1000 horas nota-se um aumento na quantidade de tungstênio. Logo, o tungstênio é fundamental para a formação dos carbonetos de estequiometria M₆C, e portanto, é fundamental para a estabilização microestrutural do material frente as aplicações e solicitações em alta temperatura. Outro fato que pode ser observado é a formação dos carbonetos com apenas 32 horas de envelhecimento, sugerindo que o mesmo pode coexistir na condição bruta de fusão. Também nota-se a substituição do cromo pelo níquel e a presença, em torno de 7 % de silício no carboneto.

Para o material estudado existem poucos estudos referentes ao comportamento mecânico e estabilidade microestrutural como fundido e de sua junta soldada, não sendo fornecido à indústria dados confiáveis para sua

aplicação, apesar de seu enorme potencial. Logo, o presente trabalho visa, através do estudo de evolução microestrutural do metal base e sua solda, conciliar quais fenômenos ocorrem na microestrutura em função de solicitações mecânicas de tração e fluência.

Por ser um forte formador de carbonetos, o elemento titânio foi adicionado buscando-se uma melhora das propriedades de fluência e sua estabilidade micrestrutural. A fabricação do material, desde a fundição até a solda da junta e a metodologia experimental será detalhada na seção subsequente.

Aqui deve ser enfatizado que são escassos ou inexistentes trabalhos que abordam a temática do comportamento mecânico em alta temperatura da liga estudada bem como de sua junta soldada, sendo este um fator preponderante da falta de referências destes tópicos no presente trabalho.

3. Materiais e métodos

O presente trabalho obedeceu o fluxograma experimental apresentado na figura 36. Nas seguintes seções serão detalhados as etapas apresentadas pelo fluxograma.



Figura 36: Fluxograma experimental. Fonte: Próprio autor.

3.1. Materiais

Para a execução dos ensaios, foram fundidos blocos "Y" e placas. As placas foram produzidas objetivando-se a utilização de um procedimento de solda que atenda os requisitos de propriedades mecânicas semelhantes ou superiores ao metal base. As matérias-primas para montagem d carga para a fundição das placas e blocos "Y" foi realizado conforme detalhada na tabela 5.

	FeCr (60%)	Si Met.	Mn Met.	Cr Met.	Ni.	W Met.	Ti Met	Grafite	Total
Massa, kg	37,5	0,6	0,6	7,0	49,0	5,5	0,3	0,5	101,0
%, p.	37,10	0,59	0,59	6,93	48,51	5,44	0,29	0,49	100

Tabela 5: Matéria prima utilizada na montagem da carga para fusão da liga.

A faixa de composição química objetivada para o fundido é descrita na tabela 6.

84

Composição (% peso)	С	Mn	Р	S	Si	Cr	Ni	W	Ti	Fe
Especificado	(min.) (máx.)	0,45 0,55	0,70 0,80	0,015	0,015	0,60 1,00	28,00 30,00	48,00 50,00	4,00 6,00	0,10 0,15	Bal.

Tabela 6: Composição química com microadição de titânio. (EN 10295, 2002).

O metal de adição utilizado no processo de soldagem de eletrodo revestido foi o THERMET 22H, fabricado pela empresa METROD. A composição química do material, como depositado, é especificado conforme tabela 7.

Tabela 7: Composição química objetivada do metal de adição.

Composição (% peso)	С	Mn	Р	S	Si	Cr	Ni	W	Ti	Fe
Especificado	(min.) (máx.)	0,40 0,60	0,50 1,50	0,030	0,020	0,50 1,20	27,00 30,00	47,00 54,00	4,00 6,00	-	Bal.

3.2. Métodos

O material foi fundido em molde de areia sintética, por gravidade e em atmosfera comum pela empresa ENGEMASA. A obtenção do material pode ser dividida em dois tipos, sendo o primeiro o denominado bloco "Y" e o segundo em formato de placas. A geometria e dimensões dos fundidos obtidos podem ser visualizados nas figuras 37 e 38 respectivamente. A temperatura de superaquecimento utilizada na fundição foi de 1640°C. A fusão da liga foi executada por forno de indução de alta frequência sem atmosfera inertizante ou a vácuo, ou seja, atmosfera comum. A obtenção dos fundidos em duas configurações foi realizada com o intuito de:

-Blocos "Y": Obtenção de amostras para caracterização da liga, que obtém este tipo de fundido como uma prática comum para obtenção de corpos de prova para ensaios da liga;

-Placas: Execução da soldagem e obtenção dos corpos de prova e amostras contendo o cordão de solda. Amostras do metal base das placas também foram utilizadas nos ensaios e análises.



Figura 37: Bloco Y utilizado para as análises e caracterizações do metal base.



Figura 38: Placas fundidas que foram soldadas.

Depois de fundidos, dos blocos "Y" foram retirados corpos de prova para as análises e os ensaios que caracterizaram as propriedades do metal base. Os blocos Y fundidos podem ser visualizados na figura 39.



Figura 39: Blocos Y fundidos para obtenção de amostras e corpos de prova da liga G-NiCr28W-MA.

As placas foram então usinadas para a preparação dos biseis de solda. O tipo de junta utilizada para a soldagem foi a "X" visando a penetração total dao cordão de solda e controle das distorções. A geometria e dimensões da junta soldada são detalhados na figura 40. O processo de soldagem utilizado é o de eletrodo revestido.



Figura 40: Geometria do bisel usinado, obtendo-se o chanfro utilizado.

Os parâmetros de soldagem utilizados são apresentados na tabela 8, e a execução da solda é mostrada na figura 41. Estes parâmetros foram utilizados, pois, são os parâmetros comumente utilizados pela empresa ENGEMASA, que possuí um procedimento de solda qualificado, sendo, dessa forma estudado o que é executado na prática industrial.

Tabela 8: Parâmetros de soldagem utilizados na soldagem das placas pelo processo de eletrodos revestidos.

Corrente / Polaridade	Posição	Corrente	Tensão	Energia	Pré aquecimento
CC+	Plana	90 A	25 V	2,6 mm/s	300°C



Figura 41: Execução da soldagem das placas. (a) Medição da corrente de soldagem. (b) Execução de limpeza entre passes. (c) Junta soldada finalizada.

A partir dos blocos Y e das placas soldadas foram retirados os corpos de prova para os ensaios e as amostras para as análises. Dos blocos Y e do metal base foram extraídos as amostras e corpos de prova utilizados para a caracterização microestrutural e das propriedades mecânicas do material. Da junta soldada, na orientação da secção transversal em relação ao cordão de solda, foram retirados as amostras e corpos de prova para a caracterização microestrutural e das propriedades mecânicas em alta temperatura.

3.2.1. Retirada das amostras e corpos de prova

As amostras e corpos de prova foram extraídos dos blocos "Y" e das placas soldadas conforme apresentado nos esquemas das figuras 42 e 43.



Figura 42: Esquema de retirada de amostras e corpos de prova dos blocos Y.



Figura 43: Esquema de retirada de amostras e corpos de prova das placas e juntas soldadas. Obs.: As placas/junta soldada foram analisadas no estado bruto de fusão.

A partir da junta soldada, foram então extraídas amostras da seção transversal do cordão de solda que foram submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento a 900°C e 1150°C por 24, 100, 500 e 1000 horas. As amostras envelhecidas foram utilizadas nas análises metalográficas em microscopia óptica e eletrônica de varredura e nos ensaios de dureza e microdureza. O objetivos de executar o envelhecimento é o de entender o comportamento de evolução estrutural e como isso afeta as propriedades do material bem como a

junta soldada se comporta frente ao envelhecimento. Os tempos de envelhecimento utilizados foram baseados em estudos (Aydin, 1983) que demonstraram que até 1000 horas de envelhecimento ocorrem as principais transformações no material.

3.2.2. Análise química

As análises químicas foram realizadas nas regiões de metal base e do cordão de solda, na região central da seção transversal do cordão, de acordo com a norma ASTM A751-20 (ASTM, 2020). As análises foram executadas por meio de espectroscopia de emissão óptica em um equipamento da marca ALLIED Analytical Systems modelo Jarrel-ASH ICAP 9000. As amostras também foram submetidas a análises quantitativas de carbono, por meio do método de combustão e leitura do espectro de infravermelho, em um equipamento da marca LECO modelo CS – 400. Foram executadas três análises no estado bruto de fusão, onde os resultados (% em p.) apresentados como a média das leituras, sendo este executado na empresa ENGEMASA.

3.2.3. Preparação para macrografia e análise metalográfica

A preparação do material para macrografia e análise metalográfica foi executada conforme norma ASTM E3 (ASTM, 2011) e as amostras retiradas do metal base e da junta soldada nas condições bruta de fusão e envelhecidas nas temperaturas de 900 e 1150°C por 24, 100, 500 e 1000 horas. Também foram preparadas amostras da junta soldada conforme orientação sugerida por Dallam e DamKroger (1993), como mostra a figura 44. Amostras para análises metalográficas também foram preparadas a partir dos corpos de prova utilizados nos ensaios de fluência, no sentido longitudinal e próximo a superfície fraturada, conforme ilustra a figura 45. O intuito do tratamento térmico de envelhecimento é o do estudo da evolução microestrutural da liga e como isso afeta as propriedades mecânicas.



Figura 44: Exemplo de amostra retirada da junta soldada na orientação de seção transversal, a qual foi utilizada para as análises em microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e nos ensaios de microdureza. Fonte: Adaptado de ASM Vol. 06, 2011.



Figura 45: Orientação de amostras obtidas dos corpos de prova de fluência oriundos do metal base e junta soldada.

Os corpos de prova da junta soldada foram obtidos a partir de corte a frio da seção transversal do cordão. O principal intuito das análises serem realizadas antes e após ensaios / envelhecimento está na observação das mudanças microestruturais observadas, bem como nos mecanismos de deformação e fratura. Após as amostras serem obtidas, as mesmas foram preparadas de acordo com a norma ASTM E3, onde o procedimento de

preparação sugere a progressão do lixamento sendo iniciado com lixa de carbonetos de silício de 100 grãos/cm² até 2000 grãos/cm². Posteriormente, foram submetidas a um polimento em alumina de 0,05 µm. As amostras foram então submetidas a ataque com reagente Água Régia (HNO₃+₃HCI) a 50°C por 40 segundos para análise macrográfica e ataque eletrolítico em solução de NaOH em uma tensão de 3V para análise metalográfica. As análises metalográficas executadas por meio de microscopia óptica foram feitas em um microscópio trinocular da marca Nikon modelo Labophot equipado com câmera para as aquisições de imagem e software IS-Capture. A microscopia eletrônica de varredura foi executada em um microscópio da marca FEI modelo Inspect S-50 equipado com detectores de elétrons secundários e retroespalhados, além de detectores de raio-X característicos, sendo possível realizar análises quantitativas pontuais (EDS). As condições dos ensaios de fluência que foram analisados em microscópio óptico são detalhadas na tabela 9. Na tabela 10 são apresentadas as condições que foram utilizadas para análise em MEV, sendo tais escolhas baseadas no local de fratura dos corpos de provas com solda e seus respectivos correspondentes nos corpos de prova do metal base. Outro aspecto na decisão de quais condições dos corpos de prova serem analisados foi o da temperatura e tensão utilizados nos ensaios.

				Tensã	o, MPa		
		60	50	40	30	20	15
	900	Х	Х				
	950	Х	Х	Х			
Temp.	1000			Х	Х		
C	1050				Х	Х	Х
	1100					Х	Х

Tabela 9: Condições de ensaio de fluência para o metal base e a junta soldada que foram submetidas a análise metalográfica em microscopia óptica.

				Tensão	, MPa		
		60	50	40	30	20	15
	900	MB/Solda					
	950		Solda	Solda			
Temp. °C	1000			MB/Solda			
Ū.	1050						
-	1100						MB/Solda

Tabela 10: Condições de ensaio dos corpos de prova que foram analisados em MEV.

3.2.4. Calorimetria exploratória diferencial

Com o intuito de identificar uma possível transformação uma nova fase, foram realizados os ensaios de calorimetria exploratória diferencial em amostras do metal base. A faixa de temperatura a que o material foi submetida é de 23°C a 1200°C em uma taxa de aquecimento de 5° C/min. Para as temperaturas de 900, 1000 e 1150 °C as amostras foram mantidas nestas temperaturas por 1 hora. Logo, dentro desta faixa, que é onde o material pode ser aplicado, serão detectados todas transformação de fases e a partir disso podem ser correlacionados seus efeitos nas propriedades mecânicas. As panelinhas e as tampas utilizadas foram as de Alumina. O método utilizado foi o de compensação de potência. As amostras utilizadas nos ensaios possuíam diâmetro de 5 mm e espessura de 2 mm e a amostra de referência utilizada foi ar tratado. O equipamento utilizado foi um DSC 404 F3 da Marca NETZSCH do departamento de Engenharia de materiais e manufatura da USP de São Carlos.

3.2.5. Dilatometria

Foram submetidos a ensaios de dilatometria o metal base em dois ciclos nas mesmas condições. A faixa de temperatura as amostras foi de 23°C a 1200°C, com taxa de aquecimento de 5°C/min. Por meio deste ensaio são obtidos o coeficiente de dilatação linear e o quanto a amostra dilata com a variação de temperatura. A variação do padrão de dilatação indica uma

possível transformação e/ou nucleação de novas fases, e assim como no ensaio de DSC, se torna possível (caso haja tal transformação/nucleação) determinar a faixa de temperatura a qual ela ocorre. Os corpos de prova utilizados estavam no estado bruto de fusão e suas dimensões são de 6 mm de diâmetro por 25 mm de comprimento. O equipamento utilizado foi um Dilatometro horizontal modelo DIL 402C da Marca NETZSCH do departamento de Engenharia de materiais e manufatura da USP de São Carlos.

3.2.6. Ensaios de dureza

Ensaios de dureza Brinell foram executados no material (metal base) na condição bruta de fusão e envelhecidos, conforme norma ASTM E10-18 (ASTM, 2018). Não foi possível executar a medição na ZTA uma vez que a carga utilizada (187,5 kgf) e o diâmetro do penetrador (esférico de 2,5 mm) ultrapassariam as regiões de ZTA.

3.2.7. Ensaio de microdureza

A microdureza foi realizada no material (metal base e solda) na condição bruta de fusão e envelhecidos de acordo com a norma ASTM E92-17 (ASTM, 2017) com carga de 9,8 N. Com este ensaio foi possível verificar o comportamento em dureza na ZTA. Também foi realizada a medição nas regiões interdendríticas e intradendríticas do material, de modo a verificar a formação de precipitados na matriz e como estes precipitados influenciam as propriedades do material. Outro aspecto interessante a ser observado é como as regiões importantes a respeito do seu comportamento mecânico durante a evolução microestrutural. O perfil de microdureza foi executado conforme desenho da figura 46.



Figura 46: Esquema de pontos de medição para determinação do perfil de microdureza das juntas soldadas.

3.2.8. Ensaios de tração em temperatura ambiente

Os ensaios de tração realizados em temperatura ambiente foram executados de acordo com a norma ASTM E8/E8M-16 (ASTM, 2016). A taxa de deformação utilizada foi a de 1,6x10⁻²s⁻¹ em uma máquina servo-hidráulica da marca MTS modelo 810 com 250 kN de capacidade e a medição da deformação foi obtida por meio e um extensômetro de 25 mm de comprimento útil. Os ensaios de tração foram executados no metal base e junta soldada no estado bruto de fusão, visando identificar possíveis processos de fragilização do material durante aquecimento na soldagem, devido a possíveis transformações de fase. Adicionalmente, foi verificado se o corpo de prova rompeu na solda ou ZTA. A geometria e dimensões dos corvos de prova utilizados são apresentados na figura 47.



Figura 47: Geometria e dimensões dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração em temperatura ambiente e em alta temperatura no metal base e junta soldada, nos corpos de prova da junta soldada, a solda é localizada no centro do comprimento útil do corpo de prova.

3.2.9. Ensaios de tração em alta temperatura

Os ensaios e tração em alta temperatura foram executados de acordo com a norma ASTM E21-20 (ASTM, 2020) com uma taxa de deformação de 1,6x10⁻²s⁻¹ em corpos de prova do metal base e junta soldada no estado bruto de fusão. O equipamento utilizado para a execução dos ensaios é o mesmo dos ensaios a temperatura ambiente, porém, para a aumento da temperatura foi acoplado a máquina um forno de indução de alta frequência da marca INDUCTOHEAT de 7,5 kW de potência e frequência de até 200 KHz conectado a um controlador programável do da marca EUROTHERM. Todo o sistema é operado por um controlador central da marca MTS modelo Flex Test GT. O fluxograma de funcionamento é apresentado por meio da figura 48.



Figura 48: Equipamento utilizado para a execução dos ensaios de tração.

Como pode ser visualizado na figura 49 o ensaio (mecânico) foi controlado pela deformação. Uma vez que a máquina deforma o corpo de prova, o extensômetro faz a leitura e gera um comando para o controlador, o qual determina qual deformação a ser aplicada pelo equipamento, mantendo a taxa de deformação constante. A deformação foi medida por um extensômetro da marca MTS modelo 632.54f-14 equipado com hastes cerâmicas de alumina, conforme mostra a figura 49.



Figura 49: Extensômetro equipado com hastes de alumina acoplado ao corpo de prova em alta temperatura.

O controle da temperatura foi feita por meio do controlador EUROTHERM, sendo medida por meio de um pirômetro óptico a lazer, da mesma forma que a aquisição de dados da deformação, ou seja, o pirômetro faz a leitura, o controlador calcula se necessita de mais ou menos potência, se comunica com o controlador e o mesmo envia o comando para o forno para que aqueça ou mantenha o corpo de prova naquela determinada temperatura. O pirômetro pode ser visualizado na figura 50.



Figura 50: Pirômetro óptico obtendo dados de temperatura do corpo de prova.

As temperaturas as quais o metal base e a junta soldada foram ensaiados são detalhadas por meio da tabela 11:

Tabela 11: Temperatura	s utilizadas nos	ensaios de tração.
------------------------	------------------	--------------------

		Temperatura, °C									
Ensaio de tração	23	200	400	600	700	750	800	850	900	950	1000

O ensaio foi conduzido por meio do controle de deformação, sob a taxa de deformação de 1 mm/min. Em todo período de duração do ensaio o extensômetro permaneceu acoplado ao corpo de prova. A temperatura, que durante o ensaio é mantida constante, é estabelecida por 30 minutos antes do início do ensaio.

3.2.10. Ensaios de fluência

Os ensaios de fluência foram executados no laboratório da empresa Engemasa, em equipamentos do tipo peso morto (carga constante), conforme mostra a figura 51, sob os parâmetros de ensaio detalhados por meio das tabelas 12 e 13, para o metal base e junta soldada, de acordo com a norma ASTM E139-17 (ASTM, 2017). Nos ensaios, foram obtidos os tempos de ruptura e a deformação do corpo de prova em relação ao tempo, por meio do extensômetro mostrado na figura 52.



Figura 51: Equipamento do tipo "peso morto" utilizado para a execução dos ensaios de fluência.

O termopar e o extensômetro foram montados no corpo de prova conforme mostra a figura 52. Os corpos de prova foram aquecidos em fornos de resistência e o controle de temperatura foi realizado por meio de aquisição via termopar (platina – platina/ródio). A geometria e dimensões dos corpos de prova são mostrados na figura 53. Todos corpos de prova, anteriormente ao ensaio, foram submetidos a ensaio não destrutivo de líquido penetrante e pré envelhecimento de 1050°C por 24 horas conforme mostra a figura 54.



Figura 52: Termopar tipo K(Platina-Platina/Ródio) e extensômetro do tipo LVDT.



Figura 53: Geometria e dimensões do corpo de fluência.



Figura 54: Ensaio de líquido penetrante e envelhecimento do corpo de prova. a) Corpo de prova usinado. b) Aplicação do líquido penetrante. c) aplicação do revelador. d) Corpo de prova da junta soldada após envelhecimento, com destaque para o cordão de solda.

			Tensão, MPa							
		60	50	40	30	20	15			
	900	Х	Х	Х	Х					
_	950	Х	Х	Х	Х	Х				
Temp. °C	1000	Х	Х	Х	Х	Х	Х			
_	1050		Х	Х	Х	Х	Х			
-	1100			Х	Х	Х	Х			

Tabela 12: Temperatura e tensão utilizado nos ensaios de fluência do metal base.

				Tensão	o, MPa		
		60	50	40	30	20	15
	900	Х	Х				
_	950	Х	Х	Х			
Temp. °C	1000			Х	Х		
-	1050				Х	Х	Х
-	1100					Х	Х

Tabela 13: Temperatura e tensão utilizados nos ensaios de fluência da junta soldada.

O principal objetivo da realização dos ensaios de fluência no metal base e na junta solda é o de verificar o quanto a solda modifica o comportamento do material e se este comportamento tende a piorar ou melhorar em relação ao metal base, uma vez que a utilização deste material em campo é realizada por meio da união soldada.

4. Resultados e discussão

4.1. Análise química do metal base e do metal de solda

Os resultados das análises químicas realizadas no metal base e no metal de adição são apresentados por meio das tabelas 14 e 15.

Tabela 14: Análise química do metal base.

Composição (%	peso)	С	Mn	Р	S	Si	Cr	Ni	W	МО	Ti	Fe
Especificado	(min.)	0,35	-	-	-	1,00	27,00	47,00	4,00	-	0,10	D-1
G-NiCr28W-MA	(máx.)	0,55	1,50	0,040	0,030	2,00	30,00	50,00	6,00	0,50	0,15	Bal.
Resultado		0,46	0,73	0,003	0,002	1,25	28,53	48,89	5,52	0,18	0,12	14,32

Tabela 15: Análise química do metal de adição.

				-								
Composição (% peso)		С	Mn	Р	S	Si	Cr	Ni	W	Мо	Ti	Fe
Especificado	(min.) (máx.)	0,40	0,50	-	-	0,50	27,00	47,00	4,00	-	-	Bal.
THERMET 22H		0,60	1,50	0,030	0,020	1,20	30,00	54,00	6,00	0,50	-	
Resultado		0,58	1,30	0,025	0,017	0,92	29,5	49,7	5,6	0,25	0,003	12,11

Os valores de concentração dos elementos que compõem o material, obtidos por meio de análise química, evidenciam que o mesmo se enquadra nas faixas de composições químicas especificadas pela norma do material de metal base e do metal de adição, exceto que no material estudado constata-se que existe a microadição de titânio que foi propositalmente adicionado, com o intuito de formar carbonetos de titânio além daqueles obtidos na formação de carbonetos de cromo. Os valores obtidos foram submetidos as equações de níquel e cromo equivalentes, equações 15 e 16, com o intuito de se determinar a estrutura atômica da matriz.

$$Niquel_{eq.} = \% Ni + 30 \times \% C + 0.5 \times \% Mn$$
(15)
$$Cromo_{eq.} = \% Cr + \% Mo + 1.5 \times \% Si + 0.5 \times \% Nb$$
(16)

Após o cálculo obteve-se um valor de níquel e cromo equivalentes conforme demonstrado na tabela 16. Aplicando-se estes valores ao diagrama de Schaeffler (Schaeffler, 1949), figura 55, a estrutura atômica determinada para a matriz é a austenítica, em todas as faixas de temperatura.



Tabela 16: Determinação do níquel e cromo equivalente

Figura 55: Determinação da estrutura atômica da matriz do (a) metal base e (b) metal de adição por meio do diagrama de Schaeffler. Fonte: Adaptado de Schaeffler (1949).

Conforme resultados apresentados nas tabelas 14 e 15, pode ser evidenciado que a composição química obtida se enquadra nas especificações normativas para o metal base e nas especificações de fabricante para o depósito do metal de adição, mostrando que ambos exibem composições químicas com alto grau de similaridade nas concentrações dos elementos. Este resultado é o objetivado e esperado, pois, em uma junta soldada busca-se a maior compatibilidade química entre o metal de adição e o metal base visando obter a homogeneidade de propriedades mecânicas. Conforme os cálculos de níquel (equação 15) e cromo (equação 16) equivalentes e o diagrama de Schaeffler, foi possível determinar a estrutura atômica da matriz do metal base e metal de adição, sendo identificado como austenítica em toda faixa de temperatura, ou seja, não ocorre a transformação, mesmo de forma parcial, de austenita em ferrita com o resfriamento. Este é um fator de predominante importância para materiais que são aplicados a relativas altas temperaturas, uma vez que, podendo ocorrer um resfriamento brusco não ocorre mudança de fase e formação de fases fragilizantes ao material, como por exemplo, a formação de martensita em aços.

4.2. Análises térmicas

4.2.1. Ensaios de dilatometria

A figura 56 apresenta as curvas de dois ciclos de aquecimento, ambas nas mesmas condições de ensaio.



Figura 56: Dilatação linear e coeficiente de dilatação linear α em função da temperatura, taxa de aquecimento de 5°C/min. (a) Ciclo 1 e (b) Ciclo 2 executados em amostras brutas de fusão diferentes.

Como pode ser visualizado na figura 56, a única variação brusca do coeficiente de dilatação térmica se dá na faixa de temperatura de 20 °C a 200 °C. A partir desse intervalo, o coeficiente de dilatação exibe um comportamento com poucos picos de relativa pequena magnitude, que podem ser atribuídos a

transformações estequiométricas dos carbonetos eutéticos e precipitação secundária nas regiões intradendríticas que é um fenômeno dependente do tempo decorrente do efeito de envelhecimento.

4.2.2. Calorimetria exploratória diferencial

A partir da figura 57 até a figura 60 são mostrados os resultados onde pode-se detectar uma consistente estabilidade microestrutural na faixa de temperatura ensaiada e ambas demonstrando a não existência de picos de transformações alotrópicas de grande magnitude na matriz do material, somente leves flutuações que são ocasionadas pela precipitação de carbonetos.



Figura 57: Curva de DSC na faixa de 20 °C à 1200 °C, taxa de aquecmento de 5°C/min. (a) Curva sem correção, (b) Curva corrigida, ambas demonstrando a existência de picos de baixa magnitude de transformações são ocasionadas pela precipitação de carbonetos.



Figura 58: Curva de DSC aquecida até 900 °C e mantida nesta temperatura por uma hora, não sendo detectado nenhum pico de transformações de fase.



Figura 59: Curva de DSC aquecida até 1000 °C e mantida nesta temperatura por uma hora, não sendo detectado nenhum pico de transformações de fase.



Figura 60: Curva de DSC aquecida até 1150 °C e mantida nesta temperatura por uma hora, não sendo detectado nenhum pico de transformações de fase.

O material, no estado bruto de fusão, em seu aquecimento até 1200 °C não apresentou nenhum pico de grande magnitude, somente pequenas flutuações, evidenciando a estabilidade microestrutural do material. Nas curvas que são mantidas por 1 hora em 900°C, 1000 °C e 1150 °C (taxa de aquecimento de 5°C/min.), o material também não exibiu no aquecimento e no tempo de permanência, picos de significantes transformações de fase, somente flutuações de precipitações secundárias.

4.3. Análise macrográfica da junta soldada

4.3.1. Macrografia do estado bruto de fusão

A figura 61 apresenta a macrografia da junta soldada na condição bruta de fusão.



Figura 61: Macrografia da junta soldada na condição bruta de fusão.

Na macrografia apresentada ficam evidente as regiões de metal base e metal de solda. Não é possível identificar a região de zona termicamente afetada (ZTA). Adicionalmente é verificado que existe orientação granular preferencial no fundido na região de metal base, nas regiões de superfície evidenciadas pela direcionalidade macroscópica dos grãos.

4.3.2. Macrografia na condição envelhecida a 900°C

A figura 62 apresenta a macrografia da junta soldada na condição envelhecida a 900°C por 24, 100, 500 e 1000 horas.



(a) Envelhecida 900°C/24h



(b) Envelhecida 900°C/100h







(d) Envelhecida 900°C/1000h

Figura 62: Macrografia da junta soldada na condição envelhecida a 900°C.

Até 500 horas de envelhecimento a 900°C não foram detectadas mudanças das macroestruturas da junta soldada em relação a condição bruta de fusão. Em 1000 horas de envelhecimento é evidenciado aparente crescimento de grãos de discreta magnitude. Tal fato mostra que a temperatura de 900°C não tem efeito de transformação macroestrutural preponderante na junta soldada.
4.3.3. Macrografia na condição envelhecida a 1150°C

A figura 63 apresenta a macrografia da junta soldada na condição envelhecida a 1150°C por 24, 100, 500 e 1000 horas.



(a) Envelhecida 1150°C/24h

(b) Envelhecida 1150°C/100h









Figura 63: Macrografia da junta soldada na condição envelhecida a 1150°C.

Para a temperatura de 1150°C, somente o envelhecimento a 24 horas não ocasionou transformações macrográficas na junta soldada. A partir de 100 horas de envelhecimento, nota-se marcada transformação tornando difícil a distinção entre as regiões típicas de uma junta soldada. Em 1000 horas as regiões de metal base e metal de solda somente são diferenciados devido ao contraste gerado pelo refinamento granular.

4.4. Caracterização microestrutural

4.4.1. Microscopia óptica

A microestrutura da junta soldada, nas condições bruta de fusão (fundida e soldada) e envelhecidas a 900°C e 1150°C por 1000 horas são apresentadas subsequentemente. As demeais condições de envelhecimento são apresentados no anexo A1.

4.4.1.1. Estado bruto de fusão

A microestrutura da junta soldada bruta de fusão é mostrada por meio da figura 64.



(a) Metal base, ampliação 400x



(b) ZTA, ampliação 400x



(c) Metal de solda, ampliação 400x

Figura 64: Microestrutura no estado bruto de fusão do (a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda.

A junta soldada (metal base, ZTA e metal de solda) na condição bruta de fusão apresentou microestrutura composta de matriz austenítica, conforme

prevista no item 4.1, ou seja, na análise química e inserção dos valores de Nieg e Cr_{eq} no diagrama de Schaeffler. O metal base é constituído de matriz austenítica, circundado de rede de carbonetos eutéticos primários nas regiões interdendríticas apresentando morfologia tipicamente descrita como "espinha de peixe" sem orientação dos braços dendríticos primários. Na matriz não foram identificados carbonetos primários precipitados. A ZTA não apresenta características de refino de grãos, uma vez que o material é bruto de fusão sem posterior conformação. Outro aspecto evidenciado é a da pequena dimensão da zona afetada pelo calor, sendo tal fenômeno explicado pelo fato de que o metal base é uma liga refratária, ou seja, resistente ao calor, que exibe grande estabilidade microestrutural frente a variações térmicas como a do aquecimento do material, conforme evidenciado por meio das análises dos resultados dos ensaios de dilatometria e DSC. O metal de solda apresentou microestrutura dendrítica e matriz austenítica, esta corrobora com os resultados apresentados no item 4.1. Por meio da figura 65 é possível identificar o tipo de solidificação e crescimento do metal de adição na junta soldada.



Figura 65: Zona de ligação evidenciando solidificação decrescimento colunar dendrítico. O modo de solidificação é determinado pelo gradiente térmico "G", velocidade de solidificação e pela concentração de soluto existente no material depositado. As figuras 30 e 31 são diagramas esquemáticos dos modos de solidificação em juntas soldadas. As variáveis G (gradiente térmico) e R (velocidade de solidificação) estão correlacionadas a energia de soldagem. Assim, o aumento de G está relacionado a menores energias de soldagem, diminuindo a região de super-resfriamento onde o material tende a ter uma interface de solidificação planar. Se o super-resfriamento for maior (menor gradiente) a tendência é a de um crescimento dendrítico. A velocidade R de crescimento da interface está relacionada à velocidade de soldagem e está ligado ao gradiente térmico e a energia de soldagem imposta pelo processo. Com base no pressuposto, pode-se afirmar que, mesmo sem um preaquecimento, o gradiente térmico na solidificação da junta é considerado baixo e a porcentagem de soluto no metal de adição, que resulta em um superresfriamento constitucional (do qual resultam os carbonetos eutéticos interdendríticos) é considerado relativamente alto, assim, o material tende a solidificar e a crescer de modo colunar dendrítico com menor espaçamento dos braços dendríticos.

4.4.1.2. Envelhecido a 900°C por 1000 horas

As microestruturas da junta soldada envelhecidas a 900°C por 1000 horas são apresentadas na figura 66.



(a) Metal base, ampliação 400x





(c) Metal de solda, ampliação 400x

Figura 66: Microestrutura envelhecida a 900°C/1000h .(a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda.

Como pode ser evidenciado por meio da figura 66, após o envelhecimento, ocorre intensa precipitação secundária de carbonetos na matriz do material (regiões intradendrítica), sendo o volume destes carbonetos pequeno em relação aos carbonetos eutéticos primários localizados nas regiões interdendríticas. Com o aumento do tempo de envelhecimento, os carbonetos secundários sofrem um coalescimento. Este fenômeno ocorre através da difusão dos átomos de carbono que estão em solução sólida intersticial na estrutura cristalina austenítica da matriz.

4.4.1.3. Envelhecido a 1150°C por 1000 horas

As microestruturas da junta soldada envelhecidas a 1150°C por 1000 horas são apresentadas nas figuras 67.





(a) Metal base, ampliação 400x
(b) Metal de solda, ampliação 400x
Figura 67: Microestrutura envelhecida a 1150°C/1000h. (a)metal base e
(b)metal de solda.

Por meio da figura 67 e das figuras apresentados no anexo A1, pode ser verificado que a partir do envelhecimento de 24 horas ocorre intensa precipitação, que ocasionou em relação ao envelhecimento a 900°C, um maior volume dos carbonetos precipitados secundários intradendríticos e dos carbonetos eutéticos primários. O processo de precipitação ocorre pelo processo de nucleação e crescimento. Inicialmente é necessário que se formem os primeiros cristais dos carbonetos secundários. Após a nucleação, ocorre o crescimento destes precipitados por meio da difusão do carbono e demais elementos que estão em solução sólida supersaturada na matriz austenítica do material. Comparando-se as amostras envelhecidas a 900°C e a

1150°C, se torna plausível a hipótese de que quanto maior a temperatura, dentro dos limites de temperatura de uso da liga, maior a precipitação e maior o crescimento, conforme visto para a temperatura de 1150°C em relação as amostras envelhecidas para 900°C, uma vez que os mecanismos de difusão são ativados termicamente, e de acordo com a equação de Avrami, para um mesmo tempo, a maior temperatura ocasiona maior nucleação e crescimento de precipitados.

Um importante efeito da precipitação nas propriedades mecânicas do material é a de ocorrer aumento das propriedades de resistência e dureza, pois, os precipitados se tornam barreiras que limitam o deslizamento das discordâncias. Com o passar do tempo de envelhecimento, nota-se, para tempos de envelhecimento a partir de 100 horas (1150°C), um abrupto coalescimento dos carbonetos, onde tal resultado tem efeito da diminuição das propriedades mecânicas. sendo este fenômeno denominado superenvelhecimento. A partir de 1000 horas de tempo de envelhecimento, por meio das análises metalográficas, pode ser observado a eliminação da fronteira na zona de ligação (ZTA) entre metal base e metal de solda, ocorrendo extremo coalescimento dos carbonetos localizados nas redes eutéticas primárias e também os secundários precipitados na matriz do material.

A redução dos valores de resistência a partir do superenvelhecimento ocorre devido a menor tensão no reticulado cristalino enquanto este está em solução sólida supersaturada ou com a nucleação de pequenos precipitados na matriz do material (HAMPHREYS e HATHERLY, 2004). Conforme o precipitado tende crescer, o mesmo, devido á incompatibilidade de continuidade cristalográfica (ou seja, incoerência cristalográfica), ocorre a diminuição dos campos de tensão que circundam o precipitado, o qual diminui a resistência ao deslizamento de discordâncias.

No estado bruto de fusão e em ambas temperaturas de envelhecimento,

nota-se a diferença do espaçamento interdendrítico entre o metal base e o metal de solda. O mecanismo que rege tal resultado se dá principalmente devido à diferença da taxa de resfriamento na soldagem. Porém o principal fator que determina que ambas se solidificaram de modo dendrítica colunar é a alta concentração de elementos de liga (soluto) no material.

4.4.2. Microscopia eletrônica de varredura

A seguir são apresentadas imagens e análises obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura. Nesta seção são apresentados os resultados das condições bruta de fusão e das condições envelhecidas a 900°C e 1150°C por 1000 horas. As demais condições são apresentadas no anexo A2.

4.4.2.1. Estado bruto de fusão

As imagens obtidas em MEV da junta soldada em estado bruto de fusão são apresentadas por meio da figura 68. A análise MEV-EDS é apresentada por meio da tabela 17. Os resultados de Mapeamento são apresentados na figura 69 sendo priorizados os elementos C, Cr, W e Ti.



(c) Metal de solda, ampliação 400x

Figura 68: Microestrutura na condição bruta de fusão obtida por MEV-BSE.

		Elementos, %p										
	Fase ↓	С	Fe	Ni	Cr	Mn	w	Мо	Ti			
Metal base	Matriz	0,42	16,34	49,97	23,35	1,34	4,85	0,35	-			
	Carbonetos eutéticos interdendríticos	1,80	-	-	92,04	4,76	7,06	0,84	0,067			
	Carbonetos dispersos na matriz	11,65	-	-	2,69		8,89	-	74,75			
Metal de solda	Matriz	0,61	13,98	44,12	20,99	1,41	4,91	-	0,058			
	Carbonetos eutéticos interdendríticos	6,40	-	-	60,18	3,56	13,17	0,089	-			
	Carbonetos dispersos na matriz	8,41	-	-	38,76	4,78	6,08	-	-			

Tabela 17: Análise EDS das regiões de metal base e metal de solda bruta de fusão.



Figura 69: Mapeamento na condição bruta de fusão.

Conforme os resultados, pode ser verificado que as matrizes do metal base e metal de solda são compostas principalmente por Fe-Ni-Cr e altos teores de W não podendo ser detectado o titânio, pois o mesmo é consumido na formação de carbonetos primários. As fases encontradas nas regiões interdendríticas do material são compostas basicamente de C, Cr, W. De acordo com Aydin (1983), estes carbonetos no estado bruto de fusão são do tipo M₇C₃ (o "M" é Cr-W). Na condição bruta de fusão não foi detectado a precipitação dos carbonetos secundários, somente alguns carbonetos dispersos na matriz que são compostos de C-Ti-W e que desta forma foi possível determinar a localização do elemento titânio na microestrutura da liga.

4.4.2.2. Envelhecida a 900°C por 1000 horas

A junta soldada a 900°C/1000 horas são mostradas na figura 70.



2021/04/01 11:44 H 100 um x1.0k

(a) Metal base, ampliação 400x



(b) ZTA, ampliação 400x



(c) Metal de solda, ampliação 400x

Figura 70: Junta soldada envelhecida a 900°C/1000 h. obtida por MEV-BSE.

		Elementos, %p									
	Fase ↓	С	Fe	Ni	Cr	Mn	w	Мо	Ti		
	Matriz		17,60	53,43	21,13	1,02	4,52	0,76	0,12		
Metal base	Carbonetos eutéticos interdendríticos	6,78	-	-	88,30	-	11,66	-	-		
	Carbonetos primários dispersos na matriz	2,01	-	-	6,98	-	0,85	-	89,66		
	Carbonetos secundários intradendríticos	3,47	-	-	75,63	2,34	17,84	1,68	2,49		
Metal de solda	Matriz	0,48	14,62	53,98	21,51	1,30	4,17	0,12	0,13		
	Carbonetos eutéticos interdendríticos	11, 7	-	-	58,58	3,78	12,61	-	-		
	Carbonetos primários dispersos na matriz	13,89	-	-	65,44	2,34	11,11	-	-		
	Carbonetos secundários intradendríticos	9,12	-	-	64,05	4,82	12,85	-	-		
Metal base Metal de solda	Carbonetos euteticos interdendríticos Carbonetos primários dispersos na matriz Carbonetos secundários intradendríticos Matriz Carbonetos eutéticos interdendríticos Carbonetos primários dispersos na matriz Carbonetos secundários intradendríticos	6,78 2,01 3,47 0,48 11, 7 13,89 9,12	- - 14,62 - - -	- - 53,98 - - -	88,30 6,98 75,63 21,51 58,58 65,44 64,05	- 2,34 1,30 3,78 2,34 4,82	11,66 0,85 17,84 4,17 12,61 11,11 12,85	- 1,68 0,12 - -	- 89,66 2,49 0,13 - - -		

Tabela 18: Análise EDS das regiões de metal base e metal de solda envelhecida a 900°C por 1000 horas.

Pode ser verificado nas imagens de microscopia eletrônica de varredura que, com o envelhecimento, ocorre a precipitação secundária de carbonetos na matriz do metal base e metal de solda, não sendo observada a ocorrência de precipitação secundária de carboneto de titânio, pois o mesmo é consumido na formação de carbonetos primários, conforme tabela 18. Também, a partir do envelhecimento, os carbonetos de primários M_7C_3 em carbonetos secundários de estequiometria $M_{23}C_6$ (o "M" é Cr-W). Ao atingir 500 horas de envelhecimento, nota-se que os carbonetos são transformados em carbonetos do tipo M_6C . O mapeamento é mostrado na figura 71.



Figura 71: Mapeamento na condição envelhecida a 900°C por 1000 horas.

4.4.2.3. Envelhecida a 1150°C por 1000 horas

As imagens em MEV da junta soldada envelhecida a 1150°C/1000h são apresentadas na figura 72. Os resultados em análise EDS pode ser visualizado por meio da tabela 19. O mapeamento é apresentado na figura 73.



Figura 72: Microestrutura da junta soldada na condição envelhecida a 1150°C por 1000 horas obtida por MEV-BSE.

Tabela 19: Análise EDS das regiões de metal base e metal de solda envelhecida a 1150°C por 1000 horas.

		Elementos, %p										
-	Fase ↓	С	Fe	Ni	Cr	Mn	w	Мо	Ti			
Metal _ base	Matriz	0,28	19,81	41,90	33,51	1,43	1,74	0,52	-			
	Carbonetos eutéticos interdendríticos	8,11	-	-	82,15	-	9,07	0,65	1,15			
Metal de _ solda	Matriz	0,38	18,41	47,28	26,27	0,81	1,06	0,47	-			
	Carbonetos eutéticos interdendríticos	15,01	-	-	73,59	-	11,38	-	-			



Figura 73: Mapeamento na condição envelhecida a 1150°C por 1000 horas.

Conforme apresentado, nas primeiras 24 horas de envelhecimento o material sofreu intensa precipitação secundária de carbonetos na matriz das três regiões da junta soldada. Em 100 horas de envelhecimento ocorre a precipitação máxima dos carbonetos e a partir disso ocorre o fenômeno de superenvelhecimento, sendo tal resultado verificado a partir dos ensaios de dureza e microdureza. A partir da análise MEV-EDS pode ser visto que a transformação dos carbonetos primários em, provavelmente, carbonetos do tipo M₂₃C₆ e M₆C, os quais devem ser posteriormente confirmados por difração de raios-x, ocorre com menores tempos para a temperatura de 1150°C do que em relação a temperatura de 900°C, demonstrando assim a influência da temperatura na cinética de transformação estequiométrica dos carbonetos. Conforme já verificado na microscopia óptica, aqui também é comprovado o fenômeno de superenvelhecimento pois em 1000 horas de envelhecimento, a matriz encontra-se praticamente sem a presença de carbonetos, podendo estes estarem solubilizados, e ocorre transformação morfológica total dos carbonetos eutéticos interdendríticos. Os mapeamentos também evidenciaram as transformações estequiométricas dos carbonetos eutéticos evidenciado pelo enriquecimento dos elementos C, Cr, W e Ti. Um fato que dever ser mencionado é que nesta temperatura, a evidente interface entre o metal de base e metal de solda é totalmente "apagada" não podendo mais ser identificada. A figura 74 resume a evolução microestrutural do metal base a partir da microestrutura bruta de fusão e as microestruturas envelhecidas a 900°C e a 1150°C por 1000 horas. A hipótese do fenômeno de superenvelhecimento sugerida a partir dos resultados obtidos em microscopia eletrônica de varredura e microscopia óptica será, posteriormente, confirmada por meio dos ensaios mecânicos de dureza e pela determinação do perfil de microdureza.



EEL-USP 2021/03/23 11:46 H D8.3

(a) Microestrutura do metal base na condição bruta de fusão



(b) Microestrutura do metal base na



(c) Microestrutura do metal base na condição envelhecida a 900°C/1000h condição envelhecida a 1150°C/1000h

Figura 74: Comparação entre as microestruturas no (a) estado bruto de fusão, envelhecia a 900°/1000h e (c) envelhecida a 1150°C/1000h.

4.5. Ensaio de dureza e microdureza

Os ensaios de dureza e microdureza são apresentados nos itens subsequentes.

4.5.1. Ensaios de dureza Brinell no metal base

Os ensaios de dureza do metal base, executados nas condições bruta de fusão e envelhecidos a 900 e 1150°C são apresentados por meio da figura 75.



Figura 75: Dureza Brinell em função do tempo de envelhecimento

Em ambas temperaturas de envelhecimento, ocorre o aumento da dureza a partir de 24 horas em relação ao estado bruto de fusão, sendo tal aumento da dureza proveniente da precipitação de carbonetos secundários a partir do envelhecimento. Para a temperatura de 900°C, a dureza apresenta caráter constante, evidenciando a estabilidade microestrutural. No entanto, para a temperatura de 1150°C ocorre flutuações destes valores. Para a temperatura de 1150°C, a partir de 500 horas, a dureza apresentada diminui drasticamente, evidenciando o fenômeno de superenvelhecimento, que consiste no coalescimento da rede de carbonetos primários e secundários, o qual é corroborado posteriormente com os resultados obtidos por meio das imagens da microestrutura do material.

4.5.2. Ensaios de microdureza no metal base

Os ensaios de microdureza do metal base, executados nas condições bruta de fusão e envelhecidos a 900 e 1150°C. Os resultados são apresentados por meio da figura 76.



Figura 76: Microdureza nas regiões interdendrítica e intradendrítica em função do tempo de envelhecimento.

As regiões interdendríticas sempre apresentaram maiores valores de dureza em relação as regiões intradendríticas, o que se mostra plausível devido as microestruturas observadas, ou seja, são regiões ricas em carbonetos eutéticos que conferem dureza a essa região.

Um fato notado está no aumento da dureza, em ambas regiões, com o tratamento de envelhecimento. Para a temperatura de 900 °C, a dureza nas regiões intradendríticas aumentam com o tempo de envelhecimento enquanto a dureza das regiões interdendríticas (matriz austenítica) permanece constante.

Para a temperatura de 1150°C fica evidenciado, em ambas regiões (intra e interdendríticas), um aumento dos valores de dureza até 500 horas, no entanto, para um tempo de envelhecimento de 1000 horas constata-se uma queda dos verificando valores, а tendência que а matriz sofre efeito de superenvelhecimento e as regiões interdendríticas sofrem uma perda da dureza devido à intensa desfragmentação da rede de carbonetos primários, podendo-se dizer que o material pode estar em início de homogenização microestrutural.

4.5.3. Determinação do perfil de microdureza da junta soldada

Na figura 77 é apresentado o perfil de microdureza da junta soldada no estado bruto de fusão.



Figura 77: Determinação do perfil de microdureza para o estado bruto de fusão.

Na figura 78 é apresentado o perfil de microdureza da junta soldada envelhecidas a 900°C por 24, 100, 500 e 1000 horas.



(a) Perfil de microdureza envelhecido a 900°C por 24 horas

(b) Perfil de microdureza envelhecido a 900°C por 100 horas



(c) Perfil de microdureza envelhecido a 900°C por 500 horas (d) Perfil de microdureza envelhecido a 900°C por 1000 horas Figura 78: Perfil de microdureza para a junta soldada envelhecida a 900°C.

Na figura 79 é apresentado o perfil de microdureza da junta soldada envelhecidas a 1150°C por 24, 100, 500 e 1000 horas.

Linha 1





(a) Perfil de microdureza envelhecido a 1150°C por 24 horas

(b) Perfil de microdureza envelhecido a 1150°C por 100 horas



(c) Perfil de microdureza envelhecido a 1150°C por 500 horas (d) Perfil de microdureza envelhecido a 1150°C por 1000 horas Figura 79: Perfil de microdureza para a junta soldada envelhecida a 1150°C.

Os resultados do perfil de microdureza evidenciam a correlação entre as propriedades mecânicas e a evolução microestrutural em relação a temperatura ao tempo de envelhecimento. A amostra na condição bruta de fusão, onde não há precipitação de carbonetos secundários, apresentou relativa baixa dureza em relação as amostras envelhecidas. Na condição bruta de fusão, nota-se a diferença de magnitude de dureza entre as regiões de metal base, zona termicamente afetada (ZTA) e metal de solda. A região do metal de solda apresentou maior dureza, sendo este resultado esperado e de acordo com a microestrutura que revelam uma rede de carbonetos eutéticos primários localizados nas regiões interdendríticas com maior densidade, ou seja, os braços dendríticos são menos espessos em relação ao metal base e a rede de carbonetos, que é mais densa e tem o papel de impedir o deslizamento

de discordâncias. Com o envelhecimento, a dureza aumenta e isso se deve ao fato da ocorrência da precipitação secundária de carbonetos na matriz austenítica do material. O aumento da dureza devido a precipitação secundária é de maior magnitude no metal base e na ZTA, uma vez que essas regiões contém maior quantidade de carbono em solução sólida intersticial na matriz austenítica. Para a temperatura de envelhecimento de 900°C, a microdureza do metal base tem pouco ganho em relação ao tempo de envelhecimento. Um comportamento observado mostra a tendência da ZTA em atingir o mesmo de dureza do metal de solda. Conforme observado patamar nas microestruturas obtidas, na ZTA existe uma fronteira bem definida entre o metal base e o metal de solda e isso devido ao comportamento de estabilidade microestrutural apresentado pelo metal base. Logo, isso tem efeito pronunciado na morfologia da microestrutura apresentada e com o passar do tempo de envelhecimento, por meio do mecanismo de difusão, a maior quantidade de carbono oriunda do metal de solda, devido ao gradiente de concentração, tende a difundir para o metal base e assim a Zona termicamente afetada. O comportamento observado com o tempo de envelhecimento, para a temperatura de 1150°C, é o do fenômeno de superenvelhecimento. O efeito da eliminação da fronteira entre o metal de solda e do metal base em relação a temperatura de 900°C é mais pronunciado, em que para o tempo de envelhecimento de 1000 horas não é possível identificar a zona de ligação. Tal comportamento demonstra a tendência do material de sofrer o fenômeno de homogenização/solubilização.

4.6. Ensaios de tração do metal base e junta soldada

Os resultados dos ensaios de tração executados nos corpos de prova extraídos do metal base são apresentados nas figuras 80 e 81 e da junta soldada na figura 82.

Como mencionado na seção de materiais e métodos, todos ensaios de tração foram executados sob taxa de deformação de 1,6x10⁻²s⁻¹.



(a) Curvas tensão por deformação para as temperaturas de ensaio

(b) Limite de escoamento, limite de resistência e deformação em função da temperatura

Figura 80: Tração em função da temperatura de ensaio do metal base.



(a) Módulo de elasticidade em função da temperatura



(b) Coeficiente de resistência em função da temperatura



(c) Expoente de encruamento em função da temperatura Figura 81: Propriedades de tração em função da temperatura do metal base.









Figura 82: Curva tensão por deformação em função da temperatura de ensaio da junta soldada.

O metal base não apresentou comportamento esperado (Kassner, 2009), ou seja, com o aumento da temperatura o módulo de elasticidade, limites de escoamento e resistência, coeficiente de resistência e expoente de encruamento diminuíram. De forma antagônica em relação a resistência mecânica, a deformação aumenta com a elevação da temperatura.

Um fato interessante, relativo ao comportamento da tensão de escoamento em função da temperatura pode ser observado na figura 81(c). Na faixa de temperatura de 600 à 850 °C o expoente de encruamento se torna aproximadamente constante.

De acordo com Reed-Hill e Abbaschian (2009) os resultados apresentados na figura 80 (a) se devem principalmente aos átomos de impureza (elementos de liga em solução sólida) e as discordâncias interagirem durante a deformação em uma temperatura suficientemente alta (energia de ativação). Quando este fenômeno ocorre, é dito que o material envelhece dinamicamente. O fenômeno de envelhecimento dinâmico neste material tende a ocorrer em uma faixa de temperatura, sendo a faixa neste caso de 600°C a 850 °C, essa faixa de envelhecimento é dependente da taxa de deformação, o

que se mostra plausível, pois o fenômeno ocorre por meio da interação das discordâncias em deslizamento e dos átomos que estão em solução sólida na matriz austenítica. Quando o expoente de encruamento apresenta uma queda abrupta de seu valor até 500°C e no intervalo de 600 a 850°C ele se torna constante (figura 81(c)), pode-se afirmar que nesta faixa de temperatura o material sofre os efeitos do envelhecimento dinâmico. A partir da temperatura de 400 °C a curva de tração do material (figuras 80(a) e 81(a)) exibe "serrilhados" após o escoamento do material. Sob a influência do envelhecimento dinâmico, o material exibe instabilidade no fluxo de tensão. Tais serrilhados são comumente denominadas de *efeito Portevin-LeChatelier* e seu aspecto mais significante é que ocorre em materiais que contém em solução sólida supersaturada de átomos intersticiais.

A junta soldada apresentou comportamento semelhante, porém existindo algumas diferenças, aos dos obtidos nos ensaios do metal base. Por se tratar de uma microestrutura que é composta por três regiões distintas, sendo elas o metal base, a ZTA e o metal de solda, foram encontrados diferentes características no módulo de elasticidade, coeficiente de resistência e expoente de encruamento. Outro fato importante foi o do material apresentar discreto aumento das propriedades de limite de escoamento e limite de resistência, sendo este aumento atribuído a presença do metal de solda no corpo de prova. De acordo com as imagens obtidas em microscopia óptica, o metal de solda apresenta estrutura dendrítica com maior grau de refinamento dendrítico em relação ao metal base e isso faz com que seja aumentado o valor. Assim, a região da junta soldada, que apresenta maior resistência mecânica é devido à região de metal de solda possuir menores espaçamentos dos braços dendríticos. Deste modo, pode-se verificar o local da fratura no corpo de prova, sendo estes ocorridos no metal base. Os ensaios de fluência apresentados pelo item 4.7., apresentaram fratura no metal de solda, diferentemente dos ensaios de tração, sendo estes resultados posteriormente comparados e discutidos.

4.7. Ensaios de fluência do metal base e junta soldada

Abaixo, a partir da figura 83 até a figura 87 e na tabela 20 são apresentadas as curvas isotérmicas de deformação e taxa de deformação em função do tempo para os corpos de prova extraídos do metal base.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 900°C
 (b) Taxa de deformação em função do tempo a 900°C
 Figura 83: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 900°C.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 950°C (b) Taxa de deformação em função do tempo a 950°C Figura 84: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 950°C.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 1000°C (b) Taxa de deformação em função do tempo a 1000°C Figura 85: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 1000°C.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 1050°C (b) Taxa de deformação em função do tempo a 1050°C Figura 86: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 1050°C.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 1100°C (b) Taxa de deformação em função do tempo a 1100°C Figura 87: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 1100°C.

A partir da figura 88 até a figura 93 são apresentadas as curvas de isotensão para deformação e taxa de deformação em função do tempo.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 15 MPa (b) Taxa de deformação em função do tempo a 15 MPa Figura 88: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 15 MPa.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 20 MPa
 (b) Taxa de deformação em função do tempo a 20 MPa
 Figura 89: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 20 MPa.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 30 MPa (b) Taxa de deformação em função do tempo a 30 MPa Figura 90: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 30 MPa.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 40 MPa (b) Taxa de deformação em função do tempo a 40 MPa Figura 91: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 40 MPa.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 50 MPa (b) Taxa de deformação em função do tempo a 50 MPa Figura 92: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 50 MPa.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 60 MPa (b) Taxa de deformação em função do tempo a 60 MPa Figura 93: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 60 MPa.

Isotemperatura							Isotensão								
Temperatura (°C)	Tensão (MPa)	Tempo de ruptura (horas)	Taxa de deformação (s ⁻¹)	ε _{rup} (%)	Ф (%)	Tensão (MPa)	Temperatura (°C)	Tempo de ruptura (horas)	Taxa de deformação (s ⁻¹)	ε _{rup} (%)	Ф (%)				
900	30	2521	3,20x10 ⁻¹⁰	0,982	5,7	15	1050	558	1,51x10 ⁻⁰⁹	1,002	15,7				
900	40	1420	2,86x10 ⁻⁰⁹	2,709	38,6	15	1100	557,5	7,31x10 ⁻⁰⁹	1,001	9,8				
900	50	401	8,09x10 ⁻⁰⁹	2,582	50,3	20	950	1661	1,95x10 ⁻¹²	0,579	4,2				
900	60	116	2,28x10 ⁻⁰⁸	2,273	60,3	20	1000	986	9,97x10 ⁻¹¹	0,545	5,4				
950	20	1661	1,95x10 ⁻¹²	0,579	4,2	20	1050	717	7,31x10 ⁻⁰⁹	5,683	42,5				
950	30	624	1,29x10 ⁻⁰⁹	4,818	44,5	20	1100	172,5	7,52x10 ⁻⁰⁹	1,018	11,9				
950	40	190	6,47x10 ⁻⁰⁸	7,564	52,7	30	900	2521	3,20x10 ⁻¹⁰	0,982	5,7				
950	50	97	1,05x10 ⁻⁰⁷	6,002	60,4	30	950	624	1,29x10 ⁻⁰⁹	4,818	44,5				
950	60	18	7,02x10 ⁻⁰⁷	7,364	66,7	30	1000	517	7,94x10 ⁻⁰⁹	2,364	33,3				
1000	20	986	9,97x10 ⁻¹¹	0,545	5,4	30	1050	136	1,13x10 ⁻⁰⁸	2,564	38,9				
1000	30	517	7,94x10 ⁻⁰⁹	2,364	33,3	30	1100	14	1,13x10 ⁻⁰⁷	1,921	32,7				
1000	40	76,1	1,95x10 ⁻⁰⁸	1,509	22,6	40	900	1420	2,86x10 ⁻⁰⁹	2,709	38,6				
1000	50	5,5	2,42x10 ⁻⁰⁶	8,764	66,4	40	950	190	6,47x10 ⁻⁰⁸	7,564	52,7				
1000	60	4	2,81x10 ⁻⁰⁶	5,564	72,5	40	1000	76,1	1,95x10 ⁻⁰⁸	1,509	22,6				
1050	15	558	1,51x10 ⁻⁰⁹	1,002	15,7	40	1050	6,5	1,72x10 ⁻⁰⁶	7,945	46,7				
1050	20	717	7,31x10 ⁻⁰⁹	5,683	42,5	50	900	401	8,09x10 ⁻⁰⁹	2,709	38,6				
1050	30	136	1,13x10 ⁻⁰⁸	2,564	38,9	50	950	97	1,05x10 ⁻⁰⁷	6,002	60,4				
1050	40	6,5	1,72x10 ⁻⁰⁶	7,945	46,7	50	1000	5,5	2,42x10 ⁻⁰⁶	8,764	66,4				
1100	15	557,5	7,31x10 ⁻⁰⁹	1,001	9,8	60	900	116	2,28x10 ⁻⁰⁸	2,273	60,3				
1100	20	172,5	7,52x10 ⁻⁰⁹	1,018	11,9	60	950	18	7,02x10 ⁻⁰⁷	7,364	66,7				
1100	30	14	1,13x10 ⁻⁰⁷	1,921	32,7	60	1000	4	2,81x10 ⁻⁰⁶	5,564	72,5				

Tabela20: Propriedades de fluência para o metal base.

Os ensaios de fluência apresentaram o comportamento tipicamente esperado a partir das diferentes temperaturas e tensões de ensaio, ou seja, com o aumento destes parâmetros, ocorre o aumento das taxas de deformação e diminuição do tempo de ruptura. Para uma mesma temperatura, de um modo geral, o material apresentou maiores deformações final e redução de área (essa medida diretamente no corpo de prova) para maiores tensões. Para uma mesma tensão essas mesmas medidas aumentam com o aumento da temperatura, conforme é detalhado na tabela 20.

O efeito da temperatura no comportamento de taxa de deformação obtida está relacionada aos fenômenos de restauração dinâmicos, mais especificamente o fenômeno de recuperação dinâmica. Para maiores temperaturas e baixas tensões, nota-se menores deformação de ruptura (ϵ_{rup}) e menores valores de estricção.

Os menores tempos de ruptura estão associados diretamente as maiores tensões de ensaio. A tendência das taxas de deformação nas maiores tensões está associada a dois fatores principais: A ocorrência de maior estricção e maior taxa de acumulo de discordância em relação a recuperação dinâmica, para a fluência da lei de potência.

Em temperaturas e tensões intermediarias o material apresenta um padrão esperado de comportamento. Mas nas temperaturas mais altas e tensões mais baixas nota-se um pronunciado mecanismo entre o encruamento do material e a recuperação dinâmica, e concomitantemente, atua no material o fenômeno de superenvelhecimento, o qual tende a facilitar o deslizamento de discordâncias que promove a deformação.

Conforme pode ser observado, em alguns ensaios de tensões relativamente baixas e maiores tempos, o material se rompe com deformação abaixo do esperado. Tal fato está associado aos efeitos de envelhecimento dinâmico, assim como ocorrido nos ensaios de tração a quente, o envelhecimento dinâmico proporciona ao material a precipitação secundária de carbonetos na matriz que formam barreiras para o deslizamento de discordâncias. Assim a matriz tende a se tornar mais resistente forçando a deformação dependente do tempo a se concentrar nos contornos interdendríticos, causando a fratura prematura do material.

A partir da figura 94 até a figura 98 e na tabela 21 são apresentados os resultados de fluência dos corpos de prova extraídos da junta soldada



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 900°C (b) Taxa de deformação em função do tempo a 900°C Figura 94: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 900°C.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 950°C (b) Taxa de deformação em função do tempo a 950°C Figura 95: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 950°C.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 1000°C (b) Taxa de deformação em função do tempo a 1000°C Figura 96: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 1000°C.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 1050°C (b) Taxa de deformação em função do tempo a 1050°C Figura 97: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 1050°C.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 1100°C (b) Taxa de deformação em função do tempo a 1100°C Figura 98: Comportamento isotérmico de fluência para a temperatura de 1100°C.

As curvas de isotensão para deformação e taxa de deformação em função do tempo são mostradas a partir da figura 99 até a figura 104.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 15 MPa (b) Taxa de deformação em função do tempo a 15 MPa Figura 99: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 15 MPa.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 20 MPa (b) Taxa de deformação em função do tempo a 20 MPa Figura 100: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 20 MPa.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 30 MPa (b) Taxa de deformação em função do tempo a 30 MPa Figura 101: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 30 MPa.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 40 MPa (b) Taxa de deformação em função do tempo a 40 MPa Figura 102: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 40 MPa.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 50 MPa (b) Taxa de deformação em função do tempo a 50 MPa Figura 103: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 50 MPa.



(a) Curvas de deformação em função do tempo a 60 MPa (b) Taxa de deformação em função do tempo a 60 MPa Figura 104: Comportamento de isotensão de fluência para a tensão de 60 MPa.

		Isotemp	peratura	Isotensão							
Temperatura (°C)	Tensão (MPa)	Tempo de ruptura (horas)	Taxa de deformação (s ⁻¹)	ε _{rup} (%)	Ф (%)	Tensão (MPa)	Temperatura (°C)	Tempo de ruptura (horas)	Taxa de deformação (s⁻¹)	ε _{rup} (%)	Ф (%)
900	50	307	4,27x10 ⁻⁰⁹	1,964	15,1	15	1050	181	1,16x10 ⁻⁰⁹	0,891	6,5
900	60	53	1,37x10 ⁻⁰⁸	7,855	59,1	15	1100	52	9,09x10 ⁻⁰⁹	0,818	5,5
950	40	2780	1,08x10 ⁻⁰⁸	1,401	12,9	20	1050	119	5,92x10 ⁻⁰⁹	1,109	11,9
950	50	62,5	5,06x10 ⁻⁰⁸	2,327	22,3	20	1100	28	9,99x10 ⁻⁰⁸	0,709	4,8
950	60	14,5	1,26x10 ⁻⁰⁷	7,036	62,8	30	1000	77	3,21x10 ⁻⁰⁹	2,009	18,9
1000	30	77	3,21x10 ⁻⁰⁹	2,009	18,9	30	1050	17	8,22x10 ⁻⁰⁸	1,164	10,8
1000	40	11	1,93x10 ⁻⁰⁸	0,836	5,8	40	950	2780	1,08x10 ⁻⁰⁸	1,401	12,9
1050	15	181	1,16x10 ⁻⁰⁹	0,891	6,5	40	1000	11	1,93x10 ⁻⁰⁸	0,836	5,8
1050	20	119	5,92x10 ⁻⁰⁹	1,109	11,9	50	900	307	4,27x10 ⁻⁰⁹	1,964	15,1
1050	30	17	8,22x10 ⁻⁰⁸	1,164	10,8	50	950	62,5	5,06x10 ⁻⁰⁸	2,327	22,3
1100	15	52	9,09x10 ⁻⁰⁹	0,818	5,5	60	900	53	1,37x10 ⁻⁰⁸	7,855	59,1
1100	20	28	9,99x10 ⁻⁰⁸	0,709	4,8	60	950	14,5	1,26x10 ⁻⁰⁷	7,036	62,8

Tabela 21: Propriedades de fluência para a junta soldada.

Legenda: Os ensaios destacados em cinza romperam na região do metal base.
Conforme pode ser observado, de modo geral a junta soldada se rompeu com menores tempos, deformaram menos e a redução de área foi menor em relação ao metal base. As únicas condições de ensaio que atingiram os mesmos patamares quando comparados aos ensaios em corpos de prova do metal base de resultados foram aquelas em que o corpo de prova rompeu no metal base, fora da zona termicamente afetada.

Como demonstrado para o metal base, o material mostra indícios de fenômenos de restauração dinâmicos, mais especificamente a recuperação e também os fenômenos de envelhecimento dinâmico. Um fator que agrava a acentuada queda no tempo de ruptura, na deformação final e na redução de área é a diferença no espaçamento interdendrítico que é de menor magnitude no metal de solda. A rede dendrítica na junta soldada não permite o livre deslizamento de discordâncias e isso aliado ao envelhecimento dinâmico força o material a se deformar pelo mecanismo de deslizamento de contornos interdendríticos meio de escorregamento/cizalhamento. Assim por а probabilidade da nucleação de vazios nestes contornos aumenta, e como pôde ser observado nas metalografias dos corpos de prova (seção 4.8) são nucleadas inúmeras trincas nos contornos interdendríticos.

4.7.1. Propriedades de fluência entre o metal base e a junta soldada

Nesta seção são apresentadas as comparações do comportamento/propriedades entre os ensaios de fluência executados no metal base e na junta soldada. A figura 105 mostra o tempo de ruptura em função da tensão aplicada. A figura 106 a relação de Monkman-Grant (1956). As tabelas 22 e 23 detalham os valores obtidos.





(a) Tempo de ruptura em função da tensão e temperatura aplicados para o metal base.

(b) Tempo de ruptura em função da tensão e temperatura aplicados para a junta soldada.

Figura 105: Curvas isotérmicas do tempo de ruptura versos



(a) Curva de Monkman-Grant para o metal (a) Curva de Monkman-Grant para a junta base soldada

Figura 106: Relação de Monkman-Grant.

Terr	npo de ri	uptura, hor	as	Taxa de deformação, s⁻¹			
Temperatur a (°C)	Tensão (MPa) Metal base		Junta soldada	Temperatur a (°C)	Tensão (MPa)	Metal base	Junta soldada
900	50	401	307	900	50	8,09x10 ⁻⁰⁹	4,27x10 ⁻⁰⁹
900	60	116	53	900	60	2,28x10 ⁻⁰⁸	1,37x10 ⁻⁰⁸
950	40	190	2780	950	40	6,47x10 ⁻⁰⁸	1,08x10 ⁻⁰⁸
950	50	97	62,5	950	50	1,05x10 ⁻⁰⁸	5,06x10 ⁻⁰⁸
950	60	18	14,5	950	60	7,02x10 ⁻⁰⁷	1,26x10 ⁻⁰⁷
1000	30	517	77	1000	30	7,94x10 ⁻⁰⁹	3,21x10 ⁻⁰⁹
1000	40	76,1	11	1000	40	1,95x10 ⁻⁰⁸	1,93x10 ⁻⁰⁸
1050	15	558	181	1050	15	1,51x10 ⁻⁰⁹	1,16x10 ⁻⁰⁹
1050	20	717	119	1050	20	7,31x10 ⁻⁰⁹	5,92x10 ⁻⁰⁹
1050	30	136	17	1050	30	1,13x10 ⁻⁰⁸	8,22x10 ⁻⁰⁸
1100	15	557,5	52	1100	15	7,31x10 ⁻⁰⁹	9,09x10 ⁻⁰⁹
1100	20	172,5	28	1100	20	7,52x10 ⁻⁰⁹	1,26x10 ⁻⁰⁷

Tabela 22: Comparação entre os valores de tempo de ruptura e taxa de deformação obtidos para o metal base e a junta soldada.

Tabela 23 Comparação entre os valores de deformação final e redução de área obtidos para o metal base e a junta soldada.

D	eformaç	ção final, %)	Redução de área, %			
Temperatur a (°C)	Tensão (MPa)	Metal base	Junta soldada	Temperatur a (°C)	Tensão (MPa)	Metal base	Junta soldada
900	50	2,582	1,964	900	50	50,3	15,1
900	60	2,273	7,855	900	60	60,3	59,1
950	40	7,564	1,401	950	40	52,7	12,9
950	50	6,002	2,327	950	50	60,4	22,3
950	60	7,364	7,036	950	60	66,7	62,8
1000	30	2,364	2,009	1000	30	33,3	18,9
1000	40	1,509	0,836	1000	40	22,6	5,8
1050	15	1,002	0,891	1050	15	15,7	6,5
1050	20	5,683	1,109	1050	20	42,5	11,9
1050	30	2,564	1,164	1050	30	38,9	10,8
1100	15	1,001	0,818	1100	15	9,8	5,5
1100	20	1,018	0,709	1100	20	11,9	4,8

De acordo com os gráficos apresentados na figura 105 (a) e (b) e os dados das tabelas 22 e 23, pode ser verificado que a solda é uma região microestrutural que diminui a resistência mecânica a fluência para a liga G-NiCr28W-MA, uma vez que ela interrompe o padrão microestrutural do material. Como mencionado anteriormente, o grau de refinamento da rede de carbonetos interdendríticos, ou seja, o menor espaçamento entre as dendrítas dificultam o deslizamento de discordâncias, logo a região interdendrítica sofre com o escorregamento, cisalhamento, nucleação e propagação de vazios. Assim, os resultados comparativos corroboram com o pressuposto de que uma microestrutura de maior grau de refinamento tem influência negativa no comportamento e propriedade dos materiais.

Monkman e Grant (1956), em sua teoria, propõem a relação entre a taxa de deformação secundária e o tempo de ruptura por fluência, o qual pode ser constatado observando-se tal comportamento por meio desta relação. A relação entre a taxa mínima de fluência e o tempo de ruptura, conforme proposto, obedece a equação 17.

$$\varepsilon_{\min}^{\circ} \cdot t_{rup}^{m} = k \tag{17}$$

Onde m e k são constantes adimensionais.

Conforme visualizado na figura 106 (a) para as temperaturas de 950°C e 1000°C existe a ocorrência de pontos que fogem da curva. Os resultados apresentados por estes pontos são as menores taxas de deformação e tal comportamento indica a mudança do mecanismo de deformação dependente do tempo. A tabela 24 apresenta os valores de m e k obtidos para o metal base e a junta soldada.

	m	Log k	Correlação
Metal base	1,545	-8,027	0,987
Metal de adição	0,547	-10,361	0,975

Tabela 24: Constantes m e k da equação de Monkman-Grant

148

A constante m é relacionado a taxa de deformação mínima no estágio secundário do material e a constante k está relacionada a ductilidade. O desvio observado nos pontos da curva do metal base se devem principalmente a mudanças do mecanismo de deformação principal, logo, pode-se presupor que a deformação principal que ocorre no material é a de deslizamentos de discordâncias, uma vez que para a relação de Monkman-Grant ter validade quando o mecanismo é o de deslizamentos de discordâncias na matriz austenítica do material. A partir do momento em que o material tende a precipitar carbonetos secundários na matriz por meio do fenômeno de envelhecimento dinâmico, a matriz tende a ter maior resistência a este tipo de deformação dependente do tempo e, assim, passa a ocorrer o deslizamento nos contornos interdendríticos, o qual não é linearizado na equação de Monkman-Grant, uma vez que essa relação associa a taxa de deformação em sua relação.

A seguir, nas figuras 107 e 108 e tabela 25, são apresentados os parâmetros da Lei da potência ou relação de Nórton (DOWLING, 2013; EVANS e WILSHIRE 1985), que correlacionam a tensão com a taxa de deformação mínima para o metal base e a junta soldada. A relação de Nórton é apresentada por meio da equação 18.

$$\varepsilon_{\min}^{\circ} = A \cdot \sigma^{n} \tag{18}$$

Onde:

-A é uma constante do material;

-n é o Expoente de tensão ou expoente de Nórton.



(a) Taxa de deformação em função da tensão para determinação dos parâmetros de Norton.



(b) Constante A obtida por regressão linear(c) Expoente de Norton.Figura 107: Determinação dos parâmetros de Norton e da Lei de Potência para o metal base.



(a) Taxa de deformação em função da tensão para determinação dos parâmetros de Norton.



(b) Constante A obtida por regressão linear (c) Expoente de Norton. Figura 108: Parâmetros de Nórton e da Lei de Potência para a junta soldada.

	Metal base		Junta soldada			
Temperatura, °C	Constante A	Expoente de encruamento, n	Temperatura, °C	Constante A	Expoente de encruamento, n	
900	4,12x10 ⁻¹⁹	6,06	900	5,89x10 ⁻²⁰	6,39	
950	6,9x10 ⁻²⁷	11,43	950	2,09x10 ⁻¹⁸	6,09	
1000	2,77x10 ⁻²³	9,64	1000	1,29x10 ⁻¹⁷	5,73	
1050	4,03x10 ⁻¹⁷	6,28	1050	2,69x10 ⁻¹⁷	6,46	
1100	6,63x10 ⁻¹⁴	4,12	1100	8,51x10 ⁻¹⁸	7,67	

Tabela 25: Comparação dos resultados obtidos dos parâmetros de Nórton.

O expoente de Nórton apresentado pelo metal base variou de aproximadamente 4 a 11,5. Este intervalo está associado ao mecanismo de deformação por fluência por deslizamento e escalagem de discordância.

Em um maior detalhamento, para a temperatura de 900°C, pode-se notar menor expoente. Isso é explicado devido a menor temperatura em relação as demais para que os mecanismos de deformação dependentes do tempo possam atuar. Com o aumento da temperatura, os mecanismos são ativados termicamente, ocasionando as maiores taxas de deformação, mesmo estes sendo deformado com as mesmas tensões. Para as temperaturas mais altas e tensões mais baixas nota-se uma queda gradual no valor da taxa de deformação e consequentemente no expoente de Nórton. Essa queda gradual pode ser explicada devido a dois fatores principais, onde:

-Com o aumento da temperatura e diminuição da tensão aplicada;

-Com o aumento da temperatura, ocorre no material com maior intensidade e menor intervalo de tempo a precipitação secundária de carbonetos intradendríticos, o qual atua como ancoradores de discordâncias dificultando o deslizamento. A precipitação secundária se dá pelo fenômeno de envelhecimento, corroborando com as imagens obtidas por meio de microscopia e pelos ensaios de dureza (Brinell e Vickers) e também por meio de envelhecimento dinâmico, conforme previsto nos ensaios de tração a altas temperaturas;

Para a junta soldada, o material apresentou comportamento praticamente constante, tal comportamento pode ser explicado devido ao fato da microestrutura apresentar uma rede dendrítica com maior grau de refinamento e também a ruptura do material ser precoce em relação ao metal base, logo os fenômenos de envelhecimento dinâmico não ocorrem com o passar do tempo de ensaio, pois não tem tempo sufíciente. Um outro fator que explica a constância do expoente de Nórton é a execução dos ensaios em somente tensões intermediárias em relação aquelas do metal base e mesmo assim, a junta soldada apresentou menor tempo de ruptura e menor taxa de deformação. A seguir, nas figuras 109 e 110 e na tabela 26 são apresentados

os valores de energia de ativação em cada tensão de ensaio variando-se a temperatura para o metal base e a junta soldada.



(a) Logaritmo da taxa de deformação em função do inverso da temperatura.



(b) Constante A pré exponencial

(c) Energia de ativação em função da tensão aplicada.

Figura 109: Determinação das constantes da equação de Arrhenius para o metal base.



(a) Logaritmo da taxa de deformação em função do inverso da temperatura.



(b) Constante A pré exponencial

(c) Energia de ativação em função da tensão aplicada.

Figura 110: Determinação das constantes da equação de Arrhenius para a junta soldada.

	Metal base		Junta soldada			
Tensão, MPa	Constante A	Energia de ativação, kJ/mol	Tensão, MPa	Constante A	Energia de ativação, kJ/mol	
15	9,7x10 ¹⁴	476,23	15	3,2x10 ³	291,70	
20	3,45x10 ¹⁷	818,95	20	9,7x10 ³	293,84	
30	1,04x10 ¹⁵	371,49	30	2,3x10 ³	264,79	
40	1,13x10 ¹⁶	461,31	40	5,9x10 ⁴	276,92	
50	8,9x10 ¹⁶	706,21	50	8,6x10 ⁴	285,20	
60	1,28x10 ¹⁵	600,63	60	8,4x10 ⁴	274,52	

Tabela 26: Comparação entre os valores obtidos para o metal base e a junta soldada.

A energia de ativação obtida para cada tensão foi determinada por meio da equação 19 (DORN, 1961, KASSNER, 2015).

$$Q_{f} = -A \left[\frac{\left(\ln \varepsilon_{ss1}^{\circ} - \ln \varepsilon_{ss2}^{\circ} \right)}{\left(\frac{1}{T_{1}} - \frac{1}{T_{2}} \right)} \right]$$
(19)

Onde

-Qf: Energia de ativação para a fluência para tensão constante;

-A: Constante pré-exponencial do material obtida por regressão linear;

-ε[°]ss: Taxa de fluência mínima ou secundárias

-T: Temperatura absoluta em Kelvin.

Os resultados apresentados demonstram que a deformação dependente do tempo obedece a equação do tipo Arrhenius e portanto contém uma componente termicamente ativada sendo tal fato comprovado quando se mantém tanto a temperatura quanto a tensão constantes. O significado da equação de Arrhenius mostra que para a deformação, que são provenientes da aplicação de tensão e temperatura, está associado uma energia de ativação para que esta ocorra. Como resultado dessa energia, é lógica a associação de que quanto maior a tensão e/ou a temperatura, maior é a taxa de deformação, sendo essa taxa essencialmente sensível a temperatura.

A interação entre a energia térmica do sistema e a energia mecânica (tensão) deve ser entendida como o pressuposto de que na ausência de tensão, deve agir localmente mecanismos de deformação capaz de deformar o material somente sob a influência da temperatura. Sob o ponto de vista do estudo das vibrações térmicas por meio da termodinâmica estatística, deve-se enfatizar que as vibrações térmicas ocorrem ao acaso, e que devido a essa falta de ordenamento, um número limitado de átomos adjacentes estão vibrando. Desta forma, fundamentalmente, um pequeno número de átomos estão vibrando no entorno de uma discordância e tal configuração não permite que a energia térmica cause o movimento de longos segmentos de discordâncias, podendo somente ativar as reações atômicas próximas as discordâncias. O principal efeito e exemplo do mecanismo supracitado é a escalagem de discordâncias frente a um sistema de ancoramento que impede seu deslizamento, como no caso do material aqui estudado, da escalagem das discordâncias sendo ancoradas pelos carbonetos secundários precipitados na matriz do material.

Em relação a energia de ativação para cada tensão, pode-se afirmar que as discordâncias são criadas em um material cristalino a partir da deformação plástica, assim, como é necessária energia mecânica aplicada para que ocorra a deformação plástica, a energia térmica facilita a tensão aplicada a superar tal barreira energética.

Os resultados dos ensaios evidenciam que para as menores tensões aplicadas no metal base, ou seja 15 e 20 MPa, apresentam distintas energias de ativação, podendo este fato ser explicado considerando-se as temperaturas de ensaio as quais essas tensões foram aplicadas. Para a tensão de 20 MPa, as temperaturas de ensaio foram desde 950°C até 1100°C, e desse modo, para as menores temperaturas associadas a segunda menor tensão, a energia de ativação (barreira energética) deve ser maior do que a das utilizadas para a tensão de 15 MPa que foram 1000°C, 1050°C e 1100°C. Outro mecanismo que

explica a menor energia de ativação para a tensão de 15 MPa é uma possível mudança no mecanismo de deformação dependente do tempo sendo nesse caso o mecanismo de fluência por difusão.

Para as tensões de 30 e 40 MPa, que relativamente apresentaram baixa energia de ativação, o comportamento é explicado pelo fato de que ambas foram submetidas a temperaturas as quais são consideradas intermediárias, sendo então seu resultado composto de energia mecânica e energia térmica suficientemente altas para que houvesse uma taxa de deformação secundária razoável.

Os resultados apresentados para as tensões de 50 e 60 MPa em relativamente baixas temperaturas de ensaio são semelhantes aos apresentados pela tensão de 20 MPa, em que as tensões de 50 e 60 MPa de maior magnitude em relação a de 20 e por isso as mesmas apresentaram valores menores. Outro fator que explica o fato da energia de ativação para 50 e 60 MPa ser menor do que a de 20 MPa é o fato das maiores temperaturas a que esta foi aplicada promover maior precipitação dos carbonetos secundários intradendríticos, necessitando assim de maior energia térmica para superar as barreiras de ancoramento de discordâncias para que houvesse a deformação dependente do tempo.

Para a junta soldada, a energia de ativação se manteve praticamente constante para todas as tensões de ensaio, mas pode ser notado um leve aumento para que ocorra a deformação nas menores tensões. Tal comportamento está associado ao fato de que para maiores tensões (e menores temperaturas) o mecanismo de deformação principal é o de deslizamento de contornos de grão. Já para as menores tensões (e maiores temperaturas) o mecanismo predominante é o de difusão. Na figura 111 e na tabela 27 são apresentados os valores obtidos de energia de ativação para cada temperatura de ensaio.



(a) Energia de ativação em função da temperatura(a) Energia de ativação em função da temperaturapara o metal base(a) Energia de ativação em função da temperatura

Figura	111:	Energia	de ativad	cão em	funcão	da tem	iperatura.

Meta	al base	Junta soldada			
Temperatura, °C	Energia de ativação, kJ/mol	Temperatura, °C	Energia de ativação, kJ/mol		
900	684	900	530		
950	1015	950	516		
1000	955	1000	495		
1050	790	1050	494		
1100	737	1100	544		

			- ~	C		
labela Z/	Energia	de alivad	cao em	runcao.	da tem	peratura
	Lineigia	ao anta,		i an i ça o	aa ton	ip oi atai a

Como pode ser visualizado, para uma temperatura constante, a energia de ativação apresenta valores considerados maiores daqueles apresentados para a tensão constante. Tal resultado é explicado devido as taxas de deformação serem comparativas em relação a uma mesma temperatura. Nesse caso, fica claro que o mecanismo controlador da deformação dependente do tempo muda com a variação da temperatura. Para o metal base, na temperatura de 900°C, o mecanismo de deformação atuante exibe maior taxa de deformação, porém deve-se ressaltar que as tensões de ensaio são maiores e o efeito do envelhecimento (estático ou dinâmico) é menos pronunciado, assim nessa situação de maior tensão aplicada existem dois fatores que explicam a menor energia de ativação, sendo eles o maior deslizamento de discordâncias na matriz austenítica devido ao envelhecimento

ocorrer com menor êxito e o outro fator é que para maiores tensões ocorre também o deslizamento dos contornos interdendríticos. Para 950°C e 1000°C tais efeitos de precipitação tem grande atuação na evolução microestrutural do material e assim é necessário maior energia para que ocorra a deformação. Para as temperaturas de 1050°C e 1100°C, que apresentaram gradual diminuição da energia de ativação, passa a ocorrer a deformação por difusão e, mesmo que nessas temperaturas o material tende a sofrer envelhecimento com maior facilidade, a difusão de lacunas se torna inerente a precipitação secundária ocorrida no material.

A junta soldada apresentou menor variação da energia de ativação em relação ao metal base. Isso demonstra que existe um mecanismo de deformação dependente do tempo predominante. De fato, para as temperaturas de 900°C e 950°C (as quais foram submetidas as maiores tensões) o material exibe maior energia de ativação e esse resultado se deve ao local da fratura que ocorreu no material, ou seja, no metal base. Para as demais temperaturas, as fraturas ocorreram no metal de solda, evidenciando que o mecanismo predominante foi o de deslizamento de contornos interdendríticos. As temperaturas de 1050°C e 1100°C exibiram discreto e gradual aumento na energia de ativação mostrando que entre essas temperaturas ocorre a mudança do mecanismo de deformação dependente do tempo predominante, assim, para maiores temperaturas e menores tensões, o mecanismo tende a ser o mecanismo de difusão de lacunas.

4.8. Microestrutura dos corpos de prova de fluência e modo de fratura

4.8.1. Microscopia óptica

Os corpos de prova e suas respectivas condições de ensaio que foram submetidas à análise são detalhadas na tabela 9 e suas microestruturas são apresentadas a partir da figura 112 até a figura 116.



(a) 900°C, 50 MPa metal base, t_r: 401 h



(b) 900°C, 50 MPa, JS, t_r: 307 h



(c) 900°C, 60 MPa metal base, t_r: 116 h (d) 900°C, 60 MPa, JS, t_r: 53 h Figura 112: Microestrutura dos corpos de prova de fluência ensaiados a 900°C.

160



(a) 950°C, 40 MPa metal base, t_r: 190 h



(c) 950°C, 50 MPa metal base, tr: 97 h





(e) 950°C, 60 MPa metal base, t_r: 18 h (f) 950°C, 60 MPa, JS, t_r: 14,5 h Figura 113: Microestrutura dos corpos de prova de fluência ensaiados a 950°C.

100un



(a) 1000°C, 30 MPa metal base, t_r: 517 h

(b) 1000°C, 30 MPa, JS, t_r: 77 h





(c) 1000°C, 40 MPa metal base, tr: 76 h (d) 1000°C, 40 MPa, JS, tr: 11 h Figura 114: Microestrutura dos corpos de prova de fluência ensaiados a 1000°C.



(a) 1050°C, 15 MPa metal base, t_r: 717 h



(c) 1050°C, 20 MPa metal base, t_r: 518 h



(d) 1050°C, 20 MPa, JS, t_r: 119 h





(e) 1050°C, 30 MPa metal base, t_r: 136 h (f) 1050°C, 30 MPa, JS, t_r: 17 h Figura 115: Microestrutura dos corpos de prova de fluência ensaiados a 1050°C.



(a) 1100°C, 15 MPa metal base, t_r: 557 h



(c) 1100°C, 20 MPa metal base, t_r: 172 h (d) 1100°C, 20 MPa, JS, t_r: 28 h Figura 116: Microestrutura dos corpos de prova de fluência ensaiados a 1100°C.

As metalografias dos corpos de prova de fluência evidenciaram a predominância do modo de fratura através dos contornos interdendríticos. Nas metalografias pôde ser visualizado a presença de múltiplas trincas, bem como a formação de vazios. Outro fato relevante é a formação de trincas a partir da superfície do material, e nessa mesma região nota-se a descarbonetação superficial.

O principal mecanismo de formação dos vazios se dá por meio da nucleação de vazios na interface entre os carbonetos interdendríticos na orientação perpendicular a tensão aplicada. A nucleação de vazios ocorre principalmente em três tipos de mecanismos, sendo eles deslizamento de contornos, condensação de vacâncias em regiões de concentração de tensão (interface matriz-carbonetos interdendríticos) e empilhamento de discordâncias (SKLENICKA, 1997; SAXENA, 1998, ANDERSON, 2005).

Comparando-se as microestruturas dos corpos de prova do metal base e da junta soldada, pode-se verificar que na junta soldada, observa-se maior número de cavidades nucleadas, e isso é decorrente da micrestrutura nessa região ter maior refinamento da rede de carbonetos eutéticos primários e consequentemente existe maior interface entre a matriz e estes carbonetos. A análise microestrutural, assim, permite explicar o tempo de ruptura e o alongamento final da junta soldada serem menores do que os do metal base.

Os corpos de prova que foram submetidos aos ensaios de tração a quente, executados na junta soldada, mostraram o efeito substancial que a taxa de deformação tem na junta soldada. Nestes ensaios, os quais foram executados sob a taxa de deformação de 1,66x10⁻²s⁻¹ todos os corpos de prova, em todas as temperaturas romperam na região de metal base, enquanto para os ensaio de fluência, em que as taxas de deformação são significantemente menores, romperam na região de metal de solda.

Para os ensaios de tração, devido a taxa de deformação, o mecanismo de deformação é o de deslizamento de discordâncias, e por causa do refinamento microestrutural e menor espaçamentos dos braços dendríticos, as discordâncias tem menor área disponível para deslizamento, enquanto que no metal base esse deslizamento é facilitado devido ao maior espaçamento dos braços dendríticos. Nos ensaios de fluência, além dos mecanismos de deslizamento de discordâncias existe o fenômeno da deformação por deslizamento de contornos de grão, do fenômeno da difusão e do deslizamento de contornos de grão, do fenômeno da difusão e do deslizamento de contornos de grão, do fenômeno da difusão e do deslizamento de contornos de grão, do fenômeno da difusão e do deslizamento de contornos de grão, do fenômeno da difusão e do deslizamento de contornos de grão, do fenômeno da difusão e do deslizamento de contornos de grão, do fenômeno da difusão e do deslizamento de contornos de grão, do fenômeno da difusão e do deslizamento de contornos de grão, do fenômeno da difusão e do deslizamento de contornos de grão, do fenômeno da difusão e do deslizamento de contornos de interdendríticos, sendo este último, em muitas condições, o principal mecanismo de deformação dependente do tempo, sendo assim, pode-se afirmar que a solda tem maior susceptibilidade à falhas por mecanismos de deformação dependentes do tempo em relação ao metal base.

4.8.2. Microscopia eletrônica de varredura

A partir da figura 117 até a figura 119 são apresentadas as micrestruturas dos corpos de prova ensaiados, conforme condições detalhadas na tabela 10.



Corpo de prova sem solda, formação de Corpo de prova com solda, formação de vazios nas regiões de carbonetos eutéticos, tr: vazios nas regiões de carbonetos eutéticos, 116 h. região de fratura no metal base. tr: 53 h.

Figura 117: Imagem mostrando os locais de nucleação e crescimento de trinca nos corpos de prova na condição de ensaio a 900°C a 60 MPa.



Corpo de prova sem solda, formação de Corpo de prova com solda, formação de vazios nas regiões de carbonetos eutéticos. tr: vazios nas regiões de carbonetos eutéticos, região de fratura no metal de solda. tr: 11 h.

Figura 118: Imagem mostrando os locais de nucleação e crescimento de trinca nos corpos de prova na condição de ensaio a 1000°C a 40 MPa.



Corpo de prova sem solda, formação de Corpo de prova com solda, formação de vazios nas regiões de carbonetos eutéticos. tr: vazios nas regiões de carbonetos eutéticos, 557 h. Figura 119: Imagem mostrando os locais de nucleação e crescimento de trinca nos corpos de prova na condição de ensaio a 1100°C a 15 MPa.

Fica claro que o principal mecanismo de nucleação de trinca ocorre nas regiões de carbonetos eutéticos. Como mencionado nas imagens de microscopia óptica, as regiões interdendríticas é um fator que limita o tempo de vida do material em fluência e quanto menor o espaçamento entre os braços dendríticos, menor o tempo de ruptura do material. Assim, na junta soldada, que exibe refinamento microestrutural, existe a predominância de nucleação de vazios e formação de trincas que acarreta na diminuição no tempo de ruptura. Um aspecto importante notado a partir dos corpos de prova é que as trincas principalmente se originam na superfície do material. A figura 120 mostra as trincas originando-se na superfície do corpo de prova.

Superfície do corpo de prova



Figura 120: Detalhe da nucleação de trincas na superfície do corpo de prova, 900°C, 60 MPa.

A formação das trincas na superfície é acompanhada pela oxidação da região dos carbonetos eutéticos. Outro aspecto notado é a intensa precipitação de fases nos entornos das microtrincas. A figura 121 mostra um mapeamento realizado nas regiões de microtrincas no metal base e no metal de solda.



microvazios, metal base, 900°C, 60 MPa.



(a) Região de nucleação / propagação de (b) Região de nucleação / propagação de microvazios, metal base, 900°C, 60 MPa com destaque para o elemento oxigênio encontrado a extremidade das trincas/vazios.





Figura 121: Oxidação encontrada nas regiões de nucleação e propagação de trincas/vazios.

Como pode ser visto, a maior concentração de oxigênio na região dos carbonetos eutéticos interdendríticos se deve a dois fatores, sendo o primeiro fator o de ser o local da propagação das trincas que foram principalmente nucleadas na superfície do material e segundo que as regiões próximas aos carbonetos são empobrecidas de cromo, pois os mesmos foram consumidos na formação dos carbonetos de cromo, propiciando o mecanismo de oxidação nessas regiões. Deve ser salientado que, primordialmente, as regiões de interface de carbonetos eutéticos e a matriz austenítica não apresentam coerência cristalográfica, sendo assim, este é mais um fator que explica a notável facilidade de nucleação e crescimento de vazios / trincas nessas regiões, ou seja, uma associação de fatores como incoerência cristalográfica, introdução de oxigênio e empobrecimento de cromo na matriz próxima aos carbonetos tornam essas regiões como facilitadoras de formação de trincas dependentes do tempo neste material e quanto mais refinada a microestrutura, maior é a susceptibilidade a falhas por mecanismos dependentes do tempo.

4.9. Fractografia

Na figura 122 e 123 são apresentadas fractografias representativas obtidas por MEV dos corpos de prova de fluência do metal base e da junta soldada.





contornos interdendrítico, 900°C, 60 MPa.

Figura 122: Fractografia evidenciando modo de fratura interdendrítica e microtrincas nas regiões interdendríticas em corpos de prova sem solda.



(a) Superfície de fratura do corpo de prova do metal de solda com destaque para o contorno interdendrítico, 1100°C, 15 MPa. (a) Superfície de fratura do corpo de prova do metal base com destaque para as trincas nos contornos interdendrítico, 1100°C, 15 MPa.

Figura 123: Fractografia evidenciando modo de fratura interdendrítica e microtrincas nas regiões interdendríticas em corpos de prova soldado.

Nas fractografias apresentadas é observado que as fraturas ocorrem de forma predominante nas regiões interdendríticas. Em ambas imagens nota-se os contornos interdendríticos, sendo possível identificar que existe, na solda, maior refinamento microestrutural em relação ao metal base. Não foi possível identificar o modo de fratura, ou seja, se ocorreu pelo mecanismo de coalescência de microvazios (dimples) ou fratura de aspecto frágil (cleavage) devido ao alto grau de oxidação ocorrida na superfície de fratura durante o ensaio. Novamente, é notório o efeito do refinamento microestrutural em relação á resistência á danos por fluência tendo em vista a predominância da fratura dependente do tempo pelo mecanismo de nucleação e crescimento de trinca em contornos interdendríticos.

5. Conclusões

Com base nos resultados obtido, pode-se concluir que:

1°: As análises térmicas de Dilatometria e Calorimetria Exploratória Diferencial evidenciaram que o material apresenta estabilidade microestrutural;

2º: A Análise macrográfica evidenciou que o material apresentou estrutura macrográfica colunar, de orientação típica de resfriamento convencional em moldes. A macrografia da junta soldada não apresentou a região característica de zona termicamente afetada (ZTA) indicando a estabilidade térmica do material.

 3° : Na condição bruta de fusão, o metal base e metal de adição, apresentaram microestrutura dendrítica colunar, matriz austenítica, carbonetos eutéticos primários interdendríticos do tipo M_7C_3 (M=Cr e W) e carbonetos primários de titânio. A matriz do material não apresenta precipitação Intradendrítica;

4º: A junta soldada apresenta três regiões características, sendo elas a de metal base, a zona de ligação e metal de adição. O metal de adição é composto de microestrutura dendrítica colunar de espessura dos braços significantemente menores em relação ao metal base.

5°: A partir do envelhecimento a 900°C e 1150°C ocorre a precipitação de carbonetos secundários na matriz do metal base e metal de adição e a transformação de carbonetos primários, de estequiometria M_7C_3 para carbonetos secundários de estequiometria $M_{23}C_6$ e M_6C .

6º: Para a temperatura de 1150°C, a partir do tempo de 500 horas, nota-se o fenômeno de superenvelhecimento, onde os carbonetos primários e secundários sofrem coalescência e as regiões características da junta soldada

não podem mais ser identificadas.

7º: O metal base apresentou comportamento mecânico de tração esperado, ou seja, com o aumento da temperatura, as resistências ao escoamento e de ruptura diminuem e o alongamento final aumenta. A partir de 400°C, nota-se a ocorrência de um serrilhado na curva de tensão por deformação evidenciando a ocorrência do fenômeno de envelhecimento dinâmico.

8º: A junta soldada mostrou comportamento esperado, onde em todas as temperaturas de ensaio a ruptura do corpo de prova se deu no metal base e isso é decorrente da quantidade de carbono e da microestrutura de maior refinamento na região de metal de solda.

9º: O comportamento de fluência apresentado demonstra que o principal mecanismo de deformação é o de deslizamento de discordâncias e que o modo de fratura é o de nucleação e crescimento de trincas nas regiões interdendríticas;

10°: A presença de um cordão de solda, que apresentou maior refinamento microestrutural em relação ao metal base, tem efeito deletério no comportamento de deformação por fluência, sendo tal fato devido ao refinamento microestrutural do metal de solda em relação ao metal base.

11º: De modo geral, para solicitações de caráter monotônico, a solda não prejudica o comportamento mecânico de componentes fabricados com a liga G-NiCr28W-MA, mas em solicitações mecânicas dependentes do tempo, ela tem pronunciado efeito deletério na performance do material que deve ser considerado em sua utilização.

172

6. Sugestões para trabalhos futuros

1^a: Estudo do tratamento térmico de solubilização e envelhecimento nas propriedades de fluência do material, visando entender e melhorar a performance da junta soldada do material em solicitações de fluência;

2ª: Estudo do comportamento de fadiga em alta temperatura, fadiga termomecânica e interação fadiga-fluência do metal base e junta soldada, visando o entendimento das possíveis variações de temperatura e cargas aplicadas no material;

3^a: Estudo do comportamento de crescimento de trinca por fluência do metal base e junta soldada;

4^a: Estudo e desenvolvimento dos parâmetros de soldagem visando estabelecer um procedimento de solda que minimize a diferença entre o refinamento microestrutural do metal base e da junta soldada.

7. Referências

ANDERSON, T. L., **Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications**. 3^a Ed. CRC Press. Flórida. 2005.

ARAÚJO, M. V. P., Estudo do comportamento mecânico monotônico, ciclico e da evolução microestrutural em alta temperatura do aço ASTM A297 HP modificado com nióbio. Dissertação (Mestrado). Universidade de São Paulo, São Paulo, 2016.

ASTEMAN, H. et al. **HIGH TEMPERATURE CORROSION OF BURNER TUBE ALLOYS EXPOSED TO FLUE GAS AND REDUCING ATMOSPHERE USED FOR ANNEALING – A LABORATORY STUDY.** NACE International, Paper n° 11191. 2011.

AYDIN, I., et al., **Precipitations in the heat resistant nickel-base cast alloys G-NiCr 28 W and G-NiCr 50 Nb.** Arch. Eisenhuttenwes. Vol. 54. pp. 461 – 466. 1983.

ASM International. **Metals Handbook**. Materials Park: ASM 2011, v. 06, pp. 15 - 27

_____. Metals Handbook. Materials Park: ASM 2011, v. 11, p 619.

_____. Metals Handbook. Materials Park: ASM 2011, v. 15, p 54.

______. **ASM Specialty Handbook**. Heat Resistant Materials. 1997.

ASHBY, M. F., Materials Selection in Mechanical Design, 3^{a} ed., Oxford, Pergamon Press, 2004, p, 1 – 25.

AMEICAM SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **A751-20**: Standard Test Methods and Pratices for Chemical Analysis of Steel Products, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2020, p. 1-6.

_____. **E3-11:** Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011, p. 1-12.

_____. **E8/E8M-16:** Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2016, p. 1-30.

_____. **E10-18:** Standard Test Methods for Brinell Hardness of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018, p. 1-33.

_____. **E21-20:** Standard Test Methods for Elevated Temperature Tension Tests of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2020, p. 1-9.

_____. **E92-17:** Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017, p. 1-27.

_____. **E139-11:** Standard Test Methods for Conducting Creep, Creep Rupture and Stress Rupture Tests of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011, p. 1-14.

CAHN, R. W.; HAASEN, P., **Physical Metallurgy**, 4^a ed. Amsterdan, Elsiever, 1993.

CALLISTER JR, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**, 8^a ed., Rio de Janeiro, LTC, 2012, pp. 227 – 231. COBLE, R. L., Journal of Applied Physics, 1963.

CAILLAT, S.; PASQUINET, C., Radiant Tubes Lifetime Prediction in Steel Processing Lines Using Fluid-Structure Interaction Modeling. Energy Procedia. Vol. 120. Elsevier. 2017.

DIETER, G. E., **Metalurgia Mecânica**, 2^a ed., Rio de Janeiro, Guanabara Koogan, 1981.

DOWLING, N. E., **Mechanical Behavior of Materials**, 4^a ed. New Jersey, Pearson, 2013.

DORN, J. E., **Mechanical Behavior at elevated temperatures**. University of California. Engineering Extension Series, McGraw-Hill, 1961.

EDWARD, G, H; ASHBY, M. F., **Intergranular Fracture During Power-Law Creep**, Acta Metallurgica, vol. 27, Pergamon Press, Grain Bretain, 1979, pp. 1505 – 1518.

EN 10295 DIN 2.4879. Heat Resistant Steel Castings. Deutsches Institut Fur Normung. Berlin. 2002.

EVANS, R. W.; WILSHIRE, B., **Creep of metals and alloys**. The Institute of Metals. London. 1985.

FROST, H. J.; ASHBY, M. F., **Deformation Mechanism Maps**, Oxford, Pergamon, 1982.

HARPER, J; DORN, J. E., Acta Metall, 5, 654, 1957

178

HAMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. Recrystalization and Related Annealing Phenomena, Pergamon Press. Oxford, 2004.

HERRING, C., **Symposium on the Physics of Powder Metallurgy**, New York, 1949.

HOUDCROFT, P. T., **Welding Process Technology**. London. Cambridge University Press, 1979.

JONAS, J. J.; QUELENNEC, X.; JIANG, L. E MARTIN, E. **The Avrami of dynamic recrystalization**. Acta Materialla. 57. pp.2748 – 2756, 2009.

JUNG, S. et al., Effects of tungsten and molybdenum on high-temperature
tensile properties of five heat-resistant austenitic stainless steels.
Materials Science and Engineering A. Vol. 656. pp. 190 – 199. 2016.

KASSNER, M. E., Fundamentals of Creep in Metals and Alloys, 2^a ed., Elsevier, 2009, pp. 3 – 285.

KISASOZ, A., Influence of solution treatment on microestructure, corrosion resistance and oxidation behavior of cast G-NiCr28W alloy. China Foundry. Vol. 16. pp. 63 – 70. 2019.

LI, Y. Et al. First-principles study on the stability and mechanical property of eta M₃W₃C (M=Fe,Co,Ni) compounds. Physica B. Vol. 405. pp. 1011 – 1017. 2011.

MONKMAN, F. C.; GRANT, N. J., **An Empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep rupture tests**. Proceedings of ASTM. Vol. 56. pp. 563-605. 1956. MOSTAFEI, M. et al., **Microestructural degradation of two cast heat resistant reformer tubes after long term service exposure.** Engineering Faylure Analysis. Vol. 18. pp – 164 – 171. 2011.

MOSTAFEI, M. et al., **Increasing Weldability of Service-Aged Reformer Tubes by Partial Solution Anneling**. ASM International. Journal of Materials Engineering and Performance. 2016.

NABARRO, F. R. N., **Report of Conf. on Strength of Solids**, Physics Society, London, 1948.

OKAMURA, T.; TANIGUCHI, C., **Engenharia de Soldagem e Aplicações**. Rio de Janeiro. Livros técnicos e Científicos Editora. 1982.

PIEKARSKI, B.; DROTLEW, A., **Cast construction elements for heat treatment furnaces.** Archives of Foundry Engineering. Vol. 11. pp – 163 – 170. 2011.

PIERSON, H. O., HandBook of Refractory Carbides and Nitrides: Proprieties, Characteristics, Processing and Applications. Noyes Plublications, 1996.

PIROWSKI, Z.; WODNICKI, J.; GWIZDZ, A., **Nitrogen hardening of creepresistent G-NiCr28W alloy**. Archives of Foundry Engineering. Vol. 10. pp – 70 – 84. 2010.

POLUKHIN, P.; GORELIK, S.; VORONTSOV, V., **Physical Principles of Plastic Deformation**, 2^a ed., Moscow, Mir Publishers, 1983, pp 103.

REED-HILL, R. E.; ABBASCHIAN, L., ABBASCHIAN, R., **Physical Metallurgy Principles**. 4^a ed., Boston, Cengage Learning, 2009, pp 106 – 140. SCHAEFFLER, A.L. **Constitution diagram for stainless steel weld metal**. Metal Progress, v.56, n.11, p.680-680B, 1949.

SAXENA. A., Nonlinear Fracture Mechanics for Engineers. CRC Press. Florida, 1998.

SKLENICKA, V., **High Temperature Intergranular Damage and Fracture**. Materials Science and Engineering A. 234-236.pp. 30-36. 1997.

WAINER, E.; BRANDI, S. D.; MELLO, F. D. H., Soldagem: Processos e metalurgia. São Paulo. Edgard Blucher. 2010.

WEERTMAN, J. R., **Physical Metallurgy**, North Holland, 1970, pp. 1310 – 1315.

WHITTAKER, M.; WILSHIRE, B.; BREAR, J., Creep Fracture of the Centrifugally-cast Superaustenitic Steels HK40 e HP 40. Materials Scinece and Engineering A. 580. 2013. pp- 391-396.

WILSON, J. D.; CARNEY, T. J.; KELLY, J. C., **Micro-Alloying improves** resistance to high temperature environments. Nace International. Paper n^o 05422. 2005.

YAN, J. et al., Efect of Tungsten on the microestructure evolution and mechanical proporties of Ytrium modified HP40 alloy. Materials Science and Engineering A. Vol. 529. pp. 361 – 369. 2011.
8.Anexos

A1 – Microscopia óptica



Metal de solda, ampliação 50x

Metal de solda, ampliação 100x

Metal de solda, ampliação 400x

(c)

Figura A1.1: Microestrutura no estado bruto de fusão do (a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda.





Metal base, ampliação 400x

Metal base, ampliação 50x

Metal base, ampliação 100x

(a)



ZTA, ampliação 50x

ZTA, ampliação 100x

ZTA, ampliação 400x



Metal de solda, ampliação 100x Metal de solda, ampliação 50x Metal de solda, ampliação 400x

(c)

Figura A1.2: Microestrutura envelhecida a 900°C/24h .(a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda.



Metal base, ampliação 50x

ZTA, ampliação 50x

Metal base, ampliação 100x

Metal base, ampliação 400x

(a)



ZTA, ampliação 400x

(b)

ZTA, ampliação 100x



(c)

Figura A1.3: Microestrutura envelhecida a 900°C/100h .(a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda.





ZTA, ampliação 50x

ZTA, ampliação 100x

(b)



ZTA, ampliação 400x



Metal de solda, ampliação 50x

Metal de solda, ampliação 100x

Metal de solda, ampliação 400x

(c)

Figura A1.4: Microestrutura envelhecida a 900°C/500h .(a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda.



(c) Figura A1.5: Microestrutura envelhecida a 900°C/1000h .(a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda.



(c)

Figura A1.6: Microestrutura envelhecida a 1150°C/24h .(a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda.





ZTA, ampliação 50x



ZTA, ampliação 100x



ZTA, ampliação 400x







Metal de solda, ampliação 50x

Metal de solda, ampliação 100x

Metal de solda, ampliação 400x

(c)

Figura A1.7: Microestrutura envelhecida a 1150°C/100h .(a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda.



Figura A1.8: Microestrutura envelhecida a 1150°C/500h .(a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda.



(a)



Metal de solda, ampliação 50x

Metal de solda, ampliação 100x

Metal de solda, ampliação 400x

(b)

Figura A1.9: Microestrutura envelhecida a 1150°C/1000h .(a) metal base, (b) ZTA e (c) metal de solda.

A2 – Microscopia eletrônica de varredura da junta soldada



(a) Metal base, 1000x (b) ZTA, 1000x (c) Metal de solda, 1000x Figura A2.1: Microestrutura envelhecida a 900°C/24h obtida por MEV-BSE.

Tabela A2.1: Análise EDS das regiões da junta soldada envelhecida a 900°C por 24 horas.

		Elementos, %p									
-	Fase ↓	С	Fe	Ni	Cr	Mn	w	Мо	Ti		
Metal base	Matriz	0,42	15,38	42, 5	17,92	1,32	5,04	0,17	-		
	Carbonetos eutéticos interdendríticos	6,73	-	-	51,63	2,34	8,98	-	0,078		
	Carbonetos primários dispersos na matriz	10,87	-	-	31,47	1,89	1,42	-	54,81		
	Carbonetos secundários intradendríticos	3,43	-	-	53,42	3,47	11,01	0,24	11,88		
	Matriz	0,54	12,02	44,10	17,79	1,21	4,09	-	-		
Metal de solda	Carbonetos eutéticos interdendríticos	6,24	-	-	69,18	3,55	7,70	-	-		
	Carbonetos primários dispersos na matriz	3,10	-	-	61,04	2,13	10,79	0,24	-		
	Carbonetos secundários intradendríticos	4,12	-	-	58,92	4,62	11,14	1,07	-		



Figura 2.2: Mapeamento na condição envelhecida a 900°C por 24 horas.



(a) Metal base, 1000x (b) ZTA, 1000x (c) Metal de solda, 1000x Figura A2.3: Microestrutura da junta soldada na condição envelhecida a 900°C por 100 obtida por MEV-BSE.

Tabela A2.2: Análise EDS das regiões de metal base e metal de solda **envelhecida a** 900°C por 100 horas.

_		Elementos, %p									
	Fase ↓	С	Fe	Ni	Cr	Mn	w	Мо	Ti		
Metal - base -	Matriz	0,35	16,02	45,82	22,97	1,12	4,23	0,97	0,08		
	Carbonetos eutéticos interdendríticos	4,90	-	-	57,11	2,67	13,50	-	0,99		
	Carbonetos primários dispersos na matriz	3,81	-	-	62,44	4,35	10,78	-	4,,01		
	Carbonetos secundários intradendríticos	7,77	-	-	65, 45	3,21	11,82	1,47	3,85		
	Matriz	0,51	14,92	54,40	21,59	1,44	5,72	0,32	-		
Metal de – solda _	Carbonetos eutéticos interdendríticos	8,88	-	-	67,11	3,78	7,61	-	-		
	Carbonetos primários dispersos na matriz	3,88	-	-	47,69	2,66	6,05	-	-		
	Carbonetos secundários intradendríticos	9,12	-	-	61,60	1,99	3,39	-	-		



Figura A2.4: Mapeamento na condição envelhecida a 900°C por 100 horas.



(a) Metal base, 1000x
(b) ZTA, 1000x
(c) Metal de solda, 1000x
Figura A2.5: Microestrutura da junta soldada na condição envelhecida a 900°C
por 500 horas obtida por MEV-BSE.

		Elementos, %p											
·	Fase ↓	С	Fe	Ni	Cr	Mn	w	Мо	Ti				
Metal base	Matriz	0,35	18,76	53,05	20,85	1,38	5,02	-	-				
	Carbonetos eutéticos interdendríticos	6,87	-	-	81,17	3,44	16,56	-	0,06				
	Carbonetos primários dispersos na matriz	4,31	-	-	73,83	2,97	24,47	-	1,68				
	Carbonetos secundários intradendríticos	4,12	-	-	88,61	2,65	8,49	0,09	0,54				
	Matriz	0,55	16,31	43,15	21,83	1,54	4,28	0,87	-				
Metal	Carbonetos eutéticos interdendríticos	5,99	-	-	75,03	1,98	18,24	1,32	-				
de - solda -	Carbonetos primários dispersos na matriz	5,76	-	-	85,32	1,21	14,67	-	-				
	Carbonetos secundários intradendríticos	6,92	-	-	78,27	3,32	20,43	0,22	-				

Tabela A2.3: Análise EDS das regiões de metal base e metal de solda envelhecida a 900°C por 500 horas.



Figura A2.6: Mapeamento na condição envelhecida a 900°C por 500 horas.



(a) Metal base, 1000x
(b) ZTA, 1000x
(c) Metal de solda, 1000x
Figura A2.7: Microestrutura na condição envelhecida a 1150°C/24h obtida por
MEV-BSE.

		Elementos, %p									
	Fase ↓	С	Fe	Ni	Cr	Mn	w	Мо	Ti		
Metal base	Matriz	0,37	20,35	44,56	27,67	1,07	4,98	0,41	-		
	Carbonetos eutéticos interdendríticos	13,09	-	-	82,02	-	4,25	0,63	0,06		
	Carbonetos primários dispersos na matriz	6,10	-	-	70,31	-	0,917	0,70	10,83		
	Carbonetos secundários intradendríticos	9,75	-	-	90,25	-	-	-	-		
	Matriz	0,52	17,89	45,19	31,46	1,41	2,16	0,18	-		
Metal de _ solda _	Carbonetos eutéticos interdendríticos	14,55	-	-	76,49	-	8,95	-	-		
	Carbonetos primários dispersos na matriz	16,55	-	-	71,38	-	12,06	-	-		
	Carbonetos secundários intradendríticos	16,93	-	-	73,44	-	9,63	-	-		

Tabela 2.4: Análise EDS envelhecida a 1150°C por 24 horas.



Figura A2.8: Mapeamento na condição envelhecida a 1150°C por 24 horas.



(a) Metal base, 1000x
(b) ZTA, 1000x
(c) Metal de solda, 1000x
Figura A2.9: Microestrutura da junta soldada na condição envelhecida a 1150°C
por 100 horas obtida por MEV-BSE.

Tabela A2.5: A	nálise EDS	das regiões	de metal t	base e metal	de solda	envelhecida	а
1150°C por 1	00 horas.						

		Elementos, %p									
	Fase ↓	С	Fe	Ni	Cr	Mn	w	Мо	Ti		
Metal _ base _	Matriz	0,42	20,22	46,09	25,34	1,34	3,06	0,43	-		
	Carbonetos eutéticos interdendríticos	10,96	-	-	81,21	-	7,82	-	-		
	Carbonetos primários dispersos na matriz	5,44	-	-	55,41	-	5,41	-	3,92		
	Carbonetos secundários intradendríticos	11,56	-	-	76,22	-	12,21	-	-		
	Matriz	0,67	16,71	48,39	25,72	1,41	2,48	-	-		
Metal de _ solda _	Carbonetos eutéticos interdendríticos	13,29	-	-	75,94	-	10,76	-	-		
	Carbonetos primários dispersos na matriz	13,29	-	-	76,83	-	9,87	-	-		
	Carbonetos secundários intradendríticos	17,22	-	-	75,86	-	6,91	-	-		



Figura A2.10: Mapeamento na condição envelhecida a 1150°C por 100 horas.



(a) Metal base, 1000x
(b) ZTA, 1000x
(c) Metal de solda, 1000x
Figura A2.11: Microestrutura da junta soldada na condição envelhecida a
1150°C por 500 horas obtida por MEV-BSE.

Tabela A2.6: Análise EDS das regiões de metal base e metal de solda envel	necida a
1150°C por 500 horas.	

		Elementos, %p									
-	Fase ↓	С	Fe	Ni	Cr	Mn	w	Мо	Ti		
Metal base	Matriz	0,41	20,45	46,66	26,04	1,28	1,54	0,23	-		
	Carbonetos eutéticos interdendríticos	14,16	-	-	80,76	-	5,06	-	-		
	Carbonetos primários dispersos na matriz	14,29	-	-	82,76	-	2,93	-	2,27		
	Carbonetos secundários intradendríticos	12,97	-	-	85,98	-	1,03	-	-		
	Matriz	0,49	17,56	45,75	25,80	1,48	2,41	0,65	-		
Metal de _ solda _	Carbonetos eutéticos interdendríticos	13,82	-	-	71,18	-	14,98	-	-		
	Carbonetos primários dispersos na matriz	13,67	-	-	83,98	-	2,33	-	-		
	Carbonetos secundários intradendríticos	12,44	-	-	78,78	-	8,76	-	-		



Figura A2.12: Mapeamento na condição envelhecida a 1150°C por 500 horas.