



**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**  
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**Avaliação de propriedades de juntas brasadas e de juntas envelhecidas de liga a base de Níquel utilizadas em grades espaçadoras de reatores nucleares do tipo PWR**

**RENATO PAULO REZENDE**

**Tese apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Doutor em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais**

**Orientador:  
Prof. Dr. Mauricio David Martins das Neves**

**São Paulo  
2023**

**Avaliação de propriedades de juntas brasadas e de juntas envelhecidas de liga a base de Níquel utilizadas em grades espaçadoras de reatores nucleares do tipo PWR**

**Versão Corrigida**

**Versão Original disponível no IPEN**

**RENATO PAULO REZENDE**

**Tese apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Doutor em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais**

**Orientador:  
Prof. Dr. Mauricio David Martins das Neves**

**São Paulo**

**2023**

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Como citar:

REZENDE, R. P. *Avaliação de propriedades de juntas brasadas e de juntas envelhecidas de liga a base de Níquel utilizadas em grades espaçadoras de reatores nucleares do tipo PWR*. 2023. 177 f. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN, São Paulo. Disponível em: <<http://repositorio.ipen.br/>> (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN,  
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Rezende, Renato Paulo

Avaliação de propriedades de juntas brasadas e de juntas envelhecidas de liga a base de Níquel utilizadas em grades espaçadoras de reatores nucleares do tipo PWR / Renato Paulo Rezende; orientador Maurício David Martins das Neves. -- São Paulo, 2023.

177 f.

Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear (Materiais) -- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2023.

1. Inconel 718. 2. Brasagem a vácuo. 3. Envelhecimento. 4. Microestrutura. 5. Propriedades mecânicas. I. Neves, Maurício David Martins das, orient. II. Título.

## FOLHA DE APROVAÇÃO

**Autor: Renato Paulo Rezende**

**Título: Avaliação de propriedades de juntas brasadas e de juntas envelhecidas de liga a base de Níquel utilizadas em grades espaçadoras de reatores nucleares do tipo PWR**

**Tese apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Doutor em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Materiais**

**Data: 08/03/2023**

### Banca Examinadora

**Prof. Dr. Ângelo Fernando Padilha**  
**Instituição: USP**

**Julgamento: Aprovado**

**Prof. Dr. Marcos Domingos Xavier**  
**Instituição: FATEC**

**Julgamento: Aprovado**

**Dr. José Roberto Berretta**  
**Instituição: CTMSP**

**Julgamento: Aprovado**

## DEDICATÓRIA

*“Educação não transforma o mundo. Educação muda as pessoas. Pessoas transformam o mundo.”*

*Paulo Freire*

## AGRADECIMENTOS

A DEUS, por me guiar nesta vida e à minha família pelo apoio.

À minha esposa, Pallyni, pelo incentivo e compreensão durante todo o desenvolvimento deste trabalho.

Ao CTMSP/DDNM e ao IPEN pela oportunidade de realizar este trabalho.

Ao meu orientador, Dr. Maurício David Martins das Neves, pela paciência, orientação, disponibilidade, motivação, apoio nas diversas etapas deste trabalho e conhecimento transmitido ao longo do desenvolvimento da tese.

Aos colegas de trabalho do LADICON, que não mediram esforços para que este trabalho fosse realizado.

Ao Douglas Ferreira e Natália Souza pelo apoio, discussões e execução das atividades laboratoriais.

Ao Marcelo Santos e Carlos Igor pela confecção dos corpos de provas e apoio nas atividades da oficina.

Ao Dr. José Roberto Berretta e Leonardo Lima pela discussão técnica.

Ao José Alfredo Gulielmino pelo apoio e pela ajuda na confecção de dispositivos para ensaios.

À Dra. Claudia Giovedi pelo incentivo.

Ao Danilo Pinheiro e André Lotto pela ajuda nas atividades.

Ao Caio Lima pelo apoio na disponibilização de informações, discussões técnicas e revisão.

Ao Fabio de Camargo e Vanessa Sanches pelo apoio nas análises e nas discussões técnicas.

Aos colegas da DDNM II pelo apoio nas atividades e ao LABMAT/LADEM pelas análises.

Ao Laboratório de Microscopia e Microanálise do Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais do IPEN/CNEN pelas análises.

Ao Dr. Nelson Batista de Lima pelas análises de DRX e pelas discussões.

À Dra. Clarice Terui (*in memoriam*) pelo apoio e análises de MEV.

À Léa Sarita Montagna pelas análises no MEV e ao Gabriel Di Gennaro pela ajuda na formatação do documento final.

Ao Dr. George Luiz Luvizotto e ao Dr. Daniel Godoy do Departamento de Geologia da UNESP (Rio Claro - SP) pelas análises de WDS.

E a todos que contribuíram de forma direta ou indireta para a conclusão deste trabalho.

## RESUMO

**REZENDE, R.P. Avaliação de propriedades de juntas brasadas e de juntas envelhecidas de liga a base de Níquel utilizadas em grades espaçadora de reatores nucleares do tipo PWR.** 2023. 177 p. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN – CNEN/SP. São Paulo.

As grades espaçadoras fazem parte do conjunto do Elemento de Combustível (EC) do reator de água pressurizada - PWR (*Pressurized Water Reactor*). As grades são fabricadas a partir da união dos pontos de interseção de tiras estampadas de Inconel 718®, denominado por Inconel 718, por um processo de união denominado brasagem. Para esse processo, essas tiras são revestidas com uma fina camada de níquel, por meio de eletrodeposição com a finalidade de proteger contra oxidação e permitir uma melhor fluidez e molhabilidade do material de adição (MA) nas tiras durante a brasagem. O MA empregado era composto por níquel, fósforo e cromo. Neste trabalho, as juntas que compõem a grade espaçadora foram brasadas em diferentes condições de: temperatura, tempo e velocidade de resfriamento. Estas juntas brasadas foram comparadas com juntas brasadas e depois envelhecidas por 18 horas em forno a vácuo, usando pressão menor que  $10^{-3}$  mbar. A fim de avaliar as propriedades mecânicas e microestruturais em diferentes condições de brasagem e de envelhecimento foram realizados ensaios de cisalhamento, fadiga e de dureza, além de utilizar diferentes técnicas para análise da microestrutura das juntas. A partir das imagens obtidas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) acoplado a técnica de Espectrometria de Energia Dispersiva (EDS) foram observadas regiões ricas em fósforo e difusão de elementos do material de base (MB) para a região do MA nas juntas brasadas e brasadas e submetidas ao envelhecimento. A região da junta brasada apresentou uma maior dissolução do MB quando exposta em temperaturas e tempo de brasagem maiores. A análise por Difração de Raios X (DRX) indicou a formação de solução sólida de níquel e cromo ( $SS_{NiCr}$ ) no MA brasado, no MA envelhecido, na interface MA-MB brasada e na interface MA-MB envelhecida. A fase  $(Ni, Cr)_3P$  estava presente em todas as amostras, além da presença da fase  $Cr_{1,2}Ni_{0,8}P$  na interface MA-MB brasada e na interface MA-MB envelhecida. Os mapas de composição obtidos utilizando a técnica

quantitativa por *Wavelength-Dispersive Spectroscopy* (WDS) indicaram a presença de elementos químicos provenientes do MB na interface MA-MB e na região brasada. Foi também possível verificar maior concentração de Nb em algumas regiões ricas em P e Cr na região brasada. No ensaio de cisalhamento foi observado um aumento da força de resistência, em relação ao aumento da temperatura e do tempo de brasagem. O tratamento térmico de envelhecimento não alterou significativamente as propriedades mecânicas e microestruturais da junta brasada, mas aumentou a resistência mecânica do MB. Os resultados do ensaio de microdureza indicaram regiões com dureza elevada na região brasada que estavam associadas a maior concentração de fósforo. O perfil de dureza se manteve similar para as juntas envelhecidas. O ensaio de fadiga realizado em juntas brasadas a 1060 °C e em juntas envelhecidas indicou tendência de aumento de ciclos à medida que reduzia a amplitude de tensão, no entanto, os resultados do número de ciclos apresentaram grande dispersão. Esta dispersão nos valores do número de ciclos está relacionada à heterogeneidade da microestrutura na região brasada corroborada pela diferença nos valores de dureza.

Palavras-chave: *Inconel 718*, brasagem a vácuo, envelhecimento, microestrutura e propriedades mecânicas.



## ABSTRACT

**REZENDE, R.P. Evaluation of properties of brazed joints and aged nickel-based alloy joints used in spacer grids of PWR type nuclear reactors.** 2023. 177 p. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN – CNEN/SP. São Paulo.

The spacer grids are part of the Fuel Assembly (FA) assembly of the PWR (Pressurized Water Reactor). The grids are manufactured from the union of the intersection points of stamped strips of Inconel 718®, called Inconel 718, by a joining process called brazing. For this process, these strips are coated with a thin layer of nickel, through electrodeposition, in order to protect against oxidation and allow better fluidity and wettability of the filler material (BFM) in the strips during brazing. The BFM employed was composed of nickel, phosphorus and chromium. In this work, the joints that make up the spacer grid were brazed under different conditions: temperature, time and cooling speed. These brazed joints were compared with brazed joints and then aged for 18 hours in a vacuum furnace, using pressure less than  $10^{-3}$  mbar. In order to evaluate the mechanical and microstructural properties under different brazing and aging conditions, shear, fatigue and hardness tests were carried out, in addition to using different techniques to analyze the microstructure of the joints. From the images obtained with a Scanning Electron Microscope (SEM) coupled to the Energy Dispersive Spectrometry (EDS) technique, regions rich in phosphorus and diffusion of elements from the base material (BM) to the BFM region were observed in the brazed joints and brazed and subjected to aging. The region of the brazed joint showed a greater dissolution of the BM when exposed to higher temperatures and brazing time. Analysis by X-Ray Diffraction (XRD) indicated the formation of a solid solution of nickel and chromium ( $SS_{NiCr}$ ) in the brazed BFM, in the aged BFM, in the brazed BM-BFM interface and in the aged BM-BFM interface. The  $(Ni, Cr)_3P$  phase was found in all samples, in addition to the presence of  $Cr_{1.2}Ni_{0.8}P$  phases in the brazed BM-BFM interface and in the aged BM-BFM interface. The composition maps obtained using the quantitative technique by Wavelength-Dispersive Spectroscopy (WDS) indicated the presence of chemical elements from BM at the BM-BFM interface and in the

brazed region. It was also possible to verify a higher concentration of Nb in some regions rich in P and Cr in the brazed region. In the shear test, an increase in the resistance force was observed in relation to the increase in temperature and brazing time. The aging heat treatment did not significantly change the mechanical and microstructural properties of the brazed joint, but increased the mechanical strength of the BM. The results of the microhardness test indicated regions with high hardness in the brazed region that were associated with a higher concentration of phosphorus. The hardness profile remained similar for the aged joints. The fatigue test carried out on brazed joints at 1060 °C and on aged joints indicated a tendency for cycles to increase as the stress amplitude was reduced, however, the results for the number of cycles showed great dispersion. This dispersion in the values of the number of cycles is related to the heterogeneity of the microstructure in the brazed region, corroborated by the difference in hardness values.

**Keywords:** Inconel 718, vacuum brazing, aging, microstructure and mechanical properties.

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição química nominal da liga <i>Inconel 718</i> , conforme ASTM B637 (% em peso).....	64
Tabela 2 – Composição química nominal do MA (% em peso).....	67
Tabela 3 – Condições de brasagem e taxa de resfriamento das juntas usadas neste estudo. ....	71
Tabela 4 - Composição química do Material Base (% em peso) medida por Espectrometria de Emissão Óptica com Fonte de Plasma Acoplado.....	85
Tabela 5 – Composição química (% em peso) dos pontos na Figura 39, obtida por EDS no MB e na camada niquelada de 18 µm. ....	89
Tabela 6 – Composição Química do Material de Adição (% em peso) obtida pela técnica de energia dispersiva – EDX.....	90
Tabela 7 – Composição química obtida por EDS (% em peso) nas áreas em (a) e nos pontos em (b) da Figura 42. ....	91
Tabela 8 – Valores obtidos de energia de superfície para as tiras revestidas com Ni. ....	99
Tabela 9 – Composição química (% em peso) dos pontos da Figura 55. ....	104
Tabela 10 – Resultados de dureza Vickers das juntas. ....	116
Tabela 11 – Variação de TG nas diferentes condições. ....	124
Tabela 12 – Composição química (% em peso) das áreas da Figura 84.....	133
Tabela 13 – Composição química (% em peso) relativa às áreas da Figura 85.....	134
Tabela 14 – Composição química (% em peso) obtida por microsonda eletrônica dos pontos da Figura 87.....	136
Tabela 15 – Composição química (% em peso) obtida por microsonda eletrônica dos pontos da Figura 89.....	137
Tabela 16 – Composição química (% em peso) obtida por microsonda eletrônica dos pontos da Figura 91.....	139
Tabela 17 – Composição química (% em peso) obtida por microsonda eletrônica dos pontos da Figura 93.....	141
Tabela 18 – Relação de composição química (% em peso) dos pontos medidos pela técnica WDS.....	146
Tabela 19 – Composição química (% em peso), obtida por EDS, e tamanho dos precipitados nos pontos indicados. ....	149

Tabela 20 – Composição química (% em peso) medida por EDS nos pontos indicados na Figura 101. ....	152
Tabela 21 – Resultado da porcentagem de fases constituintes da região brasada. ....	157

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Esquema gráfico de uma usina PWR. ....	28
Figura 2 – Desenho esquemático do elemento de combustível PWR. ....	29
Figura 3 – Desenho esquemático da vareta de combustível. ....	29
Figura 4 – Desenho esquemático da Grade Espaçadora, a) vista de cima e b) vista em perspectiva. ....	31
Figura 5 – Detalhes da Grade Espaçadora, (a) célula e (b) indicação do posicionamento da mola e do batente. ....	32
Figura 6 – Forças de interação entre partículas no interior de um líquido. ....	41
Figura 7 – Ilustração de ângulo de contato formada por gota de líquido sobre uma superfície sólida, (a) ângulo de molhamento menor que $90^\circ$ , (b) ângulo de molhamento igual a $90^\circ$ e (c) ângulo de molhamento maior do que $90^\circ$ .....	43
Figura 8 – Camadas sobre o material a ser submetido à brasagem a vácuo. ....	45
Figura 9 – Esquema representativo do ângulo de molhamento, (a) Superfície lisa e (b) superfície rugosa. ....	48
Figura 10 – Gráfico esquemático da resistência mecânica da junta brasada em função da folga. ....	50
Figura 11 – Esquema representativo da resistência em função da folga da junta.....	51
Figura 12 – Diagrama de equilíbrio de fases da liga Ni-P e Ni-Cr.....	52
Figura 13 – Gráfico representativo da concentração do MB no material de adição em função do tempo.....	53
Figura 14 – Curva TTT típica de solidificação da liga. ....	58
Figura 15 – Fases formadas nas ligas de níquel.....	59
Figura 16 – Comportamento do Inconel 718 para diferentes doses, (a) condição envelhecida e (b) condição solubilizada. ....	62
Figura 17 – Resultado de ensaio de compressão na Grade na condição irradiada e não irradiada. ....	63
Figura 18 – Esquema representativo do perfil dos pontos medidos na tira. ....	66
Figura 19 – (a) Esquema da junta indicando a folga teórica (sem escala) e (b) vista frontal de fragmento da junta com indicação da largura de encaixe. ....	68
Figura 20 – Imagem do CP da junta posicionado no suporte antes da brasagem.....	69
Figura 21 – Ciclo térmico representativo do processo de brasagem. ....	70

Figura 22 – Sistema de medição do ângulo de molhamento, a) goniômetro, b) detalhe da agulha depositando a gota sobre a tira e c) software para medir o ângulo de contato.....	72
Figura 23 – Esquema representativo da medida do ângulo de contato ( $\Theta$ ) por metalografia. ....	73
Figura 24 – Esquema representativo, (a) posição de corte das amostras e (b) indicação de medição das áreas. ....	74
Figura 25 – Corpo de prova de junta posicionado dentro do forno com a pasta de brasagem na parte inferior indicada pela seta. ....	74
Figura 26 – Ciclo térmico de envelhecimento da junta de 18 horas. ....	76
Figura 27 – Esquema ilustrativo indicando o perfil das medidas de dureza.....	79
Figura 28 – Representação esquemática da fixação de CP na extensão para ensaio de cisalhamento, (a) vista explodida, (b) encaixe das extensões e (c) extensão indicando os pontos de fixação com MA na região da folga (indicada por setas). ....	80
Figura 29 – (a) CPs das juntas e extensão dentro do forno, (b) detalhe da junta e da extensão posicionada para brasagem simultânea. ....	80
Figura 30 – Corpo de prova de cisalhamento da junta brasada simultaneamente com extensão.....	81
Figura 31 – Ensaio de cisalhamento, a) CP posicionado para ensaio e b) Detalhe do CP na máquina. ....	81
Figura 32 – Representação esquemática de fragmentos da tira, (a) vista frontal do fragmento de CP indicando a altura (b) vista lateral indicando a espessura da tira, e (c) vista em corte transversal indicando as áreas da junta. ....	82
Figura 33 – Representação das ondas senoidais indicando a amplitude, (a) carga máxima de 2400N, (b) carga média 1800 N e (c) carga mínima de 1200N. ....	83
Figura 34 – Ensaio de fadiga, (a) CP brasado junto com a extensão durante ensaio de fadiga e (b) tela de captura de dados indicando a onda senoidal. ....	84
Figura 35 – Imagem obtida por MO da tira laminada e solubilizada pelo fabricante como recebida, (a) direção longitudinal e (b) direção transversal. ....	85
Figura 36 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons retroespalhados dos carbonetos do MB nas condições (laminada e solubilizada) como recebida do fabricante, (a) distribuídos na tira e (b) nos contornos de grão. ....	86

Figura 37 – Espectros relativos aos pontos indicados na Figura 36. a) Ponto 1 e b) Ponto 2. .....	87
Figura 38 – Imagem obtida por MEV utilizando mapeamento por elétrons retroespalhados do MB antes do tratamento térmico, (1) composição química da camada de revestimento de níquel com espessura de 18 µm obtida por EDS e (2) composição química da tira de <i>Inconel 718</i> obtida por EDS (% em peso).....	88
Figura 39 – Indicação dos pontos da seção transversal da tira com 18 µm de camada níquelada submetida à temperatura de 1060 °C por 30 minutos. ....	88
Figura 40 – Comparação da difusão do elemento Cr dos valores calculados e experimentais. ....	89
Figura 41 – Comparação da difusão do elemento Fe dos valores calculados e experimentais. ....	90
Figura 42 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons retro espalhados com indicação de análise de composição química, (a) por área e (b) por ponto.....	91
Figura 43 – Imagem obtida na lupa estereoscópica do MA fundido em forno a vácuo, (a) 950 °C e 10 minutos, e (b) 1060 °C e 10 minutos. ....	92
Figura 44 – Imagem obtida por MO da microestrutura do MA, (a) 950 °C, 10 min e resfriamento no forno e (b) 1060 °C, 10 min e resfriamento no forno. ....	92
Figura 45 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons secundários e em detalhe a composição química por EDS (% em peso), (a) temperatura de 950 °C, tempo de 10 min e resfriamento dentro do forno (b) temperatura de 1060 °C, tempo de 10 min e resfriamento dentro do forno. ....	93
Figura 46 – Imagens obtidas por MEV utilizando mapeamento por elemento químico usando elétrons retroespalhados do MA fundido em 950 °C, tempo de 10 min e resfriamento dentro do forno (a) imagem da região analisada, (b) fósforo (P), (c) cromo (Cr) e (d) níquel (Ni). ....	94
Figura 47 – Imagens obtidas por MEV utilizando mapeamento por elemento químico usando elétrons retroespalhados do MA fundido em 1060 °C, tempo de 10 min e resfriamento dentro do forno (a) imagem da região analisada, (b) fósforo (P), (c) cromo (Cr) e (d) níquel (Ni). ....	95
Figura 48 – Imagem obtida por MO da tira solubilizada pelo fabricante, como recebida, com revestimento de níquel na parte superior. Imagem da camada obtida por MO. ....	96

Figura 49 – Imagem obtida por MO da molhabilidade do MA sobre a tira, fundida em forno a vácuo, a 1060 °C e 10 min, (a) tira sem revestimento de níquel e (b) tira com revestimento de níquel. ....	97
Figura 50 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons retroespalhados da superfície da tira como recebida (a) tira sem revestimento de níquel e (b) tira com revestimento de níquel. ....	98
Figura 51 – Imagem obtida por MO indicando a molhabilidade do MA sobre a tira com revestimento de Ni, fundida em forno a vácuo, a 1060 °C e 10 minutos, (a) e (c) fotos das extremidades da amostra e (b) foto do meio da amostra. ....	100
Figura 52 – Imagem obtida por MO do aspecto da molhabilidade do MA sobre a tira sem revestimento de Ni, fundida em forno a vácuo, a 1060 °C e 10 minutos, (a) e (c) fotos das extremidades da amostra e (b) foto do meio da amostra. ....	101
Figura 53 – Imagem obtida por lupa estereoscópica da junta brasada, em forno a vácuo, a 1060 °C e 10 minutos com MA posicionado na parte superior da junta, (a) tira revestida com níquel e (b) tira sem revestimento. ....	102
Figura 54 – Imagens do MA fundido sobre o MB com camada de Ni em forno a vácuo a 1060 °C e 10 min, (a) imagem obtida por MO e (b) imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados. ....	103
Figura 55 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons secundários do MA fundido sobre o MB em forno a vácuo a 1060 °C e 10 min. Imagem obtida por MEV com indicação dos pontos para análise da composição química por EDS. ....	103
Figura 56 – Comparação do cordão de brasagem com MB níquelado entre juntas brasadas a 950 °C e 10 minutos, (a) MA adicionado de forma convencional (parte superior) e (b) MA adicionado na parte inferior. ....	105
Figura 57 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons secundários da seção transversal da junta brasada obtida por MEV, (a) MA adicionado na parte inferior e (b) MA adicionado na parte superior (convencional). ....	105
Figura 58 – Imagens obtidas por MO da variação de massa de MA na temperatura de 950 °C na parte superior (a, d, g), meio (b, e, h) e inferior (c, f, i) das juntas brasadas. ....	106
Figura 59 – Imagens obtidas por MO da variação da massa de MA na temperatura de 1060 °C na parte superior (a, d, g), meio (b, e, h) e inferior (c, f, i) das juntas brasadas. ....	107



Figura 60 – Parte inferior da junta com 150 mg de MA (a) brasada a 950 °C, (b) brasada a 1060 °C (c) seção transversal de Figura 60(a) e (d) seção transversal da Figura 60(b).....	108
Figura 61 – Gráfico com a dissolução do MB em diferentes temperaturas em relação à massa de MA.....	109
Figura 62 – Gráfico da força de cisalhamento em função da variação de MA.....	109
Figura 63 – Imagem com indicação da marcação dos pontos de dureza na junta brasada a 950 °C. ....	111
Figura 64 – Imagem com indicação da marcação dos pontos de dureza na junta brasada a 950 °C e envelhecida. ....	112
Figura 65 – Imagem com indicação da marcação dos pontos de dureza na junta brasada a 1060 °C. ....	113
Figura 66 – Imagem com indicação da marcação dos pontos de dureza na junta brasada a 1060 °C e envelhecida. ....	114
Figura 67 – Imagens obtidas por MO com indicação dos valores dureza Vickers em diferentes regiões, 950 °C (a) BRA e (b) ENV.....	115
Figura 68 – Imagens obtidas por MO com indicação dos valores de dureza Vickers em diferentes regiões, 1060 °C (a) BRA e (b) ENV.....	116
Figura 69 – Resultados dos ensaios de cisalhamento de juntas brasadas com massa de MA de 100 mg.....	117
Figura 70 – Gráfico do ensaio de fadiga de junta brasada - BRA 1060 °C.....	119
Figura 71 – Gráfico do ensaio de fadiga de junta brasada - ENV 1060 °C.....	120
Figura 72 – Imagem obtida por lupa estereoscópica, (a) descontinuidade no cordão de brasagem e (b) cordão de brasagem após ensaio de fadiga. ....	121
Figura 73 – Imagens obtidas por MO (a) 950 °C BRA, (b) 950 °C ENV, (c) 1060 °C BRA e (d) 1060 °C ENV.....	123
Figura 74 – Imagem panorâmica da junta, obtida por MO, da região da tira com grãos heterogêneos indicados pelo tracejado na temperatura de 1060 °C ENV. ....	124
Figura 75 – Imagem obtida por MO do posicionamento do MB sem brasagem indicando a folga da junta.....	125
Figura 76 – Imagem obtida por lupa estereoscópica do CP brasado, (a) aumento de 6x e (b) aumento de 12x. ....	126
Figura 77 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados de uma junta brasada de <i>Inconel 718</i> , vista em seção transversal.....	127

Figura 78 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons secundários, (a) junta brasada a 950 ° C e 10 minutos e (b) detalhe da região da Figura 78(a). .....	127
Figura 79 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retro espalhados, (a) elevada concentração de P na região do MA e (b) espectro na região indicada pela seta em (a). .....	128
Figura 80 – Imagens obtidas por MEV utilizando mapeamento por elétrons secundários, (a) junta brasada 950 ° C, (b) Ni, (c) Cr, (d) P, (e) Fe e (f) Nb.....	129
Figura 81 – Imagens obtidas por MEV utilizando mapeamento por elétrons secundários, (a) junta brasada 1060 ° C, (b) Ni, (c) Cr, (d) P, (e) Fe e (f) Nb.....	129
Figura 82 – Imagem obtida por MO indicando a diferença de dissolução no MB com indicação por setas, (a) 950 ° C e (b) 1060 ° C. ....	131
Figura 83 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons retroespalhados da interface MB e MA, (a) linha rica em carbonetos próxima a interface, brasada a 950 ° C e 10 min e (b) carbonetos nos contornos de grão acumulando na interface, brasada a 1060 ° C e 10 min. ....	132
Figura 84 – Região de interface da junta brasada, 950 ° C por 10 min, (a) Identificação das áreas medidas e (b) espectro da área (1). ....	132
Figura 85 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons secundários de amostra brasada a 1060 ° C, (a) áreas de medição (1), (2), (3), (4) e (5). ....	133
Figura 86 – Imagem obtida por MEV utilizando mapeamento por elétrons secundários, (a) perfil de mapeamento, (b) mapeamento em linha da distribuição de elementos químicos presentes na junta. ....	134
Figura 87 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados da região de mapeamento da junta (950 ° C BRA) com indicação dos pontos de medição da composição química.....	135
Figura 88 – Imagens obtidas por WDS do mapa de intensidade em relação à escala a direita da junta brasada 950 ° C BRA, (a) Ni, (b) Cr, (c) Fe, (d) P, (e) Nb, (f) Mo (g) Ti, (h) Al e (i) Escala. ....	136
Figura 89 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados da região de mapeamento da junta (950 ° C ENV) com indicação dos pontos de medição da composição química.....	137
Figura 90 – Imagens obtidas por WDS do mapa de intensidade da junta envelhecida 950 ° C ENV, (a) Ni, (b) Cr, (c) Fe, (d) P, (e) Nb, (f) Mo (g) Ti, (h) Al e (i) Escala. ....	138

Figura 91 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados da região de mapeamento da junta (1060 °C BRA) com indicação dos pontos de medição da composição química.....	139
Figura 92 – Imagens obtidas por WDS do mapa de intensidade da junta brasada 1060 °C BRA, (a) Ni, (b) Cr, (c) Fe, (d) P, (e) Nb, (f) Mo, (g) Ti, (h) Al e (i) Escala.	140
Figura 93 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados da região do mapa da junta (1060 °C ENV) com indicação dos pontos de medição da composição química.....	140
Figura 94 – Imagens obtidas por WDS do mapa de intensidade da junta envelhecida 1060 °C ENV, (a) Ni, (b) Cr, (c) Fe, (d) P, (e) Nb, (f) Mo, (g) Ti, (h) Al e (i) Escala. ....	142
Figura 95 – Difratomogramas MA fundido (MA-BRA), do MA fundido e envelhecido (MA-ENV), do MA fundido sobre o MB (Interface MA-MB (BRA)) e do MA fundido sobre o MB envelhecido (Interface MA-MB (ENV)) indicando as fases.....	144
Figura 96 – Seção isotérmica do diagrama de equilíbrio ternário de Ni-Cr-P. ....	146
Figura 97 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados com indicação de carbonetos na região de interface da junta brasada.....	148
Figura 98 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados com indicação de carbonetos com seus respectivos tamanhos na interface da junta brasada. ....	148
Figura 99 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados de carboneto próximo à interface da junta brasada a 1060 °C ENV, (a) carboneto com indicação da medida e (b) espectro do carboneto. ....	150
Figura 100 – Imagem obtida por MO da presença de trinca na região da junta brasada, (a) BRA 950 °C e (b) ENV 1060 ° C. ....	150
Figura 101 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados da região da junta brasada com indicação da trinca. ....	151
Figura 102 – Imagem obtida por MEV utilizando mapeamento por elétrons retroespalhados de elementos químicos na região da trinca, (a) imagem da junta, (b) Ni, (c) Cr, (d) P, (e) Nb e (f) Fe.....	152
Figura 103 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons secundários da região da fratura de amostra brasada (a) 950 °C e (b) 1060 °C.....	153
Figura 104 – Mapeamento de elementos químicos na região da fratura da junta brasada a 950 °C. (a) Imagem da região de mapeamento, (b) Ni, (b) Cr e (c) P. ....	154

Figura 105 – Mapeamento de elementos químicos na região da fratura da junta brasada a 1060 °C, (a) Imagem da região de mapeamento, (b) Ni, (b) Cr e (c) P. ....	154
Figura 106 – Imagens obtidas por MO da seção transversal das juntas, (a) brasada a 950 °C, (b) brasada a 1060 °C, (c) brasada a 950 °C e envelhecida e (d) brasada a 1060 °C e envelhecida. ....	155
Figura 107 – Imagens obtidas por MO de brasagem a 950 °C, (a) junta brasada - BRA e (b) junta brasada e envelhecida-ENV. ....	156
Figura 108 – Imagens obtidas por MO de brasagem a 1060 °C, (a) junta brasada - BRA e (b) junta brasada e envelhecida-ENV. ....	158
Figura 109 – Comparação da resistência ao cisalhamento de juntas brasadas e envelhecidas. ....	159
Figura 110 – Comparação de microdureza entre juntas brasadas e envelhecidas a 950°C. ....	159
Figura 111 – Comparação de microdureza entre juntas brasadas e envelhecidas a 1060°C. ....	160

## LISTA DE ABREVIATURAS E/OU SIGLAS

AGR	<i>Advanced Gas Reactor</i>
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de Alumínio
ASTM	<i>American Society for Testing Materials</i>
Bar	Unidade de pressão
BWR	<i>Boiling Water Reactor</i>
B <sub>4</sub> C	Carbeto de Boro
cm <sup>2</sup>	Centímetro Quadrado
°C	Graus Celsius
CCC	Cúbica de Face Centrada
CFC	Cúbica de Face Centrada
CTMSP	Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo
DDNM	Diretoria de Desenvolvimento Nuclear da Marinha
DRX	Difração de Raios X
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
EPMA	<i>Electron Probe Micro Analyzer</i>
G	Tamanho de Grão
G°	Energia Livre
GCR	<i>Gas Cooled Reactor</i>
GCFBR	<i>Gas Cooled Fast Breeder Reactor</i>
GTAW	<i>Gas Tungsten Arc Welding</i>
HC	Hexagonal Compacta
HV	Dureza Vickers
HTGR	<i>High Temperature Gas Cooled Reactor</i>
JCPDS	<i>Joint Committee Powder Diffraction Standards</i>
KeV	<i>Kilo Eletron Volt</i>
Laves	Composto do tipo Fe <sub>2</sub> (Nb, Ti, Mo, Ta) e Estrutura Hexagonal
LDE	<i>Layered dispersive element</i>
LIF	<i>Lithium fluoride crystal</i>
LOCA	<i>Loss of Coolant Accident</i>
mbar	<i>Milibar</i>

MeV	<i>Mega Eletron Volt</i>
MC	Fases do tipo TiC, NbC, HfC e Estrutura CFC
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	Composto do tipo (Cr, Fe, W, Mo) <sub>23</sub> C <sub>6</sub> e Estrutura CCC
M <sub>6</sub> C	Composto do tipo (Fe, Mo, W, Nb, Ta) <sub>3</sub> C e Estrutura CCC
M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	Composto Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub> e Estrutura Hexagonal
Mg	Miligramas
MN	Composto do tipo (Ti, Nb, Zr)N
Nm	Nanometros
PDF	<i>Powder Diffraction File</i>
PET	<i>Pentaerythritol crystal</i>
PWR	<i>Pressurized Water Reactor</i>
SCRAM	<i>Safety Control Rod Axe Man</i>
TAP	<i>Thallium acid pthalate</i>
TCC	Tetragonal de Corpo Centrado
TIG	<i>Tungsten Inert Gas</i>
TTT	Tempo-Temperatura-Transformação
UNESP	Universidade Estadual Paulista
UO <sub>2</sub>	Dióxido de Urânio
WDS	<i>Wavelength-Dispersive Spectroscopy</i>
δ	Fase Ni <sub>3</sub> Ti e Estrutura Romboédrica
γ'	Composto do tipo Ni <sub>3</sub> Al, Ni <sub>3</sub> (Al,Ti) e Estrutura CFC
γ''	Fase Ni <sub>3</sub> Nb e Estrutura TCC
γ <sub>SL</sub>	Energia de superfície sólido/líquido
γ <sub>SV</sub>	Energia de superfície sólido/vapor
γ <sub>LV</sub>	Energia de superfície líquido/vapor
%	Porcentagem
Θ	Ângulo de Contato

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO .....	24
2 OBJETIVOS .....	26
2.1 Objetivo Geral.....	26
2.2 Objetivos específicos .....	26
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	27
3.1 Reatores Tipo PWR .....	27
3.2 Liga de Níquel - <i>Inconel 718</i> .....	35
3.3 Brasagem .....	37
3.4 Material de Adição (MA) .....	49
3.5 Folga e Junta Brasada e sua relação com Resistência Mecânica .....	49
3.6 Fases Formadas na Brasagem .....	51
3.7 Dissolução de Material Base (MB).....	52
3.8 Difusão na Brasagem .....	54
3.9 Tratamento Térmico em Juntas Brasadas .....	56
3.10 Técnicas de Caracterização Microestrutural.....	60
3.11 Propriedades Mecânicas dos Materiais.....	60
3.12 Carregamentos Atuantes na Grade Espaçadora no Núcleo do Reator .....	63
4 MATERIAIS E MÉTODOS .....	64
4.1 Propriedades do Material de Base (MB).....	64
4.2 Material de Adição (MA) .....	67
4.3 Brasagem .....	67
4.4 Tratamento Térmico de Envelhecimento.....	75
4.5 Caracterização Microestrutural da Junta Brasada (BRA) e da Junta Envelhecida (ENV) .....	76
4.6 Avaliação das Propriedades Mecânicas da Junta Brasada e da Junta Envelhecida .....	78

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	85
5.1 Avaliação do Material Base (MB) .....	85
5.2 Avaliação do Material de Adição (MA) .....	90
5.3 Determinação das Condições de Brasagem .....	95
5.4 Avaliação das Propriedades Mecânicas da Junta Brasada.....	110
5.5 Avaliação da Microestrutura da Junta Brasada e da Junta Envelhecida.....	123
5.6 Comparação das Propriedades de Juntas Brasadas (BRA) e Envelhecidas (ENV).....	155
6 CONCLUSÃO .....	162
REFERÊNCIAS.....	165



## 1 INTRODUÇÃO

As tiras de *Inconel 718* são utilizadas para montagem da grade espaçadora (GE) do elemento de combustível do tipo PWR (*Pressurized Water Reactor*). A GE é formada pela união dos pontos de interseção de tiras estampadas, por um processo de união denominado brasagem. Para esse processo, essas tiras são revestidas com uma fina camada de níquel, por meio de eletrodeposição, com a finalidade de proteger contra oxidação e permitir uma melhor fluidez e molhabilidade do material de adição (MA), nas tiras do material de base (MB) durante a brasagem. A GE possui seção transversal quadrada de aproximadamente (220 x 220) mm e, em geral, arranjo de (17 x 17) células para posicionamento das varetas de combustível e tubos guia. Após a brasagem, a GE passa por um processo de tratamento térmico, conhecido como envelhecimento, para aumentar a resistência mecânica das molas de sustentação das varetas de combustível.

As grades espaçadoras têm a função de manter a posição das varetas de combustível e dos tubos guia dentro do arranjo do elemento de combustível. Nas posições de fixação das varetas de combustível possuem um sistema mola-batente, que permite a fixação da vareta no plano horizontal da grade, mas possibilita o deslizamento da vareta no sentido perpendicular à grade. Este modo de fixação permite expansões axiais entre varetas de combustível sem causar tensões excessivas no conjunto.

A brasagem é uma técnica de união de materiais com grande aplicação na indústria, em especial, na aeronáutica, automobilística e na área nuclear, em particular para a união das grades espaçadoras usadas em reatores nucleares (PEASLEE, 2003 e MEDEIROS, 1999).

A liga de níquel *Inconel 718*, utilizada nesta aplicação para fabricação das tiras da grade espaçadora é endurecível por precipitação, em razão da presença dos elementos de liga, tais como titânio e nióbio que formam fases endurecedoras do tipo  $\gamma'$  e  $\gamma''$  e carbonetos, quando expostos ao tratamento térmico adequado aumentam sua resistência à dureza, limite de escoamento e limite de resistência máxima.

A realização deste trabalho foi motivada pela pouca informação disponível na literatura sobre a formação de fases em ligas de níquel brasadas com material de adição à base de NiCrP e sua influência nas propriedades mecânicas da junta brasada. As múltiplas

fases formadas durante a brasagem podem impactar nas propriedades mecânicas, tais como: dureza, resistência ao cisalhamento, resistência à fadiga e outras propriedades. Adicionalmente, nesta aplicação é importante entender a diferença das propriedades mecânicas e de microestrutura de juntas brasadas e de juntas que passaram por tratamento térmico de envelhecimento, como selecionar condições de processo (tempo e temperatura) para brasagem das grades espaçadoras.

O caráter de inovação do presente trabalho consiste na quantificação e identificação de fases formadas em juntas de liga de níquel brasadas com material de adição à base de NiCrP e de juntas envelhecidas por tratamento térmico, como também, identificar as principais diferenças de propriedades mecânicas e microestruturais de juntas brasadas e de juntas envelhecidas.

A partir do mapeamento quantitativo com auxílio da técnica WDS foi possível identificar a composição química pontual nas diferentes regiões das juntas brasadas e das juntas envelhecidas. Em conjunto com o ensaio de dureza foi possível verificar as regiões de fases duras nas juntas brasadas e nas juntas envelhecidas, assim foi factível de correlacionar com o mapeamento quantitativo as fases formadas nas diferentes condições de brasagem e envelhecimento.

De forma adicional os ensaios mecânicos de cisalhamento e de fadiga em juntas brasadas e envelhecidas forneceram resultados não disponíveis na literatura científica, em razão do carácter singular da geometria da junta e dificuldade de execução dos ensaios.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

Caracterizar a microestrutura e avaliar as propriedades mecânicas da junta brasada, em diferentes condições de tempo e de temperatura e velocidade de resfriamento, e de juntas submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento.

### **2.2 Objetivos específicos**

- 1) Definir condições utilizadas da junta brasada, tais como, quantidade em massa do MA, temperatura e tempo de brasagem e avaliar a influência na dissolução e molhabilidade do MB;
- 2) Identificar as principais fases formadas na região da junta brasada e da junta envelhecida utilizando a técnica por DRX;
- 3) Comparar propriedades mecânicas de dureza, resistência ao cisalhamento, resistência à fadiga de juntas brasadas e de juntas envelhecidas em diferentes temperaturas e suas relações com a microestrutura formada;
- 4) Investigar a concentração de carbonetos na região de interface material base/material de adição da junta brasada e da junta envelhecida;
- 5) Caracterização das juntas brasadas e das juntas envelhecidas utilizando a técnica WDS.

## 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 3.1 Reatores Tipo PWR

Os reatores nucleares usam como princípio básico a fissão do núcleo de determinados isótopos de urânio e de plutônio, por nêutrons com energias determinadas, gerando a cada fissão alta quantidade de energia (~200 MeV), produtos de fissão radioativos e nêutrons de alta energia (OLANDER, 1976, SUNDARAM, 1989 e GORDON, 2021).

Os reatores podem ser classificados quando ao tipo de combustível, refrigerante e moderador, segundo a denominação:

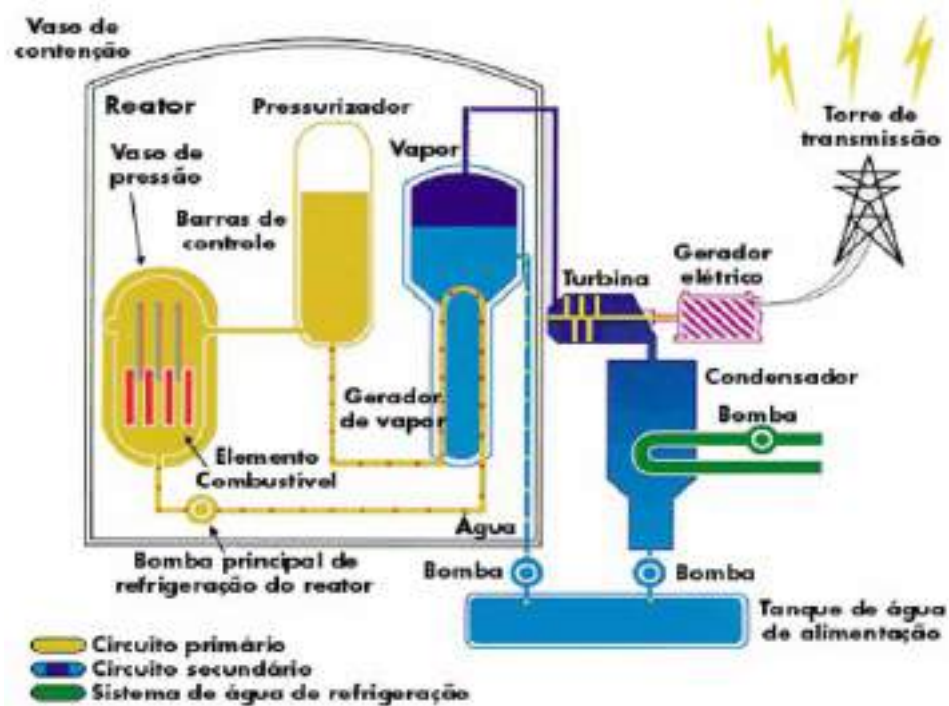
- Reatores Refrigerados a Gás (GCR), Reatores Avançados Refrigerados a Gás (AGR), Reatores de Alta Temperatura Refrigerados a Gás (HTGR) e Reatores Rápidos Refrigerados a Gás (GCFBR) que utilizam urânio com baixo enriquecimento.
- Reatores de água pesada (HWR), utilizando urânio natural, água pesada como moderador e água leve ou pesada como refrigerante.
- Reatores rápidos, utilizando plutônio e urânio como combustível e metal líquido (sódio) como refrigerante (OLANDER, 1976; FROST, 1982; LAMARSH, 1982, HOFER *et al*, 2022).
- Reatores refrigerados e moderados a água leve (PWR e BWR) que usam urânio enriquecido.

Os reatores tipo PWR (*Pressurized Water Reactor*), os mais utilizados no mundo, são utilizados no Brasil para produção de energia elétrica.

Nestes reatores, a fissão dos átomos de urânio ocorre dentro das varetas do elemento de combustível e aquece a água, que passa pelo reator numa temperatura de 320 °C. Para que não ocorra ebulição, a água é mantida sob uma pressão 157 vezes maior que a pressão atmosférica. O gerador de vapor realiza uma troca de calor entre as águas deste primeiro circuito e a do circuito secundário, que são independentes entre si. Com essa troca de calor, a água do circuito secundário se transforma em vapor e movimentada a turbina que, por sua vez, aciona o gerador elétrico. Esse vapor, depois de mover a turbina, passa por um

condensador, onde é refrigerado pela água do mar, trazida por um terceiro circuito independente. A existência desses três circuitos impede o contato da água com radioatividade com a água que passa pelos outros circuitos (ELETRONUCLEAR, 2015 e GORDON, 2021). Na Figura 1 é apresentado o esquema gráfico de uma usina PWR.

Figura 1 – Esquema gráfico de uma usina PWR.



Fonte: CNEN, 2015.

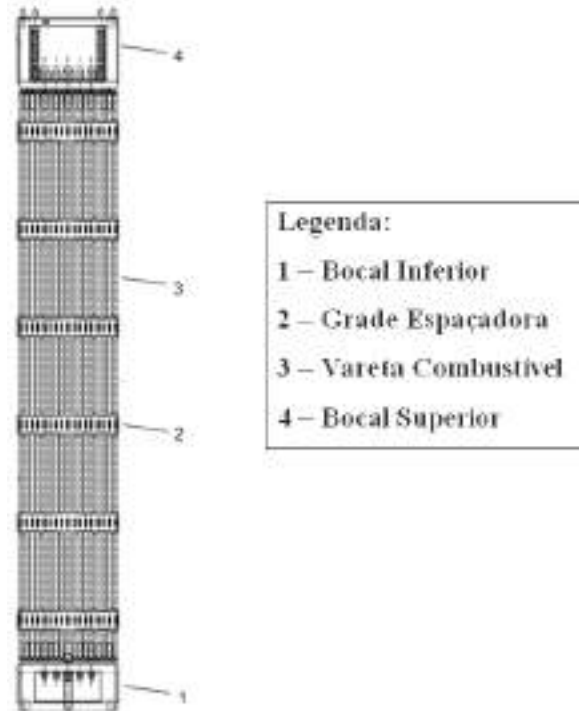
### 3.1.1 Núcleo do Reator PWR

#### 3.1.1.1 Elemento de Combustível

O núcleo do reator PWR é constituído de vários elementos combustíveis, que estão dispostos de forma quadrada com um arranjo de varetas que podem variar de (14 x 14) a (18 x 18), dependendo da necessidade de projeto, por exemplo, quanto maior a potência desejada, mais varetas são utilizadas (FROST, 1982; HOFER *et al*, 2022). Os principais componentes dos elementos combustíveis são: vareta de combustível, tubo guia, grades espaçadoras, bocais de extremidade, mola de fixação do elemento de combustível e vareta de controle.

Na Figura 2 é apresentada de forma esquemática o elemento de combustível do tipo PWR.

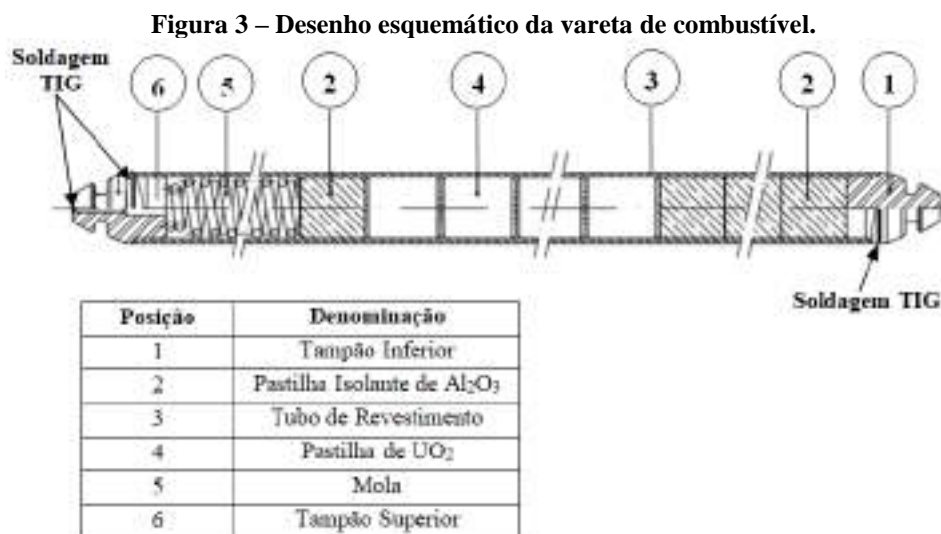
Figura 2 – Desenho esquemático do elemento de combustível PWR.



Fonte: CTMSP, 2021.

### 3.1.1.2 Vareta de Combustível

A vareta de combustível contém, de forma isolada, o material físsil. Este componente é constituído por: pastilhas combustíveis, pastilha isolante, mola de fixação da coluna da pastilha, tubo metálico de revestimento e tampões de extremidade, conforme indicado na Figura 3.



Fonte: CTMSP, 2021.

A pastilha de combustível contém o material físsil e é fabricada pela sinterização do pó de dióxido de urânio ( $UO_2$ ). A forma da pastilha é cilíndrica, com rebaixo na parte inferior e superior e chanfros nas bordas. A densidade da pastilha é em torno de 93 a 95% da densidade teórica de  $UO_2$  (PERROTTA, 1999, AKSAN, 2021).

A mola de fixação da coluna da pastilha é utilizada para manter a coluna de pastilhas unidas dentro da vareta e criar espaços vazios para acomodar os gases de fissão. A mola acomoda também as expansões diferenciais entre a coluna de pastilha e o revestimento, evitando altas tensões. Normalmente, é utilizado como material a liga de níquel conhecida como *Inconel 600* (PERROTTA, 1999 e FROST, 1982).

A pastilha isolante de alumina ( $Al_2O_3$ ) é colocada entre a mola e a coluna de pastilhas, de forma a diminuir o fluxo de calor da pastilha de combustível para a região da mola, além de evitar reações entre a pastilha e a mola (PERROTTA, 1999; BITTENCOURT, 1985 e LIU *et al*, 2021).

As varetas de combustível são preenchidas internamente com gás hélio, de forma a melhorar a transferência de calor das pastilhas para o revestimento e do revestimento para o refrigerante, já que existe uma folga entre a pastilha de combustível e o revestimento, e também para diminuir a diferença de pressão do refrigerante sobre a vareta (PERROTTA, 1999; SUNDARAM, 1989 e AKSAN, 2021).

O tubo de revestimento e os tampões de extremidades servem para manter estanques as pastilhas de combustível e os produtos de fissão gasosos produzidos na pastilha de combustível durante a irradiação. Os tampões, inferior e superior, são soldados nas extremidades do tubo de revestimento, bem como a selagem da vareta de combustível, normalmente, pelo processo GTAW/TIG.

Os materiais mais utilizados são os aços inoxidáveis austeníticos e as ligas de zircônio (PERROTTA, 1999, SUNDARAM, 1989 e AKSAN, 2021).

O número de varetas combustíveis no arranjo do elemento de combustível (EC) depende da relação entre a potência global do reator e a densidade linear de potência desejada para cada vareta (PERROTTA, 1999 e BITTENCOURT, 1985, AKSAN, 2021).

### 3.1.1.3 Tubo Guia

Algumas posições do arranjo de varetas do elemento de combustível são ocupadas por tubos que servem de guia para as varetas absorvedoras, que são introduzidas no elemento de combustível, de forma a controlar a reação em cadeia no núcleo do reator. Estes tubos são abertos na extremidade superior, permitindo a penetração da vareta

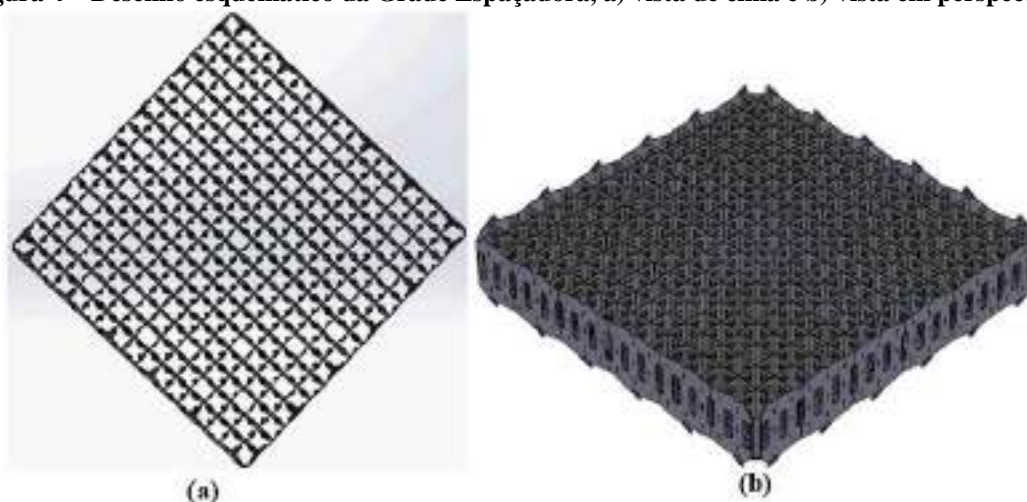
absorvedora e sua movimentação de inserção e retirada no elemento de combustível. A parte inferior possui furos que permitem o escoamento do refrigerante, por dentro do tubo e um estreitamento provocado pela inserção de um outro tubo na parte inferior para fazer o amortecimento hidráulico das varetas de controle conhecido como *dashpot*. Normalmente, é utilizado tubos de liga de zircônio (BITTENCOURT, 1985 e AKSAN, 2021).

A posição central do arranjo de varetas no elemento de combustível é ocupada por um tubo que serve de guia para instrumentações internas do núcleo (BITTENCOURT, 1985 e AKSAN, 2021).

#### 3.1.1.4 Grade Espaçadora (GE)

As GE têm a função de manter a posição das varetas de combustível dentro do arranjo do elemento de combustível. Elas são elementos estruturais rígidos, montadas numa forma reticular por tiras metálicas entrelaçadas. Normalmente, em sua fabricação é utilizado como material as ligas de níquel *Inconel 718* e as ligas de zircônio, conforme pode ser visualizado na Figura 4. As grades podem apresentar aletas defletoras para prover maior agitação na água de refrigeração, que passa ao longo do elemento de combustível. Isto melhora a transferência de calor das varetas de combustível para o refrigerante (PERROTTA, 1999; FROST, 1982 e AKSAN, 2021).

**Figura 4 – Desenho esquemático da Grade Espaçadora, a) vista de cima e b) vista em perspectiva.**



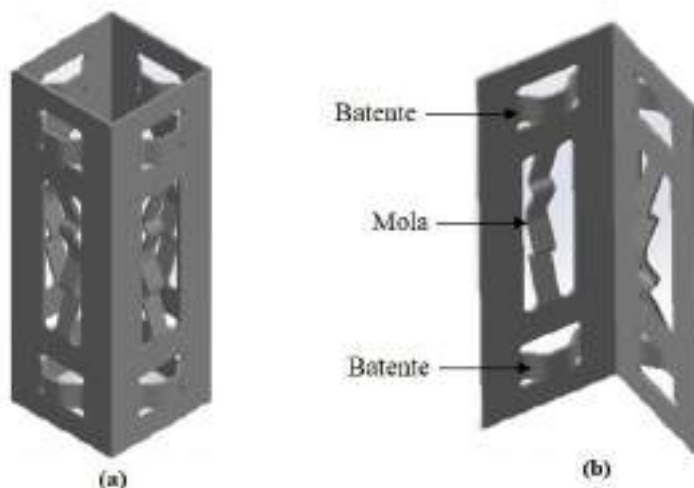
Fonte: CTMSP, 2021.

Nas posições de fixação das varetas de combustível, existe um sistema mola-batente estampado nas tiras, que permite a fixação das varetas de combustível no plano da grade e possibilita o deslizamento da vareta no sentido perpendicular à grade, admitindo



expansões axiais diferenciais entre as varetas de combustível sem causar tensões excessivas. (PERROTTA, 1999; LAMARSH, 1982 e WANG *et al*, 2021). Na Figura 5 são apresentadas imagens ilustrativas da célula de uma GE com indicação da mola e do batente.

**Figura 5 – Detalhes da Grade Espaçadora, (a) célula e (b) indicação do posicionamento da mola e do batente.**



Fonte: CTMSP, 2021.

As grades espaçadoras devem prover a sustentação na lateral e na vertical das varetas de combustível. O sistema de sustentação deve acomodar os efeitos de expansão térmica diferencial, fluência e crescimento das varetas de combustível, enquanto mantém uma força de contato de mola, o suficiente para prevenir danos de vibração induzidos pelo refrigerante, mas sem causar tensões locais elevadas no tubo da vareta de combustível (ARAÚJO, 2009 e WANG *et al*, 2021).

As grades espaçadoras mantêm a distância entre as varetas de combustível e a configuração dos canais de fluxo do EC pelo sistema de mola-batente ou mola-mola presente em cada célula da grade. O projeto das grades deve contemplar integridade estrutural para assegurar o desempenho do combustível, em condições normais de operação e garantir que, a geometria para refrigeração do EC seja mantida em condições de acidentes (ARAÚJO, 2009 e WANG *et al*, 2021).

As grades espaçadoras são componentes responsáveis pela estrutura lateral, que mantém juntos os tubos guia e o tubo de instrumentação para formar a estrutura do esqueleto do EC entre o bocal inferior e o bocal superior. As grades são unidas aos tubos guia e ao tubo de instrumentação para prover o suporte estrutural. As grades também são as

estruturas que transmitem as cargas laterais nas varetas de combustível e para os componentes internos do núcleo do reator (ARAÚJO, 2009 e WANG *et al*, 2021).

As grades espaçadoras devem promover suficiente sustentação lateral dos tubos guias das barras de controle de maneira a garantir a inserção das barras de controle sem qualquer obstrução, tanto em condições normais ou de acidentes (ARAÚJO, 2009 e WANG *et al*, 2021).

De acordo com as normas de projetos de um reator nuclear, as grades espaçadoras devem possuir requisitos mínimos para garantir o funcionamento do elemento de combustível. A grade espaçadora deve se manter rígida, o suficiente para permitir a inserção das varetas de segurança (controle), dentro do tubo guia, mesmo em casos de carregamentos combinados resultantes de sismos e perda de refrigerante (LOCA), causando deformação e impedindo as varetas de controle serem inseridas no elemento de combustível (SONG *et al*, 2009).

A integridade estrutural da grade espaçadora é importante, pois em casos de acidente garante o desligamento seguro e a capacidade de refrigeração do reator, atendendo aos limites de projeto apropriados para as cargas e as tensões associadas à operação normal, além de ocorrências operacionais antecipadas, acidentes postulados e condições não operacionais de transporte e de manuseio (PERROTTA, 1999; FROST, 1982, SONG *et al*, 2009).

A grade espaçadora é um componente estrutural e tem as seguintes funções (PERROTTA, 1999, FROST, 1982, SONG *et al*, 2009, KUNZ, 1987, SONG *et al*, 2010):

- (a) Formar a estrutura do esqueleto do elemento de combustível;
- (b) Manter espaçamento entre as varetas de combustível no elemento de combustível;
- (c) Fornecer sustentação mecânica à vareta de combustível;
- (d) Promover a mistura do refrigerante no interior do reator;
- (e) Promover a sustentação lateral e de posicionamento dos tubos guia das varetas de controle;
- (f) Promover sustentação lateral e de posicionamento do tubo de instrumentação; e
- (g) Prevenir danos durante operações de manuseio do elemento de combustível.

A grade espaçadora, por ser um componente estrutural do elemento de combustível, está sujeita a vários carregamentos que podem ser estáticos ou cíclicos durante a operação no reator.

### 3.1.1.5 Bocais de Extremidade

Os bocais de extremidade do elemento de combustível servem de orientadores do fluxo de água para os canais de refrigeração entre as varetas de combustível, além de direcionar e suportar os tubos guia. Além disso, servem como peças estruturais de ligação do elemento de combustível com as estruturas do reator. O material utilizado normalmente é o aço inoxidável austenítico (PERROTTA, 1999 e LAMARSH, 1982).

O elemento de combustível tem como estrutura principal o conjunto conhecido como *esqueleto*. O *esqueleto* é formado pela junção rígida dos tubos guias da vareta de controle às grades espaçadoras e aos bocais de extremidade. Esta estrutura serve de suporte para as varetas e dá rigidez de conjunto ao elemento de combustível (PERROTTA, 1999 e HOFER *et al*, 2022).

### 3.1.1.6 Varetas de Controle

As varetas de controle são constituídas de materiais absorvedores de nêutrons, que são usadas para controlar o reator, homogeneizar a distribuição de potência no núcleo e compensar reatividade excessiva do núcleo durante a queima. Os principais materiais absorvedores utilizados são Boro, Cádmiio, Índio, Prata, Háfnio e Terras Raras. Em reatores PWR, em geral, é utilizada a liga contendo 80% de Prata, 15% Índio e 5% de Cádmiio ou Carbetto de Boro ( $B_4C$ ). Estes materiais são encamisados em tubos de aços inoxidáveis austeníticos soldados aos tampões nas extremidades. As varetas absorvedoras são unidas por uma peça central chamada aranha formando o Elemento de Controle (PERROTTA, 1999; LAMARSH, 1982 e LIU *et al*, 2021).

### 3.1.1.7 Mola de Fixação do Elemento de Combustível

O elemento de combustível é fixado à placa inferior, intermediária e superior do núcleo apenas por meio de compressão, utiliza-se uma mola de fixação no bocal superior para permitir expansões diferenciais entre o elemento de combustível e os elementos internos do reator (PERROTTA, 1999; SUNDARAM, 1989; FROST, 1982 e LAMARSH, 1982).

Os aços inoxidáveis são utilizados em reatores por possuírem maior resistência mecânica que o zircaloy, tornando assim menos susceptível a danos, devido à interação mecânica entre a pastilha de combustível e o revestimento. O aço inoxidável é também

menos susceptível que o zircaloy à corrosão sob tensão por produtos de fissão gerados no combustível (SUNDARAM, 1989 e FROST, 1982 e GATTU *et al*, 2022).

## 3.2 Liga de Níquel - *Inconel 718*

### 3.2.1 Características Principais

O *Inconel 718* é uma liga de grande aplicação na indústria mundial. O desenvolvimento desta liga teve início na década de 1959, pela empresa International Nickel, conhecida como INCO. O *Inconel 718* é uma liga a base de níquel, ferro e cromo da classe das endurecidas por precipitação. Nessa liga formam-se compostos intermetálicos que apresentam alta resistência mecânica e bom desempenho em altas temperaturas (OLIVEIRA, 2011).

Este material é utilizado para fabricação da grade espaçadora por ser uma liga: de alta resistência à corrosão, endurecido por precipitação e alta resistência mecânica. A grande vantagem desta liga é o aumento da resistência mecânica por tratamento térmico na qual se tem a precipitação de fases  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$  - tetragonal), principal fase endurecedora, e a fase coerente com a matriz  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ ), que produz menos efeito no endurecimento.

Esta liga, quando submetida à temperatura acima de 1095 °C e resfriada sob condições adequadas de resfriamento rápido deixam em solução sólida os carbonetos e fases intermetálicas. O nióbio é o principal elemento endurecedor pela ocorrência da precipitação das fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$ . O aumento da temperatura de solução sólida dissolve o nióbio dos carbonetos e da fase de Laves de volta para a matriz, o que pode aumentar a precipitação de elementos endurecedores (KUO, 2009 e JANG *et al*, 2022).

A elevada resistência mecânica do *Inconel 718* é obtida por uma complexa combinação de mecanismos de endurecimento, sendo que o mecanismo mais efetivo, segundo CHATURVEDI *et al* (1983) é a precipitação das fases  $\gamma'$  e, principalmente,  $\gamma''$ .

Os principais mecanismos de endurecimento desta liga são:

(a) Aumento de resistência pelo refino do grão e pelas discordâncias - neste mecanismo os contornos de grão são locais de bloqueio ao movimento de discordâncias, já que os dois grãos têm diferentes orientações e dificilmente a discordância encontra um plano para seguir o escorregamento (DIETER, 1988).

(b) Endurecimento por solução sólida - adição de elementos de liga visando a formação de soluções sólidas (substitucionais ou intersticiais) é outra forma de elevar a resistência de metais. A presença de elementos de liga em solução sólida na rede cristalina

auxilia a formação de uma liga mais resistente que o metal puro. Na solução sólida substitucional, os átomos de soluto e do solvente possuem tamanhos similares, os átomos do soluto vão ocupar parte da rede cristalina do átomo solvente. Na solução sólida intersticial, os átomos de soluto são muito menores que do solvente, eles ocupam posições intersticiais na rede cristalina do solvente. Os elementos carbono, nitrogênio, oxigênio, boro e hidrogênio formam soluções sólidas intersticiais (DIETER, 1988 e VALLE, 2010).

Os elementos químicos presentes no Inconel 718 possibilitam obter diferentes microestruturas e aumento de resistência em diferentes temperaturas de tratamento térmico. A seguir são citados os elementos químicos presentes na microestrutura do Inconel 718 (JIANHONG *et al*, 1995) com suas respectivas funções:

(a) Níquel: A principal função é formar a matriz austenítica, permitindo a presença de outros elementos químicos, e acomodar precipitados coerentes na matriz em solução sólida.

(b) Ferro: Ajuda também a formar a matriz, auxilia no processo de endurecimento por solução sólida, sendo fundamental para a precipitação de compostos endurecedores na matriz.

(c) Cromo: Juntamente com o Ni e o Fe, forma a matriz e auxilia no processo de endurecimento por solução sólida, garantindo a estabilidade superficial (resistência à oxidação e à corrosão).

(d) Molibdênio: A principal função é auxiliar no processo de endurecimento por solução sólida na matriz.

(e) Nióbio e Titânio: Causam um pouco de endurecimento por solução sólida. São os principais formadores de intermetálicos ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$  e  $\text{Ni}_3\text{Ti}$ ).

(f) Alumínio: a função principal junto com o Cr é auxiliar na resistência à oxidação, além de formar compostos endurecedores intermetálicos ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ ).

Endurecimento por precipitação de carbeto do tipo  $\text{MC}[(\text{Nb},\text{Ti})\text{C}]$ : Nas ligas de níquel, os carbeto geralmente aumentam a resistência da matriz quando presentes entre os grãos e adicionam resistência a elevadas temperaturas, inibindo o deslizamento nos contornos de grão. Por outro lado, os carbeto podem ser fontes de geração de discordâncias e locais preferenciais de iniciação de trincas por fadiga. Os principais carbeto encontrados nas ligas de níquel são o MC,  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  e o  $\text{M}_6\text{C}$  (SMITH e PATEL (2001).

Endurecimento por precipitação das fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$ : Na liga de Inconel 718, a fase  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ ) é responsável pelo endurecimento por precipitação em menor grau que

a fase  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ). A fase  $\gamma''$  é mais efetiva no endurecimento, para a mesma fração volumétrica de  $\gamma'$ , pois de acordo com CHATURVEDI *et al* (1983), a fase  $\gamma''$  possui um valor mais elevado de energia de contorno de anti-fase, logo, maior a energia necessária para a discordância cruzar a fase e maior o efeito do endurecimento.

As juntas de tiras de *Inconel 718* são brasadas com MA a base de NiCrP e fazem a sustentação mecânica da grade espaçadora do elemento de combustível do tipo PWR. O *Inconel 718* é normalmente utilizado na condição como solubilizada e envelhecida. As condições exatas dos tratamentos dependem de cada aplicação e dos níveis de propriedades requeridos (JANG *et al*, 2022).

### 3.3 Brasagem

#### 3.3.1 Processo de Brasagem

O processo de brasagem é uma técnica antiga de união de materiais. Na literatura são encontrados relatos de materiais brasados no ano 1475 A.C. no Egito, onde possuem evidências que, os antigos egípcios juntavam ouro e prata utilizando ligas com cobre para diminuir a temperatura de fusão do conjunto. Na década de 1930, Handy e Harman nos Estados Unidos desenvolveram metais de adição para brasagem em baixa temperatura em sistemas contendo prata ( $\text{AgCuZnCd}$  e  $\text{AgCuP}$ ). A partir da segunda guerra mundial foram desenvolvidos metais de adição à base de níquel para atender às demandas da indústria aeroespacial. (BRAZING HANDBOOK, 1991; WAY *et al*, 2019 e LI *et al*, 2021).

A brasagem é um processo térmico para a junção e revestimento de materiais metálicos com a ajuda de um MA fundido na maioria dos casos mediante o emprego de meio fluxante e/ou gás de proteção da brasagem. Ao contrário da soldagem, o MA na brasagem é de diferente composição química e tem ponto de fusão mais baixo do que o material de base (MB). A temperatura solidus do MB não é atingida. O MA da brasagem é constituído de metais puros ou ligas. As formas comerciais comuns são arames, varetas, chapas, fitas, barras, pós, pastas ou peças conformadas (BRAZING HANDBOOK, 1991; LI *et al*, 2021 e HUANG *et al*, 2022).

Segundo a AWS (American Welding Society) a definição de brasagem é: “processo de união de materiais com adequado aquecimento, sendo utilizado um MA cuja temperatura de fusão é superior a  $450\text{ }^\circ\text{C}$  e inferior a  $T_{\text{solidus}}$  dos MB. O MA preenche a folga entre os MB por efeito de capilaridade” (WELDING HANDBOOK, 1987).

A interação entre o MA fundido e os MB resulta no estabelecimento de uma ligação metalúrgica, quando o MA solidifica. Os processos metalúrgicos e químicos, básicos e complexos ocorrem na junta e nas superfícies dos materiais envolvidos.

Os limites de temperatura do processo de brasagem são determinados conforme a temperatura de fusão dos materiais de brasagem. Temperatura de até 450 °C é considerada brasagem fraca para materiais de baixo ponto de fusão como chumbo, bismuto e estanho. A partir de 450 °C é considerada brasagem forte para materiais como magnésio e alumínio. Para temperaturas acima de 900 °C é chamada de brasagem em alta temperatura, na qual não utiliza fluxante e é realizada em vácuo ou atmosfera inerte. Os principais materiais brasados nesta temperatura são o ferro e níquel (OKUMURA *et al*, 1982; LI *et al*, 2021 e HUANG *et al*, 2022).

A brasagem é utilizada em inúmeras aplicações devido à capacidade de unir materiais de naturezas distintas, com pequenas seções transversais, utilizados em autopeças, refrigeradores, trocadores de calor e componentes eletrônicos, aeronáuticos e aeroespaciais. Possui a vantagem de permitir a união de materiais diferentes, tais como metais e cerâmicas, que é de difícil execução por outra técnica de soldagem (BRAZING HANDBOOK, 1991 e LI *et al*, 2021).

A atmosfera de brasagem é importante na qualidade da junta brasada. As diferentes atmosferas empregadas no processo de brasagem levam em conta o tipo de junta requerida, isto porque, os diferentes elementos presentes nos materiais que compõem a junta reagem de maneira diferente, quando expostos às diferentes atmosferas. As atmosferas de brasagem podem ser divididas em quatro tipos: oxidante, redutora, inerte e vácuo (JAHANZEB, 2012 e LI *et al*, 2021).

O ar é considerado uma atmosfera oxidante. A principal razão para usar esta atmosfera é o fácil acesso à junta a ser brasada e não são necessárias configurações especiais para manuseio e montagem de sistemas de gás. No entanto, o inconveniente desta atmosfera é a oxidação do MB e do MA quando expostos à alta temperatura. A oxidação pode ser evitada utilizando fluxos de brasagem que removem os filmes de óxido de forma física e química. Este fluxo pode fazer parte da composição do MA ou ser aplicado de forma separada. Esta atmosfera é adequada para elementos que não formam óxidos ou tem óxidos menos estáveis à alta temperatura como Au, Ag e outros metais nobres (JAHANZEB, 2012 e LI *et al*, 2021).

A atmosfera redutora é obtida quando se utiliza um gás com capacidade de redução. Estes gases podem reduzir óxidos formados na superfície do metal. Esta

atmosfera para brasagem pode ser utilizada, se a pressão parcial de oxigênio no vácuo ou na atmosfera inerte não puder ser baixada o suficiente para reduzir o óxido. Os gases mais comuns utilizados nesta atmosfera são o hidrogênio, o monóxido de carbono e a amônia dissociada. Nesta atmosfera, a pressão parcial de oxigênio pode ser reduzida, por aumento de CO e diminuição do teor de CO<sub>2</sub> no forno. A desvantagem desta atmosfera é a geração de gás hidrogênio que, pode ser explosivo em alta temperatura e fragilizar alguns metais (JAHANZEB, 2012).

Na atmosfera inerte são usados gases que não reagem com os materiais que compõem a junta, tais como o argônio e o hélio. Esta atmosfera é particularmente eficaz para o material de adição que possui elementos voláteis quando submetidos à alta temperatura, baixa pressão e ciclos térmicos de longos períodos. (PEASLEE, 2003 e LI *et al*, 2021).

A brasagem em vácuo fornece uma atmosfera protetora para o MA (DRACH, 1974 e LI *et al*, 2021). A oxidação do MA é dependente da pressão parcial de oxigênio presente na atmosfera, por meio do Diagrama de *Ellingham* esta pressão parcial de oxigênio pode ser calculada para um metal específico numa determinada temperatura. À medida que se diminui a pressão da atmosfera no forno, a pressão parcial de oxigênio é reduzida e pode limitar a oxidação de determinado metal ou começar a reduzir os metais que formam óxidos. Uma desvantagem desta atmosfera na brasagem é que o MA contendo elementos voláteis não pode ser utilizado. Estes elementos corroem a câmara de brasagem e contaminam o óleo da bomba. Muitos metais possuem baixa pressão de vapor à temperatura ambiente, mas em altas temperaturas acima de 1000 °C e baixa pressão, a pressão de vapor aumenta e os torna voláteis (JAHANZEB, 2012).

### 3.3.2 Aspectos Físicos e Químicos da Brasagem

De acordo com CHRISTENSEN *et al* (1974) e LI *et al* (2021), a brasagem de ligas de níquel a base Ni-Cr-Fe, com elementos de liga reativos, tais como, tântalo, titânio e nióbio sem tratar a superfície do MB requerem temperaturas superiores a 1075 °C e vácuo melhor que 10<sup>-5</sup> mmHg. A brasagem em altas temperaturas pode aumentar o grão dos MB e reduzir a resistência mecânica da junta.

Uma forma de proteger a superfície da liga de *Inconel* contra a oxidação e diminuir a temperatura de brasagem é recobri-la com uma fina camada de níquel. O revestimento das tiras de *Inconel* pode ser feito por eletrodeposição de íons de níquel na superfície do material. O processo de eletrodeposição consiste em etapas de desengraxe e



de decapagem eletrolítica com posterior eletrodeposição em banhos eletrolíticos. A camada de níquel é dependente da concentração do banho de eletrodeposição, agitação do banho e da corrente elétrica aplicada.

Conforme BATTENBOUGH (2011), o uso de vácuo na brasagem auxilia na remoção de óxidos da superfície. O efeito é observado na brasagem em vácuo de aços inoxidáveis austeníticos com a dissociação do óxido de cromo da superfície, permitindo um bom fluxo do MA. Enquanto óxidos de ferro, níquel e cromo são facilmente dissociados sob condições de vácuo em altas temperaturas, os óxidos de alumínio e titânio não são dissociados facilmente. Os óxidos na superfície do MB interferem no fluxo de MA e evitam a brasagem.

O objetivo principal do revestimento por eletrodeposição de níquel é proteger a superfície da tira durante o processo de brasagem em forno a vácuo. A camada de níquel protege contra oxidação, a fim de facilitar os fenômenos de fluidez e molhamento do MA, além de manter uma interface adequada para o processo de difusão entre a tira e a pasta de brasagem (LI *et al*, 2021).

A molhabilidade do MB pelo MA é necessária para promover coesão entre estas partes e, assim, desenvolver uma junta com requisitos estabelecidos. Tanto a molhabilidade, quanto a fluidez do MA são influenciados por: reações químicas que ocorrem na interface MB/ MA, pela própria pasta de brasagem e pela geometria da junta.

A tensão de superfície é definida como o fenômeno físico que ocorre na interface entre duas faces. Assim, a tensão superficial,  $\gamma$ , é o trabalho necessário para aumentar a área de superfície ( $dW$ ), por unidade de área ( $dA$ ) e é dada pela fórmula:  $\gamma = dW/dA$  [ $J/m^2$ ]. A tensão de superfície provoca a forma esférica de pequenas gotas de água, como o orvalho ou por um inseto ou um palito na posição horizontal repousar sem afundar na água (MEDEIROS, 1999).

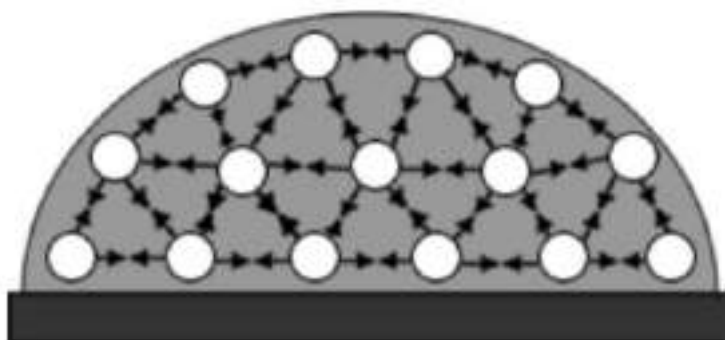
As propriedades físicas na interface entre dois materiais mudam em razão das distâncias quando, comparada à escala de separação em nível molecular. Uma molécula na interface quando exposta a um ambiente diferente do que no interior do material tem alteração na sua energia de ligação. Portanto, as moléculas numa superfície líquida livre, em contato com o gás têm ligações mais fracas do que aquelas no interior do líquido (*bulk*). Embora a tensão superficial esteja presente em todas as interfaces, ela é mais importante em locais com menor volume de líquido (MEDEIROS, 1999 e YUAN, 2013).

No caso da região de interface entre líquidos e gases e entre diferentes líquidos são regiões de características diferentes daquelas do interior destes meios. Os átomos

presentes em meios sólidos, gasoso ou líquido apresentam comportamentos físicos distintos, em razão das forças de atração/repulsão existentes entre eles. O mesmo ocorre com átomos presentes no interior de uma gota ou em uma superfície. Essa interação atômica está diretamente ligada ao seu número de coordenação, ou seja, ao número de partículas que circundam um único átomo. Os átomos do interior de um líquido possuem maior número de coordenação e interagem com um número maior de vizinhos que os átomos da superfície.

A tensão de superfície ou energia de superfície pode ser entendida como a relação de forças que agem de forma diferente na superfície de um líquido se comparado com as forças internas. As moléculas internas equilibram suas forças de atração molecular em todas as direções. Já nas moléculas da superfície não há esta simetria de forças o que é compensado pela tensão de superfície, o que gera uma maior energia na superfície do líquido em questão (YUAN, 2013, BELAUD, 2014 e PROBSTEIN, 1989). Na Figura 6 são observadas as forças de interação das partículas no interior do líquido.

**Figura 6 – Forças de interação entre partículas no interior de um líquido.**



**Fonte: Ferreira, 2013.**

O conceito de energia de superfície pode ser mais compreendido usando um líquido como exemplo. Átomos e moléculas do líquido podem se mover livremente procurando ocupar uma posição de menor energia potencial. Átomos ou moléculas no interior do líquido estão em equilíbrio, uma vez que, as forças de atração e repulsão atuam em todas as direções. Por outro lado, as partículas na superfície do líquido experimentam apenas forças dirigidas para dentro, assim as superfícies são sempre regiões de maior energia. A diferença entre as energias de superfície e do interior do material denomina-se de energia de superfície ou tensão interfacial. De acordo com o princípio da menor energia, a natureza tende ao estado de mínima energia. É por esta razão, que uma gota de água tende à forma esférica, pois esta é a forma geométrica de igual volume com a menor área

de superfície. Da mesma forma, a adesão de um material sobre outro é melhor quando maiores forem as energias de superfícies envolvidas.

A capilaridade é a tendência, que algumas substâncias apresentam de subirem ou descerem por paredes de tubos finos ou de se deslocar entre duas superfícies com uma distância ideal. Este mecanismo permite que os fluidos se desloquem contra a gravidade. Um líquido, ao entrar em contato com uma superfície sólida, é submetido a duas forças que não atuam no mesmo sentido, chamadas de coesão e de adesão. A força de coesão mantém as moléculas do líquido unidas (atração intermolecular) e a força de adesão conserva a atração das moléculas do líquido com as do sólido. Assim, as moléculas de um líquido conseguem se aderir às paredes internas de um tubo (adesão) e arrastam outras moléculas por coesão, o que resulta no fenômeno da capilaridade. A ação das forças capilares é prejudicada com a distância entre as superfícies, na qual existe um valor limite para ocorrer o fenômeno de capilaridade.

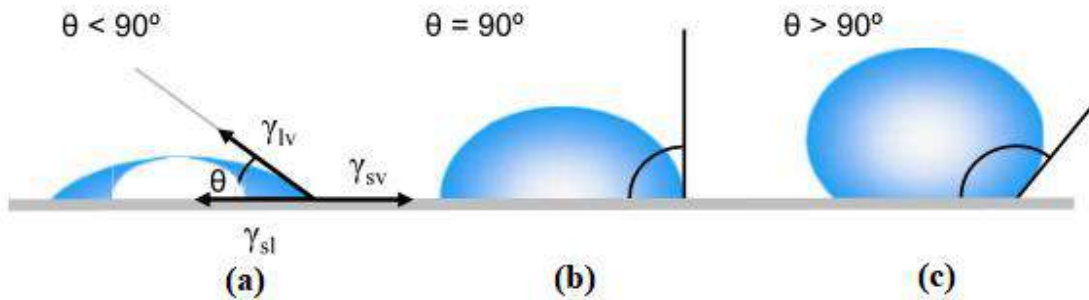
As forças de adesão e de coesão têm um papel de extrema importância nos conceitos de tensão superficial e molhabilidade. As forças de coesão são aquelas forças intermoleculares, tais como, as ligações de hidrogênio e as forças de Van Der Waals que causam uma tendência no líquido de resistir à separação. Essas forças de atração existem entre moléculas de mesma substância. As forças de adesão são forças de atração entre moléculas diferentes, elas são causadas por forças que atuam em diferentes substâncias, tais como as forças mecânicas e as forças eletrostáticas. Quando as forças de adesão são mais fortes que as de coesão, inicia-se a ação capilar entre o metal líquido e metal sólido.

Numa junta de brasagem adequada, o MA fundido é levado para dentro da área da junta sem deixar vazios ou lacunas. A ação capilar resulta no fenômeno em que a tensão superficial faz com que o MA fundido seja puxado para a área das superfícies paralelas na brasagem. A capilaridade é o resultado da tensão superficial entre MB, MA, fluxo ou atmosfera e o ângulo de contato entre MB e MA. Na prática, as características de fluxo do MA também são influenciadas por considerações dinâmicas envolvendo viscosidade, pressão de vapor, gravidade e reações metalúrgicas entre material de adição e material de base.

O estudo da molhabilidade envolve a medida do ângulo de contato e indica o nível de molhamento quando um sólido e um líquido interagem. O ângulo de contato “ $\Theta$ ” pode ser definido como o ângulo formado pela interseção da interface líquido-sólido e a interface líquido-vapor e é medido do interior da gota para fora. Conforme é verificado na Figura 7, um pequeno ângulo de contato é observado quando um líquido se espalha sobre

uma superfície e quando não há o espalhamento do líquido é observado ângulo de contato maior. As energias de superfície sólido/líquido ( $\gamma_{SL}$ ), sólido/vapor ( $\gamma_{SV}$ ) e líquido/vapor ( $\gamma_{LV}$ ) estão indicadas na Figura 7(a) (YUAN *et al*, 2013).

**Figura 7 – Ilustração de ângulo de contato formada por gota de líquido sobre uma superfície sólida, (a) ângulo de molhamento menor que 90°, (b) ângulo de molhamento igual a 90° e (c) ângulo de molhamento maior do que 90°.**



Fonte: Yuan *et al*, 2013.

O ângulo de contato menor que 90° indica que o molhamento é favorável e o fluido se espalha sobre uma grande área da superfície, enquanto ângulos de contato maiores que 90° geralmente indicam um molhamento da superfície desfavorável, assim o fluido minimiza seu contato com a superfície e forma uma gota de líquido (QUÉRÉ, 2008 e ALGHUNAIM, 2015).

O molhamento completo ocorre quando o ângulo de contato tende a 0°, à medida que a gota se transforma numa poça plana. Para superfícies hidrofóbicas, o ângulo de contato geralmente é maior que 150°, mostrando quase nenhum contato entre a gota e a superfície. O ângulo de contato se relaciona às tensões superficiais sólido/líquido ( $\gamma_{SL}$ ), sólido/vapor ( $\gamma_{SV}$ ) e líquido/vapor ( $\gamma_{LV}$ ) por meio da equação de Young (1) (ALGHUNAIM *et al*, 2015).

$$\cos\theta = (\gamma_{SV} - \gamma_{SL})/\gamma_{LV} \quad (1)$$

Na equação de Young é assumido que a superfície é homogênea e lisa obtendo assim um único ângulo de contato. Os materiais reais não apresentam superfície perfeitamente lisa e a rugosidade proporciona uma gama de ângulos de contato entre os sulcos. Pela análise da equação (1) pode-se perceber o favorecimento ou o prejuízo do molhamento de um substrato, por meio de fatores que influenciam as tensões de superfície. Portanto, o molhamento é favorecido com o aumento de  $\gamma_{SV}$  e com as diminuições de  $\gamma_{SL}$  e  $\gamma_{LV}$ . Os fatores que aumentam  $\gamma_{SV}$  estão ligados à limpeza da superfície. A eliminação de

impurezas e óxidos adsorvidos na superfície do sólido e a utilização de uma atmosfera (atmosferas redutoras) melhoram o molhamento sobre a superfície.

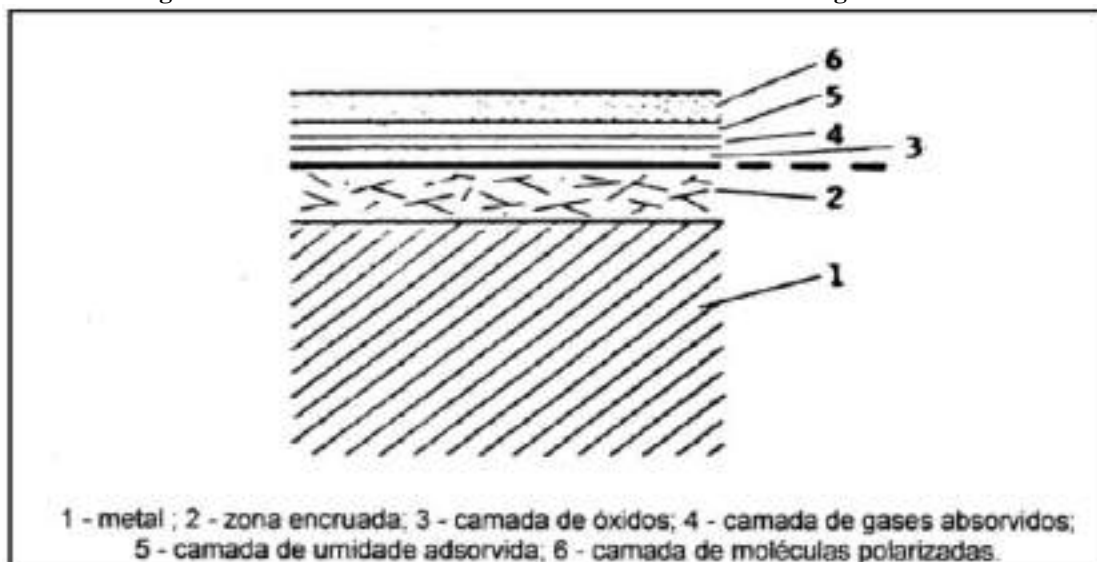
A partir do valor para o ângulo de contato é possível definir o grau de molhabilidade de uma superfície. Caso a tensão de superfície do sólido em equilíbrio com o vapor seja superior à tensão de superfície entre o sólido e o líquido ( $\gamma_{SV} > \gamma_{SL}$ ), na equação de Young, o  $\cos\Theta$  é positivo e o ângulo de contato é inferior a  $90^\circ$ . Neste caso, diz-se que o líquido molha parcialmente a superfície, obtendo-se uma superfície hidrofílica. Na situação inversa, quando  $\gamma_{SV} < \gamma_{SL}$ , os valores de  $\cos\Theta$  são negativos, o ângulo de contato é superior a  $90^\circ$  obtém-se uma superfície hidrofóbica, onde o líquido não molha o sólido. Existem situações que se referem a superfícies super-hidrofílicas, quando o ângulo de contato é inferior a  $10^\circ$  e às superfícies super-hidrofóbicas para o ângulo de contato maior do que  $150^\circ$  (FERREIRA, 2013).

O molhamento do MB por um MA depende das condições de superfície do MB. A superfície deve estar isenta de contaminantes, graxa ou óleo, pois estes formam resíduos durante o aquecimento na brasagem, que reduzem a molhabilidade. Uma limpeza, seguida de um banho de desengraxe em solventes industriais pode anteceder a operação de brasagem. A superfície de um material metálico após a limpeza caracteriza-se por apresentar diferentes camadas, quando exposta ao ar, conforme representação da Figura 8. Estas camadas são muito pequenas, da ordem de nanômetros (nm), sendo invisíveis ao olho nu (DORN, 1985 e KOGI *et al*, 2014).

Na Figura 8, as camadas 4, 5 e 6 são compostas por moléculas de gases e umidade presos à superfície do metal por ligações de baixa intensidade, que se desprendem facilmente por aquecimento, não representando qualquer empecilho à brasagem. O problema para a brasagem ocorre pela presença da camada 3, que são óxidos dos elementos do MB. Estes óxidos não são molhados pelo MA fundido, devendo, assim serem removidos para a realização da brasagem. As camadas 1 e 2 representam o MB, compostas pelos diferentes átomos e os defeitos cristalinos, tais como discordâncias, que aparecem em maior densidade na região encruada. A remoção dos óxidos da superfície do MB é essencial para a realização da brasagem. Considerando-se que o ciclo de aquecimento da brasagem pode acentuar a oxidação na superfície do MB e do MA, quando este é realizado na presença de oxigênio ou vapor de água, sendo necessário evitar este fenômeno. Agentes fluxantes atuam visando viabilizar o molhamento dos MB a serem unidos pelo MA, isto é, conseguido pela proteção contra a oxidação da superfície dos MB durante o ciclo de

aquecimento de brasagem, além da remoção de óxidos presentes na superfície (DORN, 1985).

Figura 8 – Camadas sobre o material a ser submetido à brasagem a vácuo.



Fonte: Adaptado de Dorn (1985).

Quanto maior o espalhamento observado numa superfície, menor é o ângulo de contato e maior a molhabilidade do MA sobre o MB. A molhabilidade depende das tensões de superfície, quanto maior  $\gamma_{SV}$  (essa tensão “arrasta” a gota para fora) e quanto menores forem  $\gamma_{SL}$  e  $\gamma_{LV}$  (essas duas tensões combinadas, “arrastam” a gota para dentro). Assim, as condições de molhabilidade melhoram quando se maximiza a tensão Sólido-Vapor e minimizam-se as tensões Líquido-Vapor e Sólido-Líquido (DORN, 1985 e OKIMOTO, 1999).

A tensão de superfície  $\gamma_{SV}$  varia para os diferentes materiais, sendo reduzida pela presença de impurezas e óxidos na superfície que afetam a molhabilidade. Este é um ponto importante para o mecanismo de remoção de óxidos exercido pelos fluxos de brasagem. A tensão superficial  $\gamma_{SV}$  depende, em especial, da atmosfera de brasagem. Para metais puros,  $\gamma_{SV}$  é inversamente proporcional ao aumento da temperatura. Em ligas metálicas, além da temperatura, a tensão superficial  $\gamma_{SV}$  depende da atividade exercida pelos componentes da liga. Ligas eutéticas são muito utilizadas em brasagem pelas características da liquefação e solidificação. A tensão superficial  $\gamma_{SL}$  depende da afinidade entre o MB e o MA. Por afinidade entenda-se a formação de solução sólida ou fases intermetálicas entre estes, que resultam em diminuição da  $\gamma_{SL}$  (DORN, 1985).

Na brasagem, as forças de adesão entre o sólido e o líquido são maiores que as forças de coesão do líquido. De acordo com a ASM (2003), a molhabilidade pode ser ilustrada pela imersão de um sólido num líquido e uma camada fina do líquido que adere sobre o sólido após ser retirado do meio líquido. A molhabilidade é o espalhamento do MA líquido (fundido) sobre a superfície do MB em vez de ficar concentrado em locais da superfície (ASM, 2003).

O molhamento de sólidos por líquidos ocorre por meio da dissociação completa ou parcial das ligações interatômicas dos sólidos. Na falta de reação ou transporte de massa dos átomos através da interface sólido-líquido, a energia atrativa para o molhamento é a interação física como as forças de Van Der Waals. Neste caso, o molhamento é definido pelo ângulo de contato  $\theta$  mostrado na equação de Young (1) e sob condições não reativas. O molhamento ocorre quando  $\gamma_{SV} > \gamma_{SL} > \gamma_{LV}$  (BUSCHINELLI *et al*, 2003 e ANEZIRIS *et al*, 2005).

Em superfícies reativas, durante a molhabilidade, pode ocorrer a reação química entre o substrato sólido e o metal líquido. Alguns efeitos podem ser observados, tais como, a dissolução do substrato para dentro da gota líquida, afetando o molhamento e redução do ângulo de contato, além da formação de produtos de reação na interface que possuem diferentes propriedades se comparadas ao substrato inicial, proporcionando um aumento no espalhamento do líquido sobre o sólido (RIBEIRO e LUZ, 2006; SOBCZAK *et al*, 2006). Outros autores (RIBEIRO e LUZ, 2006, CHIDAMBARAM, 1996) afirmam que, a medida do ângulo de contato é definida pelo produto de reação e não pelo substrato sólido em si, uma vez que, em alguns casos o líquido fica em contato direto com esta nova fase formada na interface.

As reações na interface levam à formação de camadas contínuas de um novo composto que podem melhorar o molhamento ou piorar o processo. Isso depende da molhabilidade pelo metal líquido do novo composto em comparação com a molhabilidade do substrato sólido inicial. Em alguns casos, as reações na interface também podem melhorar a molhabilidade por meio da remoção de barreiras de molhamento (principalmente filmes de óxido) existentes na superfície de substratos úmidos (DEZELLUS e EUSTATHOPOULOS, 2010). Ligas a base de níquel contendo titânio e alumínio formam óxidos complexos na superfície livre e em quantidades suficientes pode inibir a molhabilidade e conseqüentemente a brasagem destas ligas (BATTENBOUGH *et al*, 2011).

A união de dois materiais necessita de uma interface onde ocorra a ligação. A natureza dessa ligação pode ser química, física ou mecânica. Processos de união que acontecem por ligações físicas ou químicas, como difusão em estado sólido e brasagem, são regidas pelo princípio termodinâmico geral, no qual ocorre a redução de energia total do sistema, por eliminar duas superfícies para formar uma interface. Na união de materiais dissimilares existe um gradiente de potencial químico na interface (CAWLEY, 1991).

A molhabilidade pode ser física ou química e depende da natureza da ligação entre sólido e líquido. O molhamento físico ocorre quando as forças de Van Der Waals atuam na interface. A molhabilidade química ocorre em reações químicas entre sólido e líquido, resultando em fortes ligações responsáveis pela molhabilidade. A molhabilidade física e química diferem na magnitude da energia de ligação, 1 - 10 J/mol para o primeiro e 10 - 100 J/mol para o último (CHIDAMBARAM *et al*, 1992 e HADIAN, 1993).

A energia livre total de um sistema pode ser expressa pela equação (2) como:

$$G = G^{\circ} + A \cdot \gamma \quad (2)$$

onde A é a área de interface, G é a energia livre por unidade de área, ou seja, o excesso de energia devido à presença de uma interface e  $G^{\circ}$  é a energia livre do sistema assumindo que as propriedades da superfície e do volume do material são idênticas. Numa interface líquido-vapor a pressão e temperatura constantes, a superfície contendo energia livre exerce uma tensão superficial no líquido. O termo superfície é usado a área formada entre a fase condensada (sólida ou líquida) e uma gasosa. Interface refere-se ao sistema envolvendo apenas fases condensadas. A energia e a reatividade dos átomos e moléculas nas superfícies ou interfaces são maiores do que no interior do material. Essa energia armazenada é chamada de energia interface ou superfície (HADIAN, 1993; PASK, 1986 e MARTORANO, 2001). A tensão produzida em átomos ou moléculas na interface líquido/vapor é resultado de forças de atração e repulsão desequilibradas e entendidas por tensão de superfície. A energia de superfícies sólidas é difícil de ser quantificada e interpretada teoricamente (MARTORANO, 2001).

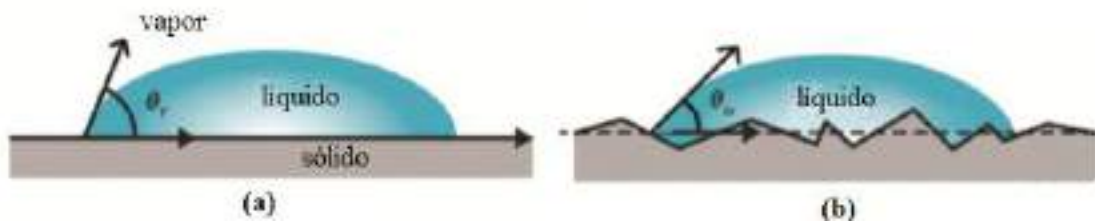
A superfície da maioria dos sólidos é naturalmente rugosa, muitas vezes em escala micrométrica. Os processos de fabricação podem gerar “estrias” ou microsulcos na superfície do material. Os materiais resultantes de conformação mecânica e de compactação de grãos podem gerar rugosidade e aqueles materiais que utilizam camada de



revestimento para proteção podem apresentar rugosidade produzindo micro gotas na superfície (QUÉRÉ, 2008).

A molhabilidade das superfícies depende das propriedades químicas do líquido, mas também pode ser fortemente afetada pela superfície rugosa. A primeira aproximação foi feita por Wenzel, esta teoria foi baseada na proposição de que a área da interface sólido/líquido é maior em superfície rugosa quando comparado com uma superfície lisa projetada (WU *et al*, 2016). Na Figura 9 observa-se de forma esquemática o ângulo formado entre a gota e a superfície (BIOLIN SCIENTIFIC, 2015 e WU *et al*, 2016).

**Figura 9 – Esquema representativo do ângulo de molhamento, (a) Superfície lisa e (b) superfície rugosa.**



Fonte: Biolin Scientific, 2015.

A teoria de Wenzel pode ser correlacionada por meio da equação (3):

$$\cos\theta_m = r \cdot \cos\theta_y \quad (3)$$

Na equação (3),  $\theta_m$  é o ângulo de contato aparente,  $r$  é a relação entre a área de superfície rugosa real e a superfície perfeitamente lisa e  $\theta_y$  é o ângulo de contato correspondente à superfície lisa (ângulo da equação de Young). De acordo com Wenzel, a relação da equação (3) pressupõe que a rugosidade aumenta a molhabilidade da superfície.

Existem dois métodos de medir ângulo de contato que envolve a medida do perfil da gota de líquido ou de uma bolha sobre superfície sólida. Eles são conhecidos como métodos da gota séssil e método da bolha cativa, respectivamente (CUNHA *et al*, 2020).

No método da gota séssil, uma gota de um líquido purificado é depositada sobre a superfície de um sólido, por meio de uma micro seringa. A gota é observada por meio de um microscópio de baixo aumento e o ângulo de contato resultante é medido por um goniômetro. Este tipo de medida é usualmente chamado de estática (CUNHA *et al*, 2020, CHAN, 1994).

No método da bolha cativa, uma amostra é imersa num líquido, tal como água. Uma bolha de ar ou a gota de um líquido, com menor densidade e imiscível no líquido, onde a amostra está imersa e é liberada por uma micro seringa sob a superfície sólida. A bolha de ar ou a gota de líquido flutua e toca a superfície da amostra, formando a interface. O ângulo de contato formado pela gota de líquido ou bolha é medido por um telescópio ajustado com um goniômetro ou uma câmera de vídeo (CHAN, 1994, CUNHA *et al.*, 2020).

### **3.4 Material de Adição (MA)**

A seleção do MA para brasagem depende de alguns pontos principais, tais como: propriedades do MA, projeto da junta, requisitos de serviço, composição do MB, disponibilidade e custo. Quando se analisam as propriedades do MA, o ponto de fusão e o intervalo de fusão são determinantes para a escolha do MA. Composições eutéticas fundem-se numa temperatura específica, enquanto, outras composições acontecem dentro do intervalo de fusão, assim pode ser determinado se o material flui de uma só vez ou ao longo de um intervalo de temperaturas (WEINSTEN, 2001 e AHN, 2021).

O conhecimento das propriedades de fluidez do MA permite o dimensionamento adequado da folga e das condições de preenchimento da junta. Quanto aos requisitos em serviço, estes incluem a resistência da junta, ductilidade e resistência à corrosão a altas temperaturas. As características de fluxo e propriedades mecânicas da junta final brasada determinam qual MA deve ser utilizado (WEINSTEN, 2001 e AMIRI *et al.*, 2022).

Os MB de ligas de níquel dispõem de uma ampla variedade de MA para atender as diversas necessidades quanto às propriedades mecânicas, temperatura e resistência à corrosão. Os elementos normalmente utilizados como adição nestes materiais são: cromo (Cr), silício (Si), boro (B), fósforo (P), ferro (Fe), manganês (Mn) e cobre (Cu) (LI *et al.*, 2021).

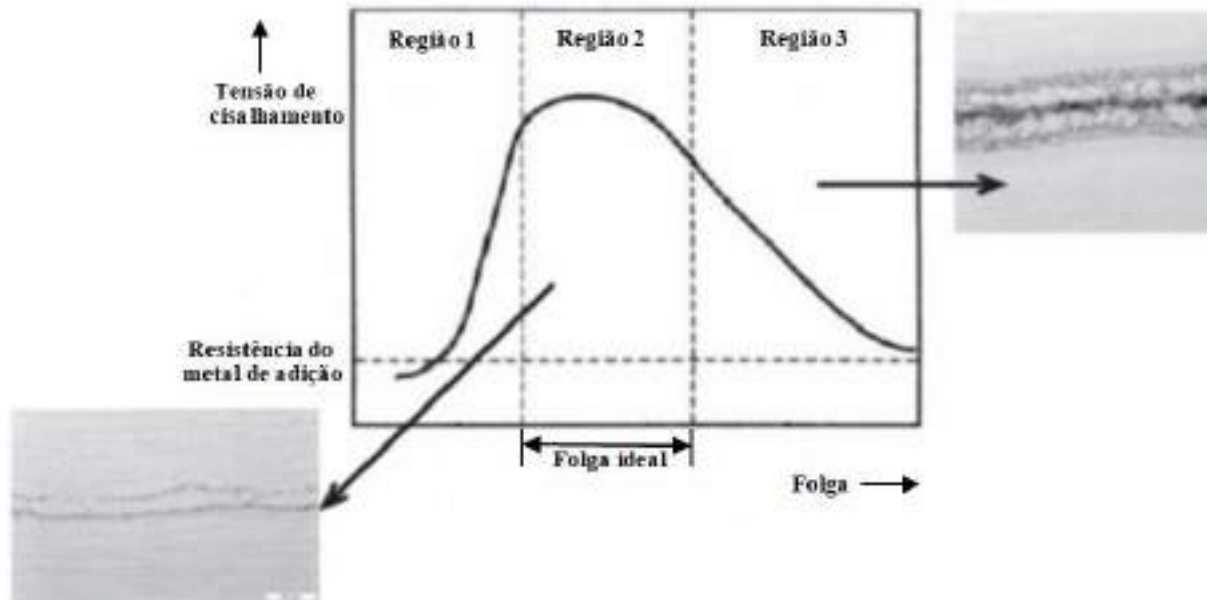
### **3.5 Folga e Junta Brasada e sua relação com Resistência Mecânica**

A variação de elementos de liga contidos no MA a base de níquel promovem a formação de diferentes compostos intermetálicos, tanto na linha central da junta como nas interfaces durante a brasagem. Esses elementos de liga depressores da temperatura de brasagem são os principais formadores de compostos intermetálicos, que constituem junto

com o níquel e o cromo, compostos intermetálicos e estruturas eutéticas com fases duras e frágeis (ZORK *et al*, 2000 e SONG *et al*, 2022), que podem alterar significativamente a resistência mecânica da junta.

Na microestrutura da junta brasada podem aparecer fases frágeis na forma de boretos, silicetos e fosfetos (SAKAMOTO *et al*, 1989 e LV *et al*, 2021), que dependem do elemento presente no MA. A formação destes compostos depende da temperatura e tempo de brasagem, além da folga da junta. A folga é considerada como “folga ideal” quando isenta de eutéticos contínuos no centro da junta (LUGSCHEIDER *et al*, 1983 e GHAFEROKHI, 2021). Na Figura 10 é apresentado o gráfico esquemático da resistência mecânica de uma junta brasada em função da folga ideal.

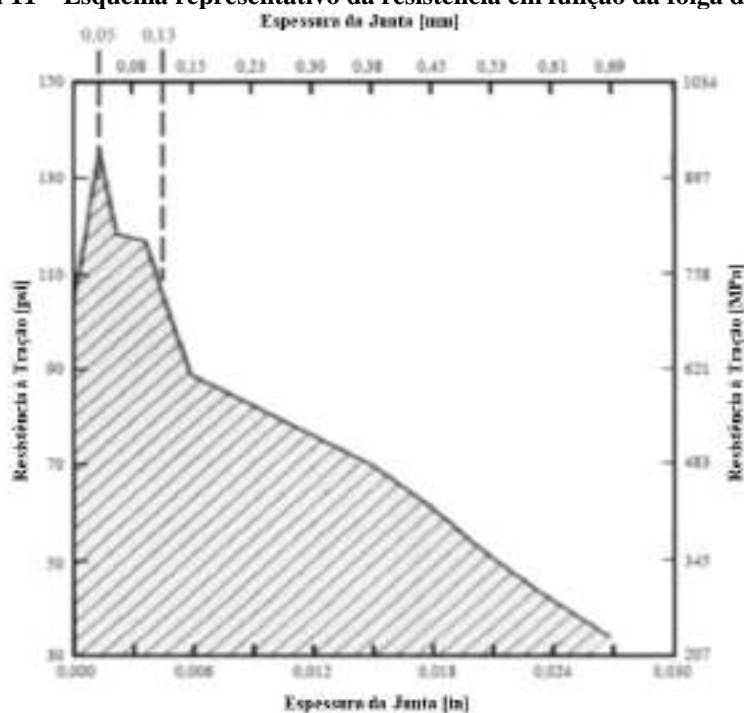
**Figura 10 – Gráfico esquemático da resistência mecânica da junta brasada em função da folga.**



Fonte: Lugscheider *et al*, 1983.

Na Figura 11 pode ser observado o intervalo que define a folga ideal e indica os maiores valores de resistência mecânica. Valores de folgas abaixo ou acima da folga ideal indicam a redução na resistência mecânica.

Figura 11 – Esquema representativo da resistência em função da folga da junta.



Fonte: Schwartz, 1995.

No intervalo de folgas ideais observa-se a formação de uma solução sólida contínua na junta brasada e, caso ocorra a formação de intermetálicos no centro da junta não são contínuos. No caso da folga acima do ideal ocorre a formação de compostos de intermetálicos contínuos no centro da junta, que são duros e frágeis e reduzem a força suportada no ensaio de cisalhamento (CENTENO *et al*, 2013 e LV *et al*, 2021).

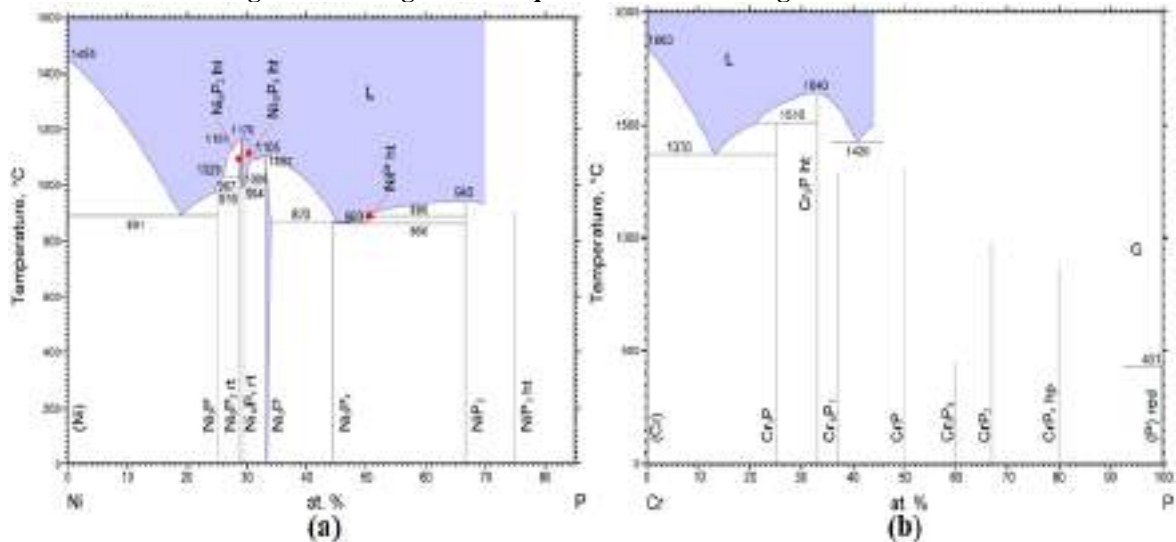
### 3.6 Fases Formadas na Brasagem

Os elementos depressores de temperatura utilizados na brasagem, tais como boro, fósforo e silício, são os principais formadores de compostos intermetálicos e estruturas eutéticas com fases duras e frágeis (ZORC, 2000), que podem alterar a resistência mecânica da junta. Na microestrutura da junta brasada podem aparecer fases frágeis na forma de boretos, silicetos e fosfetos (1989 e HOU *et al*, 2022), que dependem do elemento presente no MA. As formações destes compostos dependem de: temperatura, tempo, material e folga da junta.

As principais fases resultantes de brasagem de ligas de níquel com MA contendo fósforo são os fosfetos: NiP, Ni<sub>3</sub>P, Ni<sub>5</sub>P<sub>2</sub> e Ni<sub>12</sub>P<sub>5</sub> (CHUANG *et al*, 1996 e HOU *et al*, 2022) e os crometos, tais como: Cr<sub>3</sub>P, Cr<sub>2</sub>P, Cr<sub>12</sub>P<sub>7</sub>. Estas fases apresentam dureza diferente do restante da matriz, o que leva a formação de concentradores de tensão na região da junta e tornando-a mais frágil.

No gráfico da Figura 12 é observado o diagrama Ni-P e Cr-P em condições de equilíbrio, indicando o ponto eutético com teor de P em torno de 10% a 20%. A difusão e a dissolução de elementos de liga do MA definem a microestrutura da junta brasada em conjunto com a folga da junta. O enriquecimento de elementos de liga provenientes do MA fundido, interface entre o MB e o MA, é consequência direta da temperatura e do tempo de brasagem. No entanto, estes elementos formam compostos intermetálicos frágeis na junta brasada diminuindo a tenacidade da junta, quando a folga entre os materiais base for superior a 50  $\mu\text{m}$  (LUGSCHEIDER *et al*, 1989 e NAALCHAIAN *et al*, 2021).

**Figura 12 – Diagrama de equilíbrio de fases da liga Ni-P e Ni-Cr.**



Fonte: (a) Schmetterer *et al*, 2009 e (b) Venkatraman e Neumann, 1990.

### 3.7 Dissolução de Material Base (MB)

A solubilidade do MB no MA resulta na sua dissolução (NYLÉN *et al*, 1985 e KAY, 2019). A reação sólido-líquido não é apenas importante para o fluxo do MA líquido, mas também para as propriedades da junta. Em razão da intersolubilidade entre o MA e o MB na região da junta, novas fases são formadas na interface do MA e do MB ou dentro do MA, que provocam mudanças nas propriedades da junta (ZHANG *et al*, 2004 e NAALCHAIAN *et al*, 2021). A cinética de solubilidade do MB no MA é explicada por Nerst-Shchukarev, por meio da equação (4).

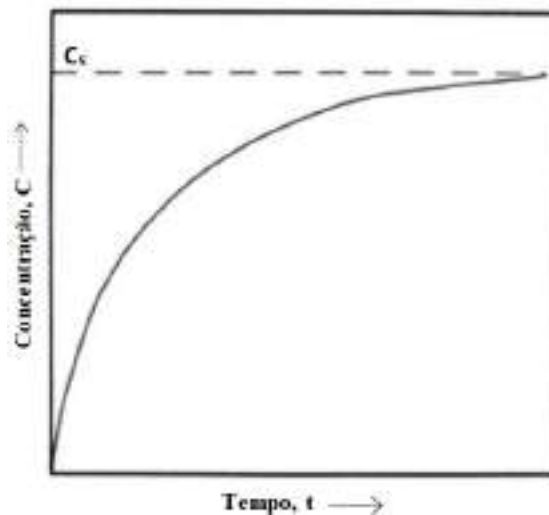
$$\frac{dC}{dt} = \frac{KA(C_S - C)}{V} \quad (4)$$

Na equação (4),  $C$  representa a concentração instantânea do MB dissolvido na interface,  $C_s$  é o limite máximo de MB que pode ser dissolvido no MA em uma temperatura específica,  $A$  é a área molhada pelo MA,  $t$  é o tempo,  $K$  é a taxa de dissolução constante e  $V$  é o volume de metal fundido. Aplicando as condições iniciais como  $C = 0$  e  $t = 0$  e integrando a equação (4) obtém-se equação (5) (JAHANZEB, 2012).

$$C = C_s \left[ 1 - \exp\left(\frac{-KAt}{V}\right) \right] \quad (5)$$

Na equação (5) é mostrada que a concentração de MB no MA aumenta com o tempo de maneira exponencial inversa, conforme representado na Figura 13.

**Figura 13 – Gráfico representativo da concentração do MB no material de adição em função do tempo.**



Fonte: Jahanzeb, 2012.

Na Figura 13 observa-se que inicialmente a quantidade de dissolução do MB no MA fundido é alta, mas quando se aproxima do equilíbrio ou da quantidade máxima dissolvida, a taxa de dissolução começa a diminuir. Como a condição de equilíbrio é alcançada dentro do ciclo de brasagem, a mudança de composição pode ser prevista pelo diagrama de fases. A dissolução de material também pode prever a profundidade da erosão no MB. Após o processo de brasagem, a dissolução de MB cessa, em razão de o MA alcançar o equilíbrio e pela difusão em estado sólido ser duas vezes mais lenta que no sólido-líquido (HUMPSTON, 1993).

### 3.8 Difusão na Brasagem

O fenômeno de difusão em sólidos é mais limitado do que em líquidos e gases, mas é de relevante importância. Apesar da limitação da difusão em metais sólidos, este fenômeno é muito importante para a maioria de reações em estado sólido. Nos sólidos, as forças de ligação atômicas são elevadas e existem posições de equilíbrio bem definidas limitando o fenômeno de difusão. No entanto, vibrações atômicas nos sólidos de origem térmica possibilitam a movimentação limitada de átomos. Os átomos se movimentam numa estrutura cristalina de uma posição atômica para outra, quando tiver energia de vibração em quantidade suficiente e haver posição atômica vazia ou defeitos na estrutura cristalina. Com elevação da temperatura aumentam-se, a quantidade de defeitos (vazios) e energia térmica (maior vibração), permitindo um aumento da movimentação de átomos no interior do metal.

O fenômeno de difusão atômica pode ser analisado considerando o movimento de átomos entre duas regiões em contato. Assumindo que as concentrações de átomos de soluto nestas regiões não sofrem alterações com o tempo, o sistema pode ser considerado em regime estacionário ou permanente (REED HILL, 1982 e CALLISTER 2008). Neste caso é aplicado a primeira Lei de Fick, conforme equação (6):

$$J = -D(c) \frac{\partial C}{\partial x} \quad (6)$$

Onde:

J: é o fluxo de difusão;

C: é concentração;

x: é a distância; e

D: é coeficiente de difusão.

O movimento atômico dos metais ocorre geralmente em regime transitório ou em situações em que as concentrações mudam com o tempo, nesses casos, aplica-se a segunda Lei de Fick, conforme equação (7).

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D(c) \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad (7)$$

Onde:

C: é concentração;

t: é tempo;

D: é o coeficiente de difusão; e

x: é a distância.

Aplicando as condições de contorno na equação (7), tem-se a equação (8):

$$\frac{C_x - C_0}{C_S - C_0} = 1 - \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (8)$$

Onde  $\operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right)$  é a integral normalizada de probabilidade ou função de erro de Gauss.

A difusão nos materiais metálicos ocorre por movimentação atômica. Os átomos numa estrutura cristalina estão em repouso absoluto, quando a temperatura é igual a zero absoluto (-273 °C). Acima desta temperatura os átomos começam a vibrar e saem de suas posições originais. Os mecanismos básicos de movimentação de átomos dentro de um sólido cristalino são os mecanismos substitucional ou de vazios e intersticial (CALLISTER, 2008).

Segundo CALLISTER (2008), os fatores que influenciam a difusão de átomos de um metal para o interior de outro metal são a temperatura, o gradiente de concentração e a quantidade de defeitos presentes na rede cristalina. Quanto maior a temperatura em que o metal é exposto, maior a concentração de defeitos e conseqüentemente maior a velocidade de difusão. A dependência dos coeficientes de difusão em relação à temperatura é dada pela equação (9).

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q_d}{RT}\right) \quad (9)$$

Onde:

D: Coeficiente de difusão ( $\text{m}^2/\text{s}$ );

$D_0$ : Constante pré-exponencial independente da temperatura ( $\text{m}^2/\text{s}$ );

$Q_d$ : Energia de ativação para a difusão (J/mol ou eV/átomo);

R: Constante geral dos gases (J/(mol.K) ou eV/(átomo.K)); e

T: Temperatura absoluta (K).

A brasagem é um processo de união obtida pela molhabilidade, capilaridade e interdifusão atômica do MA e MB formando camadas intermetálicas específicas para cada



par de materiais envolvidos, onde o grau de molhabilidade, intersolubilidade e difusão atômica entre os materiais variam individualmente (BRAZING HANDBOOK, 1991).

Na interface do MA e o MB, a difusão deve ocorrer para formar uma forte ligação entre eles, ou seja, deve haver afinidade metalúrgica entre o MA e o MB. A movimentação de átomos pode ocorrer no volume do material, ao longo de defeitos lineares, tais como as discordâncias e ao longo de defeitos bidimensionais, como os contornos de grão e superfícies externas. No caso da brasagem por difusão, a movimentação de átomos pelos defeitos cristalinos é mais rápida que pelo volume. (ASM, 2005: Diffusion Brazing e KAY, 2019).

A formação de fases intermetálicas que ocorre em juntas brasadas está relacionada à difusão atômica entre MA e MB. Os elementos que possuem raios atômicos menores têm facilidade de se movimentar dentro da estrutura, com o aumento da temperatura ocupam os interstícios na rede cristalina. Na brasagem de ligas de níquel que possuem elementos com pequeno raio atômico, como o boro e o fósforo, a difusão destes elementos modifica o comportamento mecânico final da junta brasada (ASM, 2005: Diffusion Brazing).

O boro e o fósforo desempenham um papel duplo, sendo eficazes redutores de ponto de fusão e elementos de rápida difusão. Essa segunda característica é vantajosa para a brasagem por difusão, pois na temperatura de brasagem, o boro e o fósforo se difundem de forma rápida para fora do material fundido e torna-se disperso no MB (ASM, 2005: Diffusion Brazing e KAY, 2019).

### **3.9 Tratamento Térmico em Juntas Brasadas**

O tratamento térmico de ligas de níquel se dá basicamente em duas etapas: solubilização e envelhecimento. A solubilização possibilita colocar em solução sólida a maior parcela possível de elementos que estejam formando outras fases no material, ou seja, solubilizar segundas fases que apresentem efeitos deletérios na resistência mecânica e na resistência à corrosão e/ou homogeneizar a microestrutura prévia da liga para posterior envelhecimento. Quando efetuada em temperaturas elevadas, a solubilização resulta no crescimento de grão do material e maior dissolução de carbonetos. Adicionalmente, pode recristalizar a estrutura submetida à conformação mecânica a fim de obter máxima ductilidade (DONACHIE, 2002; ANTONIO *et al*, 1991 e AMIRI *et al*, 2022).

A liga de Níquel (Inconel 718) é endurecida pela precipitação de fases secundárias  $\gamma'$  e  $\gamma''$  na matriz metálica  $\gamma$ . Estas fases são coerentes com a matriz  $\gamma$  e seu

comportamento à precipitação é determinado, em especial, pelo teor de Nb e pela temperatura e tempo do tratamento térmico de envelhecimento. A precipitação dos elementos Ni (Al, Ti, Nb) é induzida por tratamento térmico na faixa de temperatura de 590 °C a 815 °C. A maior eficiência da precipitação ocorre quando, os constituintes do tratamento térmico de envelhecimento (Al, Ti, Nb) estão em solução, ou seja, dissolvidos na matriz. Caso estes constituintes venham se precipitar em outra fase ou combinados de outra forma, a precipitação não ocorre de forma correta e a resistência da liga não é alcançada. Para a precipitação ocorrer o material deve primeiro ser solubilizado na temperatura adequada (SPECIAL METALS, 2007 e AMIRI *et al*, 2022).

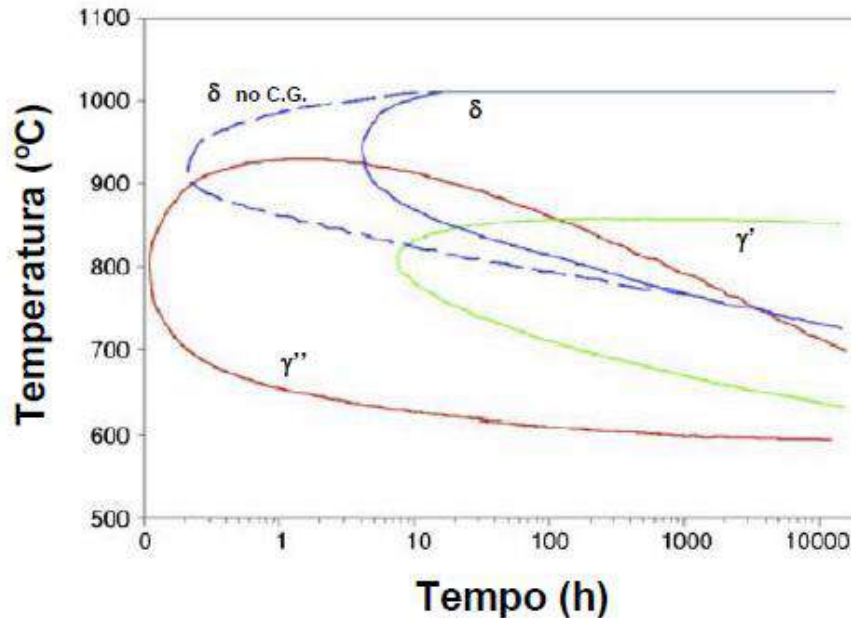
Nestas ligas endurecidas pela precipitação, as fases  $\gamma''$  e  $\delta$  estão presentes na microestrutura. A fase  $\delta$  é usada para controlar o tamanho do grão no *Inconel 718*. A fase  $\delta$  não possui coerência com a matriz  $\gamma$  e confere pouco ou nenhum endurecimento por conta própria, mesmo quando presente em grandes quantidades. Por outro lado, assegurando-se uma estrutura de grãos refinados, a fase  $\delta$  pode ser responsável por consideráveis ganhos de resistência mecânica no *Inconel 718* (AZAIDAN, 2004 e AMIRI *et al*, 2022). A condução do tratamento térmico deve ser feita de forma cuidadosa para garantir a adequada precipitação das fases  $\gamma''$  e  $\delta$ .

A fase  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$ ) contribui de forma secundária para o endurecimento. Com o tempo e temperatura (entre 650 °C e 900 °C), a fase  $\gamma''$  se dissolve, dando lugar à fase estável e incoerente  $\delta$ , de mesma estequiometria  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ , porém com estrutura ortorrômbica. Partículas de  $\delta$  podem se precipitar nos contornos de grãos e de macla, entre os contornos de grão com morfologia de placas ou glóbulos. Sua precipitação tende a acelerar abaixo da temperatura *solvus* de  $\delta$ , isto é, entre 990 °C e 1020 °C. Inclusive, em temperaturas mais altas, ela pode se precipitar diretamente na matriz. Uma vez que a composição química da fase  $\delta$  e  $\gamma''$  são similares,  $\delta$  tende a crescer em detrimento a  $\gamma''$ . Como resultado, a formação excessiva de  $\delta$  leva à perda de resistência mecânica da liga, além de outros efeitos deletérios. Por outro lado, a fase  $\delta$  é utilizada para controlar o crescimento de grão por tratamentos térmicos e processamentos termomecânicos, com o intuito de melhorar a resistência mecânica (SILVEIRA *et al*, 2019 e AMIRI *et al*, 2022).

A fase  $\gamma''$  se forma no *Inconel 718* após o tratamento de solubilização quando envelhecido na faixa de temperatura de 600 °C a 910 °C, conforme pode ser observado na curva TTT (Tempo-Temperatura-Transformação) da Figura 14. O *Inconel 718* pode ser trabalhado e tratado termicamente acima da temperatura de solubilização de  $\delta$ , ou a uma

temperatura intermediária àquelas de solubilização de  $\delta$  e de  $\gamma''$ , para controle do tamanho de grão, o que vem sendo empregado na produção de *Inconel 718* (AMIRI *et al*, 2022).

Figura 14 – Curva TTT típica de solidificação da liga.



Fonte: Thomas *et al*, 2006.

As principais fases de envelhecimento presentes no Inconel 718 são:  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3\text{Al}$  ou  $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$  cúbica de face centrada),  $\epsilon$  ( $\text{Ni}_3\text{Ti}$ ) ou  $\gamma''$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$  tetragonal de corpo centrado). Carbonetos ( $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ,  $\text{M}_7\text{C}_3$ ,  $\text{M}_6\text{C}$  e  $\text{MC}$ ), nitretos ( $\text{MN}$ ), carbonitretos ( $\text{MCN}$ ) e boretos ( $\text{M}_3\text{B}_2$ ), bem como fases de Laves ( $\text{M}_2\text{Ti}$ ) e fase  $\delta$  ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$  ortorrômbico), também se mostram presentes (JOSEPH, 2000). Alguns dos tipos importantes são  $\text{MC}$ ,  $\text{M}_6\text{C}$ ,  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  e  $\text{M}_7\text{C}_3$ , onde  $\text{M}$  representa um ou mais tipos de átomos metálicos. Os elementos formadores de carbonetos importantes são cromo ( $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ,  $\text{M}_7\text{C}_3$ ); titânio, tântalo e nióbio ( $\text{MC}$ ); e molibdênio ( $\text{M}_6\text{C}$ ) (BELAN, 2015). Carbonetos tipo  $\text{MC}$  geralmente se formam logo abaixo da temperatura de solidificação durante a fundição do lingote possuem uma distribuição aleatória e geralmente não são desejáveis (MANKINS, 1990 e CANDIOTO *et al*, 2015). Na Figura 15 é apresentado o resumo das fases encontradas em ligas de níquel, contendo a estrutura cristalina e sua estequiometria.

Figura 15 – Fases formadas nas ligas de níquel.

Fase	Estrutura	Fórmula
$\gamma'$	CFC	$Ni_3Al, Ni_3(Al, Ti)$
$\gamma''$	TCC	$Ni_3Nb$
$\eta$	HC	$Ni_3Ti$
$\delta$	Ortorrômbica	$Ni_3Ti$
MC	CFC	TiC, NbC, HfC
$M_{23}C_6$	CCC	$(Cr, Fe, W, Mo)_{23}C_6$
$M_6C$	CCC	$(Fe, Mo, W, Nb, Ta)_3C$
$M_7C_3$	Hexagonal	$Cr_7C_3$
MN	Cúbica	$(Ti, Nb, Zr)N$
$\mu$	Romboédrica	$(Fe, Co)_7(Mo, W)_8$
Laves	Hexagonal	$Fe_2(Nb, Ti, Mo, Ta)$
$\sigma$	Tetragonal	FeCrMoNi

Fonte: Mankins, 1990.

Os carbonetos do tipo MC [(Nb, Ti) C] são os mais frequentes e, assim como os compostos intermetálicos, são os responsáveis pelo aumento de resistência destas ligas. Contudo, dependendo da morfologia destes carbonetos que se precipitam nos contornos de grão podem-se observar efeitos nocivos à ductilidade e à tenacidade do material. Estes carbonetos apresentam estrutura cúbica e, normalmente, são considerados os compostos bem estáveis. De um modo geral, os carbonetos proporcionam um acréscimo de resistência à matriz quando presentes de maneira intergranular e adicionam resistência a elevadas temperaturas, com a inibição do deslizamento nos contornos de grão. Por outro lado, os carbonetos propiciam locais preferenciais de início de trincas por fadiga por acumular discordâncias (ANTONIO *et al*, 1991; MEYERS, 1982 e CANDIOTO *et al*, 2015).

O roteiro dos principais tratamentos térmicos de solubilização e envelhecimento mais usados em ligas de *Inconel 718* são descritos na sequência:

- a) Tratamento térmico de solubilização entre 925 °C e 980 °C, seguido de resfriamento rápido, geralmente em água, além de endurecimento por precipitação a 718 °C por 8 horas, redução da temperatura para 620 °C e patamar em 620 °C completando um tempo total de envelhecimento de 18 horas, seguido de resfriamento ao ar.
- b) Tratamento térmico de solubilização entre 1038 °C e 1065 °C, seguido de resfriamento rápido, geralmente em água, além de endurecimento por precipitação a 760 °C por 10 horas, redução da temperatura para 649 °C e patamar em 649 °C completando um tempo total de envelhecimento de 20 horas, seguido de resfriamento ao ar (SPECIALS METALS, 2007 CANDIOTO *et al*, 2015).

ANTONIO *et al* (1991) destacaram em suas pesquisas que o tratamento térmico de envelhecimento da liga *Inconel 718* é efetuado em uma única etapa, pois proporciona ao material maior nível de tenacidade à fratura, em detrimento de uma menor resistência mecânica. Contudo, DONACHIE (2002) indicou que a realização de envelhecimento em duas etapas (duplo envelhecimento), além de controlar a precipitação das fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$ , responsáveis pelos altos níveis de resistência mecânica desta liga, também atua sobre a morfologia dos carbonetos nos contornos de grão.

### **3.10 Técnicas de Caracterização Microestrutural**

Diversas técnicas são utilizadas para caracterização da junta brasada, das ligas de Inconel 718, do MA, dentre estas, estão a utilização de microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) com auxílio da técnica (EDS), a difração de Raios X (DRX), análise quantitativa da composição química e mapeamento utilizando microsonda eletrônica (WDS) e, também, técnicas para caracterização mecânica como ensaio de dureza, ensaio de cisalhamento, ensaio de tração e ensaio de fadiga.

A técnica de DRX é uma relação de fases entre duas ou mais ondas, um fenômeno essencialmente de espalhamento. Os Raios X são uma forma de radiação eletromagnética com alta energia e comprimentos de onda pequenos. Quando um feixe de Raios X incide no material sólido, uma fração desse feixe é dispersa em todas as direções pelos elétrons que estão associados a cada átomo ou íon que se encontra na trajetória do feixe. Grande parte da radiação espalhada por um átomo anula a radiação espalhada por outros átomos, porém Raios X que incidem em certos planos cristalográficos, em ângulos específicos, são reforçados em vez de serem anulados (CALLISTER, 2002).

As técnicas de microanálise EDS e WDS utilizam Raios X característicos gerados pelo material, provenientes do bombardeio de elétrons, para determinar a presença e a quantidade de determinado elemento. Essas técnicas utilizam detectores acoplados ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) que comparam a emissão de Raios X do material com a emissão de padrões, de composição e estrutura conhecida (BRANDON, 2008 e OXFORD, 2002).

### **3.11 Propriedades Mecânicas dos Materiais**

Diversos estudos são encontrados sobre as propriedades mecânicas de juntas brasadas utilizando diferentes MB e MA. As propriedades mecânicas das juntas brasadas

são influenciadas pela microestrutura formada na região da junta. Em geral, quando se obtém juntas com propriedades microestruturais mais homogêneas é possível ter melhores propriedades mecânicas. Para obter uniformidade das propriedades microestruturais é necessário ter uma seleção de materiais adequada à aplicação da junta brasada. É importante que haja afinidade química entre o MA e o MB e folgas de juntas adequadas, além de controle de tempo e temperatura durante o processo de brasagem (VIANCO *et al*, 2002 e ANKE *et al*, 2014). Os materiais utilizados como MB, também, podem passar por processos de envelhecimentos a fim de melhorar suas propriedades mecânicas de forma a atender os requisitos de aplicação da junta.

De acordo com RAN *et al* (2021) e YANG *et al* (2020) existem quatro mecanismos principais de aumento da resistência mecânica aplicáveis nas ligas de níquel sendo pelo refino do contorno de grão, por solução sólida, endurecimento por precipitação e endurecimento por trabalho mecânico. Os autores ZHANG *et al* (2022) e THESKA *et al* (2018) estudaram o envelhecimento da liga de níquel com composição similar ao Inconel 718 e observaram um aumento da resistência mecânica no ensaio de microdureza Vickers de cerca de 10 % e, também, um aumento no limite de escoamento de cerca de 11%, mesmo em temperaturas de 650 °C. As melhoras nas propriedades mecânicas foram atribuídas ao refino de grão com aumento da área do contorno e pelo aumento da precipitação de segunda fase do tipo  $\gamma''$ .

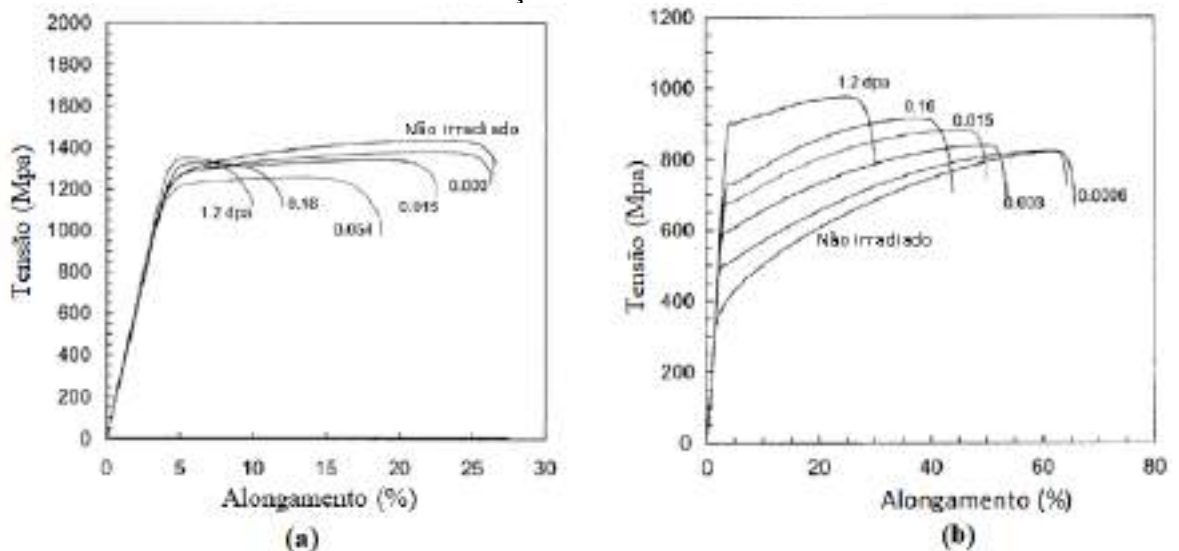
GARCIA *et al* (2016) estudaram a liga de Inconel 725 brasada com MA a base de níquel e adição de nanopartículas de tungstênio e submetida ao tratamento térmico de envelhecimento. Foi mostrado que o tratamento térmico de envelhecimento a 750 °C por 14 h influencia de forma positiva a zona de fusão, em razão das nanopartículas de tungstênio acarretarem no aparecimento de intermetálicos e eutéticos mais finos e pela diminuição da difusão de Cr e Ni, evitando o desenvolvimento de eutéticos maiores.

Nos materiais metálicos a radiação influencia nas propriedades mecânicas pela geração de defeitos na estrutura cristalina, induzindo difusão de elementos, segregação, precipitação e transformação de fases. Os danos por irradiação em materiais para aplicações nucleares resultam principalmente, da produção de partículas energéticas na fissão, reação nuclear e eventos de decaimento radioativo. A interação dessas partículas energéticas (produtos de fissão, nêutrons rápidos, prótons, alfas e núcleos de recuo) com materiais resulta na produção de defeitos em escala atômica, a partir de colisões balísticas e introdução de novos elementos químicos. No caso de produtos de fissão de alta energia, a

intensa ionização do produto de fissão também pode apresentar danos (DEVANATHAN *et al*, 2010).

O estudo da influência da irradiação de nêutrons sobre as propriedades mecânicas da liga de Inconel 718 foi realizado por BYUN e FARRELL (2003). Neste trabalho, chapas laminadas de Inconel 718, na condição solubilizada e envelhecida, foram submetidas a um fluxo de nêutrons rápidos ( $E > 1$  MeV) na faixa entre  $3,7 \times 10^{21}$  a  $7,8 \times 10^{24}$  nêutrons/m<sup>2</sup>, resultando em um nível de dano pela radiação estimado entre 0,00057 e 1,2 deslocamentos por átomo (dpa). Os resultados obtidos no ensaio de tração para ambas as condições em função dos diferentes níveis de radiação estão apresentados na Figura 16. Na condição envelhecida mostrada na Figura 16(a) observa-se que, os valores dos limites de escoamento e resistência não foram alterados pela radiação de forma considerável, ao contrário do alongamento, que sofreu uma drástica redução atingindo níveis baixos (1,5 % de alongamento uniforme) para as maiores doses de radiação. O limite de resistência sofreu um decréscimo para maiores níveis de radiação. A condição solubilizada na Figura 16(b) apresentou um comportamento distinto da anterior. Nesta condição, os valores do limite de escoamento e de resistência aumentaram 170% e 20%, respectivamente, com um decréscimo no alongamento e mantendo níveis de 20% de alongamento, mesmo após maiores doses de radiação (BYUN e FARRELL, 2003).

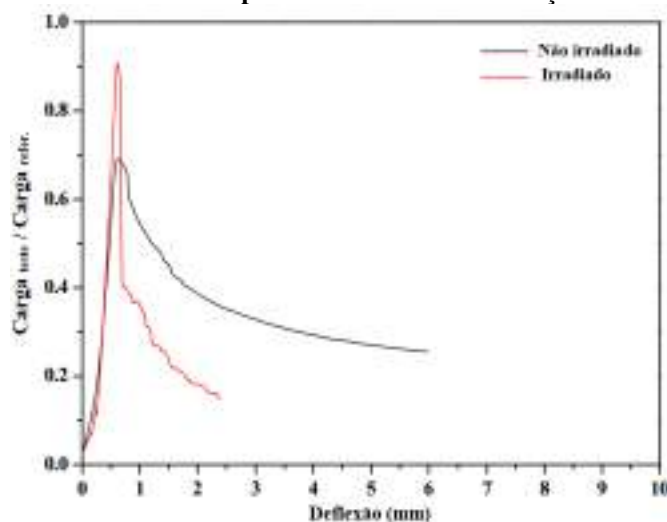
**Figura 16 – Comportamento do Inconel 718 para diferentes doses, (a) condição envelhecida e (b) condição solubilizada.**



Fonte: Byun e Farrel, 2003.

JIN *et al*, (2014) observaram que durante o ensaio de compressão da grade espaçadora na condição irradiada houve aumento da resistência mecânica e redução da ductilidade quando comparada com a condição não irradiada, vide Figura 17.

Figura 17 – Resultado de ensaio de compressão na Grade na condição irradiada e não irradiada.



Fonte: Jin *et al.*, 2014.

### 3.12 Carregamentos Atuantes na Grade Espaçadora no Núcleo do Reator

Os carregamentos que o EC está sujeito durante a operação do reator estão diretamente ligados à grade espaçadora. Os esforços atuantes na grade espaçadora podem ser de dois tipos: operacionais (que ocorrem durante a operação no núcleo do reator e os que ocorrem antes da entrada em operação, como cargas de montagem, transporte e manuseio) e esforços decorrentes de eventos acidentais. Os esforços operacionais podem ser estáticos e dinâmicos. Os esforços dinâmicos são resultantes de cargas cíclicas atuantes ao longo da vida útil da grade espaçadora (PERROTTA, 1999).

Entre os carregamentos nas condições de operação atuantes na grade espaçadora, destacam-se os carregamentos durante a montagem, manuseio, transporte e carregamento do EC. Os carregamentos advindos de carga hidráulica podem ser empuxo e cargas hidrodinâmicas (força de arraste pelo fluxo). Outros carregamentos ocorrem e estão relacionados às tensões térmicas (liga/desliga do reator e variação de potência) e os referentes ao peso próprio.

Existe uma grande quantidade de carregamentos sobre a grade espaçadora que, de uma maneira geral, não são fáceis de serem definidos quantitativamente. O Tubo Guia (TG) recebe esforços axiais durante operação que são transferidos para a grade espaçadora. Outros esforços provenientes do fluxo cruzado (*cross flow*) impõem esforços laterais no elemento de combustível, causando um carregamento de sollicitação lateral sobre a grade (FROST, 1982 e LAMARSH, 1982).



## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Propriedades do Material de Base (MB)

#### 4.1.1 Composição Química

Neste trabalho foram utilizadas, como MB tiras lisas e tiras estampadas da liga de *Inconel 718* de espessura  $0,35 \pm 0,01$  mm. As tiras foram laminadas e passaram por tratamento térmico de solubilização para dissolução de compostos na matriz. As tiras estampadas passaram por várias matrizes de estampo, a partir de tiras lisas, para atingir a geometria final que permite a montagem da GE. A composição química nominal da liga *Inconel 718* é apresentada na Tabela 1.

**Tabela 1 – Composição química nominal da liga *Inconel 718*, conforme ASTM B637 (% em peso).**

Composição Química do Material Base								
Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Co	Mo
% em peso	0,08 (máx)	0,35 (máx)	0,35 (máx)	0,015 (máx)	0,015 (máx)	17-21	1,0 (máx)	2,8 - 3,3
Elemento	Nb + Ta	Ti	Al	Fe	Cu	Ni	B	Ta
% em peso	4,75 - 5,5	0,65 - 1,15	0,20 - 0,80	Bal	0,30 (máx)	50 - 55	0,006 (máx)	0,05 (máx)

Fonte: Special Metals, 2007.

A composição química da liga de *Inconel 718* para confirmação dos teores encontrados em norma foi realizada por Espectrometria de Emissão Óptica com Fonte de Plasma Acoplado (*ICP OES HORIBA*). A determinação do enxofre e carbono foi realizada por combustão direta em Analisador Elementar marca *LECO*.

#### 4.1.2 Rugosidade, Dureza e Tamanho de Grão

A rugosidade,  $R_a$ , da superfície foi obtida utilizando rugosímetro portátil Taylor *Hobson* modelo *Surtronic* e realizada em amostras de MB lisas em uma área de  $100 \text{ mm}^2$ . As medidas de rugosidades foram realizadas sobre uma mesa de desempenho. A rugosidade foi realizada em amostras padrões para verificação do equipamento e confirmação da leitura dos padrões. Os valores de rugosidade foram medidos em três diferentes locais da amostra e para cada amostra, a rugosidade do material foi considerada como sendo a média aritmética dos 03 (três) valores medidos.

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado com auxílio de um microdurômetro automático Leitz-Miniload com carga de 981 mN e um tempo de medida de 20 segundos. Após preparação metalográfica e ataque químico, a amostra foi posicionada no microdurômetro e selecionada a carga a ser aplicada. Os parâmetros foram configurados no processador de dados acoplado ao microdurômetro. A região de medida foi selecionada com auxílio de lente de aumento de 10x e o ajuste fino é realizado com a lente de 50x. Após selecionar a região, o indentador foi posicionado sobre a amostra e o equipamento fez a contagem automática do tempo de 20 segundos até a completa penetração do indentador. Após realizar a medida, retornou-se para lente de aumento de 50x, realizou-se a leitura das duas diagonais e inseriu os dados no processador para o cálculo automático da microdureza.

A medida do tamanho de grão (TG) foi realizada, conforme norma ASTM E112, utilizando o método dos interceptos. Inicialmente efetuou-se o registro de imagem, por fotografia, da região da amostra com ataque químico e depois desenhou-se um círculo de perímetro conhecido sobre a imagem e realizou-se a contagem da quantidade de contornos de grãos interceptados pelo círculo. O círculo tem que interceptar no mínimo 12 (doze) contornos de grãos. Os círculos são posicionados aleatoriamente em 5 (cinco) áreas diferentes da imagem. Com o perímetro e o número de grãos aplica na equação (10).

$$G = 6,6439 \log_{10} P_L - 3,2877 \quad (10)$$

Onde, G é o n° de tamanho de grão ASTM e  $P_L$  é a média de n° de contornos de grãos que intercepta o círculo dividido pelo perímetro do círculo.

#### 4.1.3 Técnicas de Caracterização

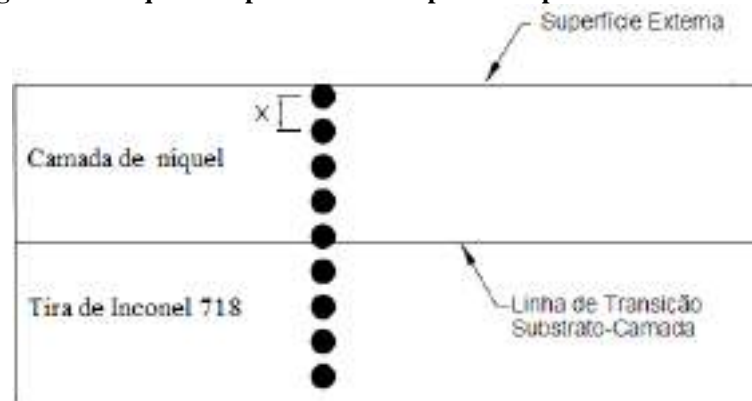
A microestrutura das tiras (MB) foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando a técnica de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) e por MEV do tipo FEG (Field Emission Gun) para identificação dos tipos e tamanho de carbonetos. O Microscópio Eletrônico de Varredura utilizado foi o *Inspect S50* da marca FEI localizado no laboratório do CTMSP. O MEV tipo FEG utilizado possui canhão de emissão de campo (SEM-FEG), modelo JSM-6701F, marca Jeol, com detector EDS acoplado está localizado nas dependências do IPEN. O microscópio óptico utilizado de marca Leitz está localizado nas dependências do CTMSP. A caracterização de fases formadas na junta brasada e na junta envelhecida foi realizada por difração de Raios X em

difratômetro Rigaku-D-Max 2000, com tubo de Cu- $\alpha$  de comprimento de onda 0,154 nm e faixa de ângulos entre 20° e 100°, localizado nas dependências do IPEN.

#### 4.1.4 Difusão de Elementos do MB

As tiras estampadas foram revestidas com níquel usando o processo de eletrodeposição. O banho utilizado foi do tipo Watts (são banhos mais concentrados e pode ser realizado com temperaturas mais altas). Os parâmetros de processos de niquelação foram ajustados a fim de obter uma camada em torno de 3  $\mu\text{m}$ . No entanto, foram preparadas amostras niqueladas com espessuras de camada máxima de 18  $\mu\text{m}$  e submetidas à temperatura de 1060 °C por 30 minutos. Estas tiras foram levadas ao MEV para avaliar a distribuição de elementos químicos da matriz do *Inconel 718* em direção à camada niquelada. Foram realizadas análises utilizando a técnica por EDS, em vários pontos, a partir da superfície da tira até a matriz de *Inconel 718*. Na Figura 18 é visualizado o esquema representativo do perfil de medição dos pontos por EDS. O objetivo desse ensaio foi avaliar se os elementos químicos da matriz de *Inconel 718* migram através da camada de níquel até atingir a superfície da tira.

**Figura 18 – Esquema representativo do perfil dos pontos medidos na tira.**



Fonte: Autor.

Para o cálculo teórico da difusão entre dois pontos foram considerados os seguintes dados: temperatura de 300 °C (573,15 K), tempo de 30 minutos (1800 segundos), Constante universal dos gases (R) de 8,31 J/mol.K, Energia de ativação  $Q_d$  de 281740 (J/mol) para o cromo e 283670 (J/mol) para o ferro e Constante pré-exponencial ( $D_0$ ) de  $3,34 \times 10^{-4}$  ( $\text{m}^2/\text{s}$ ) para o cromo e  $2,60 \times 10^{-4}$  ( $\text{m}^2/\text{s}$ ) para o ferro e a distância  $x$  (m) entre os pontos utilizados.

## 4.2 Material de Adição (MA)

O MA utilizado era composto por uma pasta de brasagem de denominação comercial Nicrobraz 50-S, cuja especificação AWS A5.8 é BNi-7 (2019) da fabricante *Wallcolmonoy* com temperatura *Solidus/Liquidus* de 890 °C. As temperaturas *Solidus/Liquidus* são coincidentes em razão dos depressores de temperatura de fusão utilizados na liga. A análise química do MA foi realizada utilizando Espectrometria de Raios X pela técnica de energia dispersiva – EDX no equipamento de marca Shimadzu. A composição química nominal do MA é apresentada na Tabela 2.

**Tabela 2 – Composição química nominal do MA (% em peso).**

Elemento químico	Ni	Cr	P	C
Comp. quím. (% em peso)	Bal.	14	10	0,06 (máx.)

Fonte: AWS A5.8, 2019.

A pasta de brasagem (MA) na condição recebida e fundida em forno a vácuo foi caracterizada utilizando MO e MEV. Este material foi fundido nas temperaturas de 950 °C e 1060 °C, em forno a vácuo com pressão menor que  $10^{-3}$  mbar por 10 minutos e resfriadas dentro do forno até temperatura ambiente.

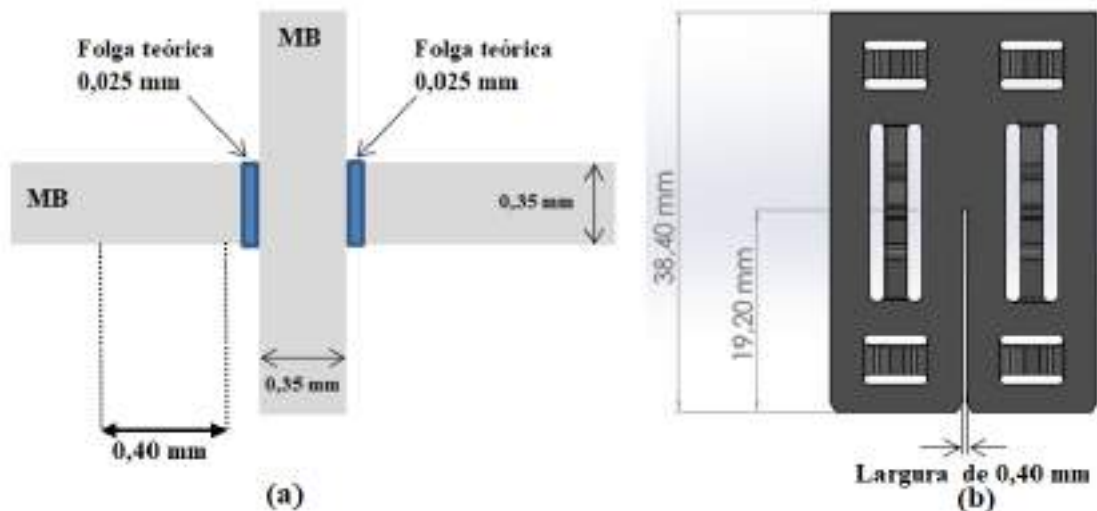
O MA, na forma de pasta de brasagem, após secagem em estufa na temperatura de 150 °C por 1 hora foi submetida à análise da composição química com auxílio da técnica EDS. As partículas do MA foram posicionadas no MEV e foram realizadas análise de composição química em áreas retangulares e pontuais (partículas individuais). Utilizou-se a técnica de difração de Raios X para caracterização das fases formadas no MA fundido. Foi empregado o difratômetro Rigaku-D-Max 2000, com tubo de Cu- $\alpha$  de comprimento de onda 0,154 nm e faixa de ângulos entre 20° e 100°.

## 4.3 Brasagem

A junta padrão para realização deste trabalho possui folga teórica de 25  $\mu$ m. No entanto, esta dimensão é difícil de ser controlada durante o processo de fabricação e montagem. A fim de conhecer a folga utilizada nos ensaios de brasagens foram preparadas juntas com brasagem parcial, ou seja, o movimento do MA adicionado à junta foi interrompida no meio do CP, por meio de adição de *stop-off* (material utilizado para impedir o fluxo de MA). Os CPs foram seccionados e preparados por metalografia e observados por MO. Com auxílio do software de medição *Leica* modelo LAS V 4.12 foi

possível medir a folga entre as tiras da junta. A verificação da folga foi realizada em amostras estampadas com revestimento de níquel. Na Figura 19 é apresentado esquema da folga da junta teórica de projeto.

**Figura 19 – (a) Esquema da junta indicando a folga teórica (sem escala) e (b) vista frontal de fragmento da junta com indicação da largura de encaixe.**



Fonte: Autor.

Os ensaios de brasagem foram realizados em forno a vácuo marca *Degussa Durferrit, modelo VKUQ 25X25X40* usando resistências de grafite para aquecimento. Foi realizado mapeamento térmico utilizando termopares a fim de identificar as temperaturas nas diferentes regiões do forno. A pressão interna em todas as condições, utilizadas neste trabalho, se manteve menor que  $10^{-3}$  mbar. Tiras estampadas foram encaixadas de forma a obter a folga adequada, conforme visualizada na Figura 20. Nos ensaios de brasagem, a folga utilizada foi a resultante do processo de fabricação (estampagem) das tiras com valor médio de 0,025 mm (25 micra).

**Figura 20 – Imagem do CP da junta posicionado no suporte antes da brasagem.**

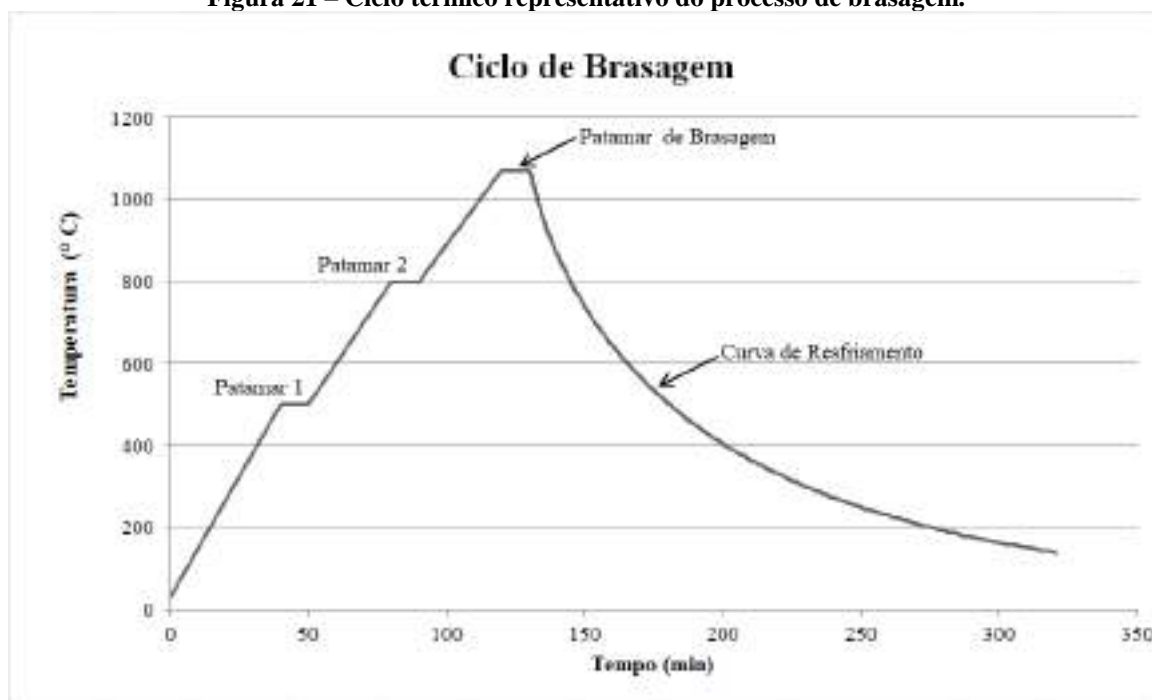


**Fonte: Autor.**

O ciclo térmico representativo do processo de brasagem é apresentado na Figura 21. O ciclo de aquecimento do forno a vácuo é realizado com rampas suaves e os patamares 1 e 2 foram inseridos durante a rampa de aquecimento para estabilização do vácuo. O patamar de brasagem é referente ao tempo que a junta permanece na temperatura de brasagem. Foram realizados ensaios preliminares para testes em algumas condições com as temperaturas de brasagem de 950 °C, 1005 °C e 1060 °C.

Os tempos no patamar de brasagem foram de 5, 10 e 20 minutos. Em relação aos tempos estudados foi observada em juntas confeccionadas, que 5 minutos eram suficientes para preenchimento total da junta, mas em razão de melhor desempenho mecânico da junta foi selecionado o tempo de 10 minutos.

Figura 21 – Ciclo térmico representativo do processo de brasagem.



Fonte: Autor.

Utilizaram-se 3 (três) modos diferentes de resfriamento, sendo denominados por: normal, controlado e rápido. Nos 3 (três) modos, a taxa de resfriamento foi considerada até a temperatura de 200 °C. A partir desta temperatura até a temperatura ambiente o resfriamento foi lento com taxa média de resfriamento menor que 1 °C/min, de acordo com a taxa de resfriamento da massa térmica do forno. No resfriamento normal, após a brasagem, as amostras resfriaram dentro do forno com uma taxa média de resfriamento de 5,6 °C/min. No resfriamento controlado (lento), após a brasagem, as amostras resfriaram a uma taxa média de 1,5 °C/min. No modo rápido, utilizou-se ventilação forçada com auxílio de gás argônio e a taxa média de resfriamento foi 77,0 °C/min nesta condição.

As amostras preparadas passaram por limpeza em ultrassom por 1 h e secagem em estufa a 150 °C, também, por 1 hora. Após secagem, as juntas foram encaixadas e adicionada uma quantidade de  $(100 \pm 5)$  mg, conforme estudo realizado para determinação da quantidade de massa de MA, e em seguida inseridas no forno a vácuo e fabricadas em condições anteriormente mencionadas. Após realizar o vácuo inicial no forno, iniciou-se o aquecimento conforme ciclo térmico mostrado na Figura 21 até a temperatura de brasagem. Após a brasagem na temperatura determinada, as amostras foram resfriadas de acordo com as velocidades de resfriamento e permaneceram dentro do forno até atingir a temperatura ambiente. A quantidade de corpos de prova utilizada, inicialmente, foi 7 (sete)

para condição de brasagem, sendo 5 (cinco) para ensaios mecânicos de cisalhamento e 2 (dois) para preparação metalográfica visando a caracterização da microestrutura.

Na Tabela 3 são apresentadas as condições utilizadas nesta etapa do estudo.

**Tabela 3 – Condições de brasagem e taxa de resfriamento das juntas usadas neste estudo.**

Condição	Temperatura de brasagem (°C)	Tempo de brasagem (min)	Tipo de resfriamento	Taxa de resfriamento (°C/min)
1	950	5	Normal	5,6
2	950	10	Normal	5,6
3	1060	10	Normal	5,6
4	1060	20	Normal	5,6
5	1060	10	Rápido	77
6	1060	10	Controlado	1,5
7	950	5	Controlado	1,5
8	950	5	Rápido	77
9	950	20	Controlado	1,5
10	950	20	Rápido	77
11	1060	5	Controlado	1,5
12	1060	5	Rápido	77
13	1060	20	Controlado	1,5
14	1060	20	Rápido	77

**Fonte: Autor.**

#### 4.3.1 Estudo das Condições de Molhabilidade

Tiras de *Inconel 718*, sem revestimento e com revestimento de níquel foram utilizadas para a realização do ensaio de molhabilidade. Duas técnicas foram empregadas para realizar o ensaio de molhabilidade e medida do ângulo de molhamento.

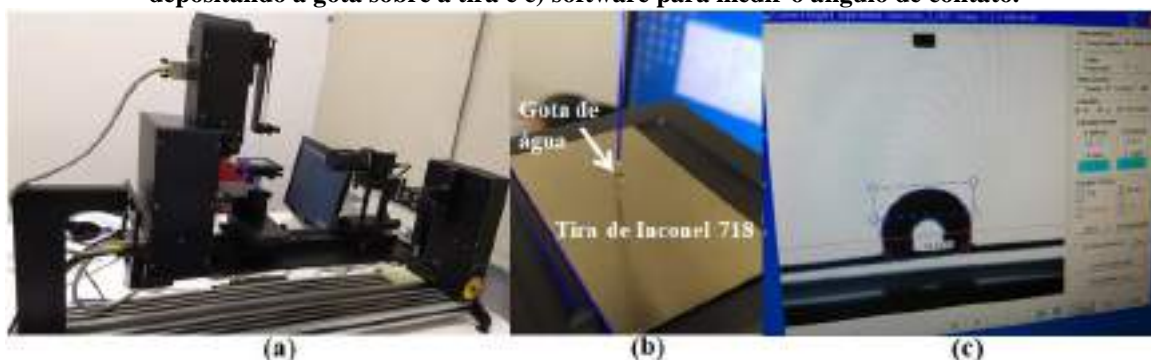
Na primeira técnica duas tiras de *Inconel*, uma revestida com níquel e a outra sem revestimento, foram levadas ao forno a vácuo, na temperatura de 1060°C por 10 minutos. Após serem retiradas do forno e em temperatura ambiente, essas amostras foram submetidas ao ensaio para avaliar a tensão de superfície ( $\gamma$ ) e o ângulo de molhamento ( $\Theta$ ). Os ângulos de molhamento foram medidos com auxílio de um goniômetro, usando-se 02 (dois) líquidos, respectivamente, água destilada e glicerol e com auxílio do software



obteve-se a tensão de superfície ( $\gamma_{SL}$ ) das tiras. Neste mesmo ensaio foram inseridas dentro do forno duas juntas: uma revestida com Ni e a outra sem revestimento de Ni para efeito de comparação.

Na Figura 22 é apresentado, respectivamente, o goniômetro composto de agulha e lentes de captação da gota sobre a superfície da tira, a gota sendo depositada sobre a tira com auxílio da agulha e o software para medição do ângulo de molhamento. Este método é conhecido como o da gota séssil e este tipo de medida é usualmente chamado de estática.

**Figura 22 – Sistema de medição do ângulo de molhamento, a) goniômetro, b) detalhe da agulha depositando a gota sobre a tira e c) software para medir o ângulo de contato.**



Fonte: Autor

O segundo ensaio de molhamento também foi realizado em tiras lisas de Inconel 718 revestidas, sem e com revestimento de níquel, adicionando MA (pasta de brasagem) sobre elas e submetendo à temperatura de 1060 °C por 10 minutos. A quantidade de pasta adicionada foi a mesma em ambos os CPs.

A região molhada pelo metal líquido sobre a superfície foi dimensionada utilizando um estéreo microscópio modelo *Stereo Discovery V12* e software de processamento de imagens *AxioVision SE64* da marca Zeiss. Foram realizadas medidas do raio de circunferência com o auxílio do software e, posteriormente, calculada a área de molhamento das amostras. As medições foram realizadas em 03 (três) amostras de cada condição de superfície. Para o cálculo da energia de superfície da tira foi utilizado 02 (dois) líquidos com tensões superficiais conhecidas. A medida do ângulo de contato entre a superfície de um material sólido e um líquido conhecido é uma técnica utilizada para a obtenção da energia de superfície de um material. A energia de superfície de um sólido ou um líquido consiste em dois componentes: o dispersivo e o polar. A energia de superfície é a soma das energias da componente polar (água) ( $\gamma_s^p$ ) e da componente dispersiva (etileno) ( $\gamma_s^d$ ).

O ângulo de molhamento do MA (pasta de brasagem) sobre a tira de *Inconel 718* foi medido com auxílio de técnicas de metalografia usando o programa *ImageJ* no microscópio óptico. Foram realizadas análises em 5 (cinco) amostras. Após preparação metalográfica e ataque químico, foi obtida imagem, por metalografia e traçou-se uma linha paralela à tira e uma linha inclinada tangente ao MA fundido. O ângulo ( $\Theta$ ) formado por estas duas linhas foi medido, conforme indicado na Figura 23.

**Figura 23** – Esquema representativo da medida do ângulo de contato ( $\Theta$ ) por metalografia.

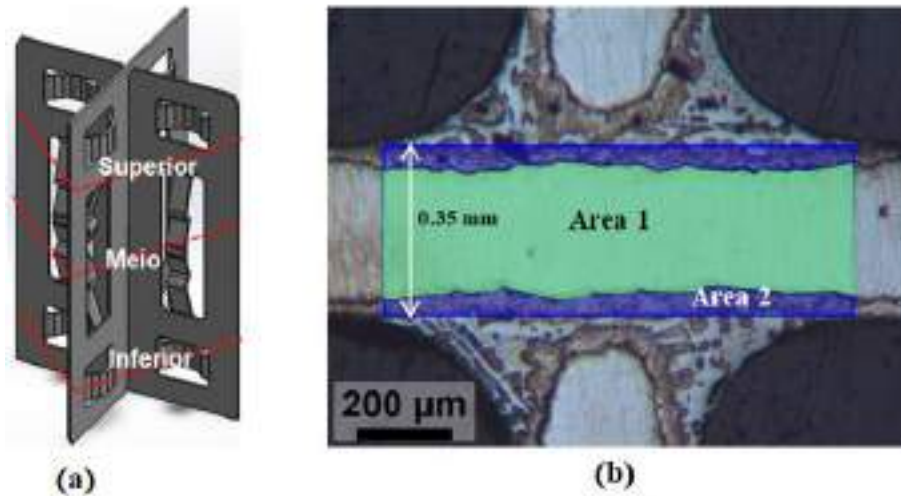


Fonte: Autor.

#### 4.3.2 Determinação da Quantidade de Massa de MA e Folga da Junta

Verificou-se a influência da quantidade de MA na dissolução do MB na junta brasada usando ensaios em diferentes condições de brasagem. O ensaio de brasagem foi realizado nas temperaturas de 950 °C e 1060 °C por 10 minutos e resfriamento dentro do forno (normal) até a temperatura ambiente. Foram preparadas 7 (sete) amostras sendo 2 (duas) para análise microestrutural e 5 (cinco) para ensaio de cisalhamento. As seguintes quantidades de pasta de brasagem foram adicionadas às juntas:  $(40 \pm 5)$  mg,  $(100 \pm 5)$  mg e  $(150 \pm 5)$  mg. Após a brasagem, as amostras destinadas à realização do ensaio de cisalhamento foram preparadas com extensão para fixação à máquina. As amostras foram seccionadas em 3 (três) posições e preparadas por técnicas de metalografia, como indicado na Figura 24(a). As amostras foram analisadas por MO utilizando software *Leica* modelo LAS V 4.12, sendo realizadas as medidas da área nas diferentes posições da seção transversal. Para medição da área dissolvida foi considerado que: a área 2 (A2) representa a espessura total da tira de 0,35 mm vezes uma determinada largura e a área 1 (A1) é a parte restante da tira não consumida na brasagem nesta mesma largura. A área dissolvida corresponde à diferença entre as duas áreas nessa seção delimitada pelo retângulo apresentado na Figura 24(b).

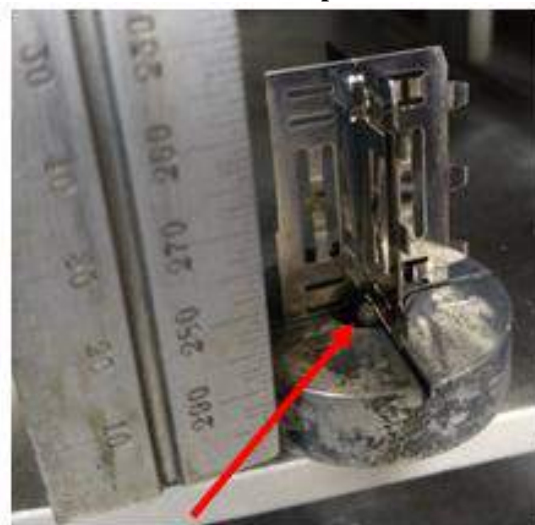
**Figura 24 – Esquema representativo, (a) posição de corte das amostras e (b) indicação de medição das áreas.**



**Fonte: Autor.**

A fim de verificar se a junta estava com a folga adequada para a brasagem, foi realizado o ensaio para verificar a capacidade de brasagem por capilaridade. Neste ensaio, o MA foi colocado na parte inferior da junta, conforme pode ser observado na Figura 25. Normalmente, o MA é colocado na parte superior da junta e a brasagem da junta ocorre por capilaridade devido à folga da junta. A folga projetada para a junta é de 0,025 mm. O ensaio foi realizado na temperatura de 950 °C (acima da temperatura *Liquidus* do MA) e com tempo de brasagem de 10 minutos.

**Figura 25 – Corpo de prova de junta posicionado dentro do forno com a pasta de brasagem na parte inferior indicada pela seta.**



**Fonte: Autor.**

#### 4.4 Tratamento Térmico de Envelhecimento

Dentre as condições de brasagem testadas neste trabalho foram escolhidas duas condições para estudo no estado envelhecido, que é um requisito para aumento da resistência mecânica da mola da grade espaçadora. As juntas brasadas escolhidas foram:

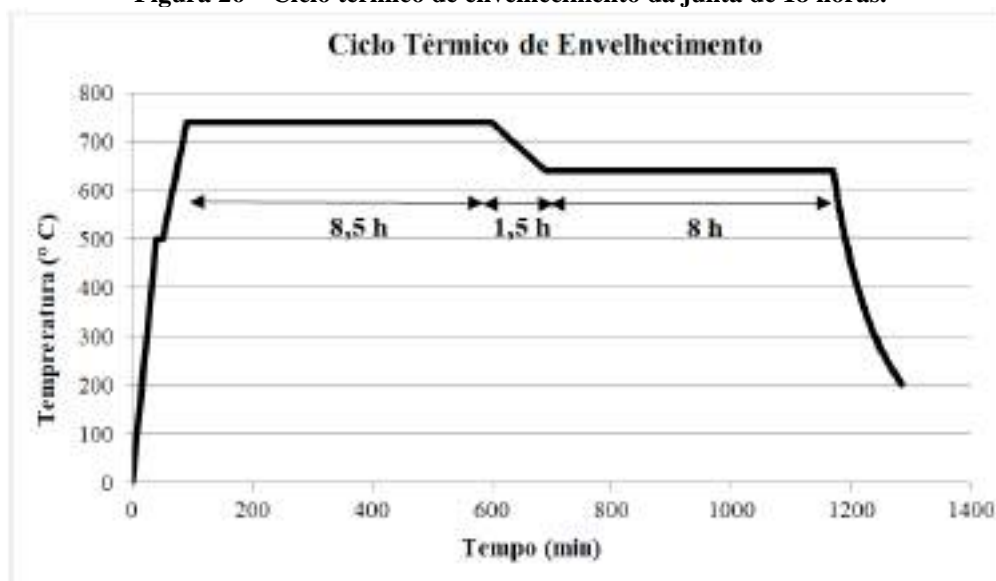
- Temperatura de 950 °C, tempo de 10 minutos e resfriamento dentro do forno (950-10-N);
- Temperatura de 1060 °C, tempo de 10 minutos e resfriamento dentro do forno (1060-10-N).

O tratamento térmico de envelhecimento utilizado foi de 18 horas em forno a vácuo, sob pressão de  $10^{-3}$  mbar, conforme ciclo térmico indicado na Figura 26. As juntas são inicialmente brasadas nas condições determinadas e resfriadas dentro do forno até a temperatura ambiente. Após brasagem e inspeção, as juntas foram inseridas no forno a vácuo e submetidas ao tratamento térmico de envelhecimento, de acordo com as etapas descritas a seguir:

- ciclo de aquecimento do forno até a temperatura de 750 °C;
- patamar de 8,5 h em temperatura de 750 °C;
- rampa de transição de 1,5 h da temperatura de 750 °C para 650 °C;
- patamar de 8 h em temperatura de 650 °C; e
- resfriamento dentro forno até a temperatura ambiente.

Foram envelhecidas 12 (doze) amostras em cada temperatura sendo 2 (duas) para análise de microestrutura e 10 (dez) para ensaios de cisalhamento da junta. Posteriormente foram envelhecidas amostras para o ensaio de fadiga.

Figura 26 – Ciclo térmico de envelhecimento da junta de 18 horas.



Fonte: Autor.

#### 4.5 Caracterização Microestrutural da Junta Brasada (BRA) e da Junta Envelhecida (ENV)

As amostras brasadas foram cortadas na seção longitudinal, em equipamento de corte de precisão, e embutidas a frio usando resina epóxi a frio. A preparação metalográfica foi realizada usando a sequência de lixas #220, #320, #400, #600, #800 e #1200. Foram lavadas ao ultrassom e, posteriormente, submetidas ao polimento com pasta de diamante, empregando-se, respectivamente, as granulometrias de 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ . Após o polimento, as amostras foram atacadas com reagente químico *Kalling* por esfregação por cerca de 20 segundos para a revelação geral da microestrutura.

A caracterização microestrutural foi realizada por MO e utilizando MEV com auxílio da técnica EDS para análise semiquantitativa dos constituintes presentes nas diversas regiões da junta. No CTMSP foi utilizado o MEV da marca FEI modelo Inspect S50 e no IPEN foi utilizado o MEV com canhão de emissão de campo SEM-FEG marca JEOL e modelo JSM-6701F. Os resultados das análises obtidas por EDS são semiquantitativos e entende-se que existe uma incerteza na medida da composição química, principalmente, em elementos de baixo número atômico ou em pequenas concentrações na amostra. Os autores GOODHEW e HUMPHREYS (1997) utilizando métodos específicos para análise indicaram que esta incerteza é da ordem de 6% para composições químicas obtidas por EDS.

#### 4.5.1 Avaliação da Diluição de Fases na Junta Brasada e na Junta Envelhecida

A fim de verificar a diluição de fases que compõem a região da junta brasada foi realizado ensaio de brasagem a 950 °C e 1060 °C por 10 minutos em forno a vácuo e resfriamento normal. Foram preparadas amostras, após brasagem nas temperaturas selecionadas, que passaram por tratamento térmico de envelhecimento por 18 horas. Na preparação metalográfica, as amostras foram divididas em (três) partes (superior, meio e inferior) em seguida receberam ataque do reagente *Kalling* e esfregaço por cerca de 40 segundos para revelar a região brasada. Utilizando MO e com auxílio do software *Leica* modelo LAS V 4.12 foi realizada a demarcação das fases, onde o reagente químico ataca com maior intensidade as fases sem fósforo, ou seja, as fases constituídas majoritariamente de Ni e Cr. Após a demarcação da região, foi calculada a porcentagem da área das regiões. Assim foi possível, diferenciar a região com fases intermetálicas, ricas em fósforo, e as fases que fazem parte da solução sólida na região brasada.

#### 4.5.2 Identificação das Fases

##### 4.5.2.1 Análise por WDS

A Microsonda Eletrônica utilizada é da marca JEOL, modelo JXA-8230 superprobe e possui 5 (cinco) espectrômetros WDS (com cristais PET, TAP, LDE e LIF), espectrômetro EDS, elétrons secundários e elétrons retroespalhados. As amostras para análise por WDS foram embutidas em resina e preparadas por metalografia. Foram realizados os mapas composicionais por WDS das juntas brasadas e das envelhecidas, ambas nas temperaturas de 950 °C e 1060 °C, com mapas de intensidade dos respectivos elementos químicos que compõem a junta. As análises quantitativas foram realizadas com voltagem de aceleração de 25 KV, pixel de 1 µm e *dwell time* de 30 ms. O ensaio foi realizado nas dependências do Departamento de Geologia da UNESP em Rio Claro -SP.

##### 4.5.2.2 Análise por Difração de Raios X (DRX)

Para caracterização das fases formadas na junta brasada e na junta envelhecida foram realizadas análises de difração de Raios X em difratômetro Rigaku-D-Max 2000, com tubo de Cu- $\alpha$  de comprimento de onda 0,154 nm e faixa de ângulos entre 20° e 100°. As amostras foram preparadas para serem analisadas na forma de cavaco/pó com auxílio de uma ferramenta de metal duro para desbaste.

Para melhor estudar as possíveis mudanças de fases no processo de brasagem, inicialmente, foi realizada a análise separada do MA e do MB. A pasta de brasagem foi fundida (MA-BRA) em forno a vácuo em condições de 1060 °C-10 minutos e moída para identificação das fases. Foi realizado um processamento similar para identificação das fases na pasta de brasagem após tratamento térmico de envelhecimento de 18 horas (MA-ENV). A identificação das fases diretamente na junta brasada não foi possível de ser realizada. Portanto, utilizou-se a técnica do MA aplicado sobre a superfície do MB (tira lisa de Inconel), submetida ao processo de brasagem (Interface MA-MB (BRA)) e de envelhecimento (Interface MA-MB (ENV)) e depois realizou-se a moagem da região de interface para sua análise. Os difratogramas foram analisados utilizando software *search-match*, mediante um banco de dados PDF catalogados pela JCPDS.

#### 4.5.3 Análise de Precipitados na Região de Interface MA/MB

As análises foram realizadas nas juntas brasadas (950 °C BRA e 1060 °C BRA) e nas juntas brasadas e envelhecidas (950 °C ENV e 1060 °C ENV). As amostras foram preparadas por técnicas de metalografia e atacadas com reagente químico a fim revelar a microestrutura. As análises foram realizadas na interface do MB com a região brasada utilizando MEV e com auxílio da técnica EDS. Após a identificação dos precipitados por análise química, os campos de medição foram fotografados e realizadas as medidas. A medida do tamanho dos precipitados foi realizada em diferentes campos de interface da junta e em cada campo foram realizadas pelo menos 5 (cinco) medidas nos precipitados maiores. Foi adicionada uma régua no campo da imagem de 10,01 µm a fim de diferenciar o tamanho dos precipitados e mostrar o tamanho médio dos precipitados daquele campo.

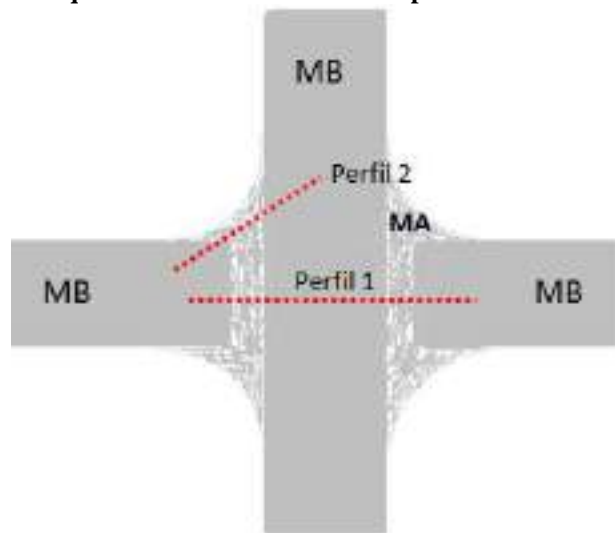
### 4.6 Avaliação das Propriedades Mecânicas da Junta Brasada e da Junta Envelhecida

#### 4.6.1 Ensaio de Dureza

O ensaio de dureza Vickers com microindentação foi realizado com auxílio de um microdurômetro automático *Leitz-Miniloat* com carga de 981 mN e um tempo de medida de 20 segundos. Na Figura 27 é apresentado o esquema usado na região de medida de dureza realizado nas amostras. O ensaio foi utilizado para traçar um perfil de dureza a partir do MB (tira de *Inconel 718*), passando pela região da junta brasada até atingir o MB transversal (Perfil 1), também foi medida a dureza na diagonal a partir do MB passando

pela região brasada até o MB (Perfil 2). Foram realizados dois perfis de dureza e calculada a média e desvio padrão dos valores para cada região.

**Figura 27 – Esquema ilustrativo indicando o perfil das medidas de dureza.**



**Fonte: Autor.**

#### 4.6.2 Ensaio de Cisalhamento

O ensaio de cisalhamento foi realizado na máquina de ensaios mecânicos universal Instron modelo 1331, servo-hidráulica, com célula de carga de 100 kN, velocidade de 0,5 mm/min e em temperatura ambiente. O programa preparado para o ensaio registra a carga de cisalhamento da junta. O objetivo deste ensaio foi verificar a carga máxima suportada pela junta brasada. O ensaio foi realizado em amostras selecionadas em diversas condições de tempo, temperatura e velocidade de resfriamento. O ensaio foi realizado em 5 (cinco) amostras, para cada condição brasada e envelhecida. O CP da junta foi adaptado com uma extensão brasada simultaneamente, para encaixar nas garras da máquina de ensaio, conforme mostrado na Figura 28. Para a brasagem do CP com a extensão foi adicionado uma quantidade mínima de MA (para evitar a migração para a região da junta), na região da folga da extensão, o suficiente para promover a união das partes.



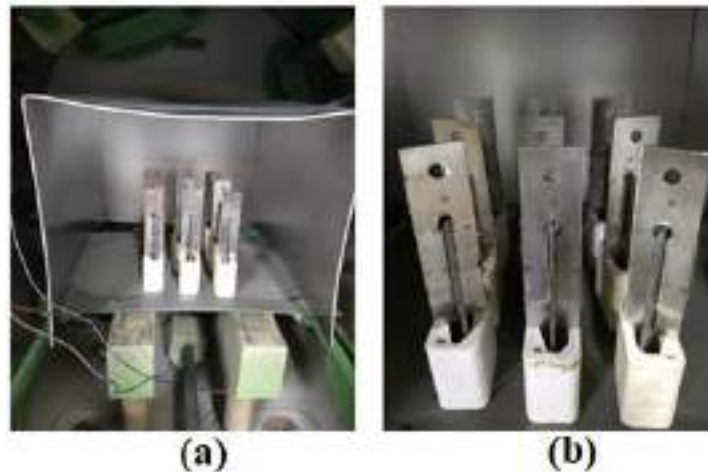
**Figura 28 – Representação esquemática da fixação de CP na extensão para ensaio de cisalhamento, (a) vista explodida, (b) encaixe das extensões e (c) extensão indicando os pontos de fixação com MA na região da folga (indicada por setas).**



Fonte: Autor.

Após a montagem da extensão no CP e a adição do MA, nas extremidades da extensão foram realizados alguns pontos de solda por resistência para fixação do CP (sem afetar a região brasada). Após adicionar o MA na junta, o conjunto foi levado ao forno a vácuo para brasagem. A fixação da extensão com a junta brasada tornou a junta e a extensão um único corpo com a garantia de que, a área brasada no prolongamento tenha extensão maior que a área brasada da junta durante o ensaio. Na Figura 29 é apresentada a imagem da montagem final do CP no interior do forno, antes da brasagem.

**Figura 29 – (a) CPs das juntas e extensão dentro do forno, (b) detalhe da junta e da extensão posicionada para brasagem simultânea.**



Fonte: Autor.

Na Figura 30 é apresentada imagem do CP para ensaio de cisalhamento após brasagem da extensão simultaneamente com a junta para possibilitar a ancoragem total na garra da máquina.

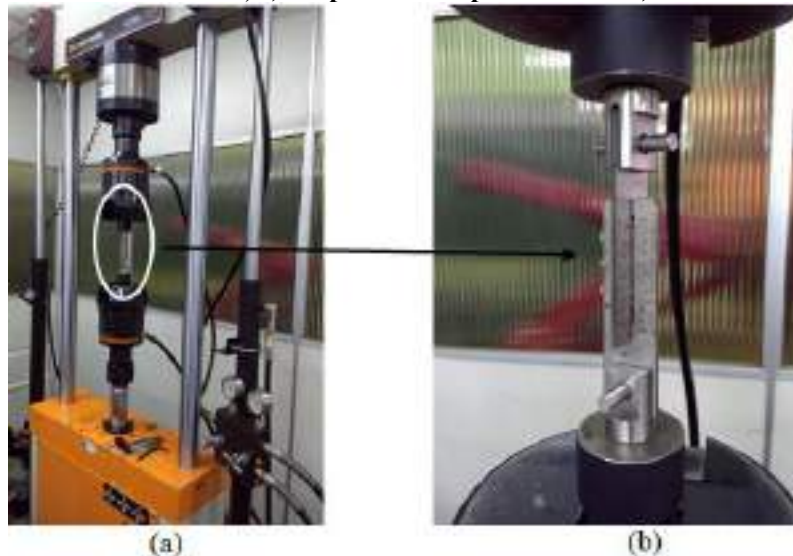
**Figura 30 – Corpo de prova de cisalhamento da junta brasada simultaneamente com extensão.**



**Fonte: Autor.**

Na Figura 31(a) observa-se o corpo de prova brasado posicionado na máquina universal de ensaio e na Figura 31(b) o detalhe do CP fixado à garra da máquina.

**Figura 31 – Ensaio de cisalhamento, a) CP posicionado para ensaio e b) Detalhe do CP na máquina.**



**Fonte: Autor**

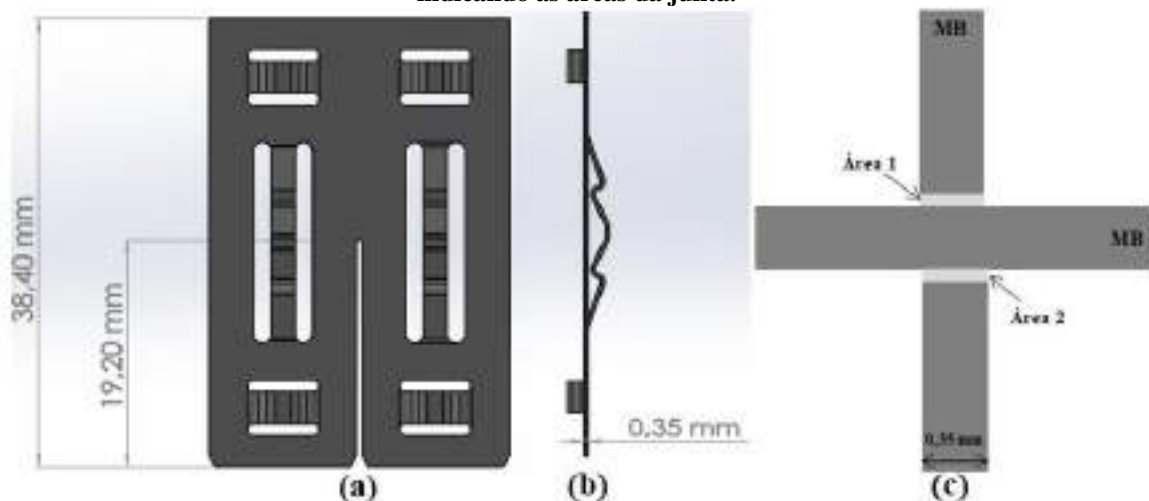
#### 4.6.3 Ensaio para Avaliar Trinca na Região Brasada

A análise da falha no ensaio de cisalhamento foi realizada aplicando uma carga de forma lenta, na máquina de ensaios mecânicos e avaliando a cada 1 KN a integridade da junta. Neste ensaio foi utilizado um dispositivo removível com abertura para observação da trinca usando uma lupa de 10x para análise. Após preparação por metalografia, a amostra foi observada no MEV e com auxílio do EDS foi possível fazer o mapeamento e a avaliação semiquantitativa pontual para identificação dos elementos próximos à trinca.

#### 4.6.4 Ensaio de Fadiga

O ensaio de fadiga foi realizado em juntas brasadas a 1060 °C por 10 minutos e em juntas envelhecidas. O ensaio foi realizado com o mesmo sistema de extensão para acoplamento da junta brasada à máquina utilizada no ensaio de cisalhamento. Nos ensaios foi usada a frequência de 35 Hz e realizados à temperatura ambiente. A área brasada submetida ao esforço mecânico durante o ensaio de fadiga foi calculada a partir das dimensões dos CPs, conforme pode ser observada na Figura 32. A junta é formada por duas tiras com rasgos de encaixe de altura de 19,20 mm (Figura 32 (a)) que, depois de encaixadas, tem-se a altura de 38,40 mm. Para o cálculo da área de brasagem foi considerada a altura de 38,40 mm multiplicada pela espessura da tira de 0,35 mm (Figura 32(b)), correspondente às áreas 1 e 2 (Figura 32(c)). A área teórica da junta brasada é de 26,8 mm<sup>2</sup> que corresponde à soma da área das duas faces de 13,4 mm<sup>2</sup> correspondentes à área 1 e área 2. Foi utilizada a área transversal da junta brasada para obter a área utilizada para o cálculo da tensão. Não foi considerada a área de reforço formada durante a brasagem.

**Figura 32 – Representação esquemática de fragmentos da tira, (a) vista frontal do fragmento de CP indicando a altura (b) vista lateral indicando a espessura da tira, e (c) vista em corte transversal indicando as áreas da junta.**



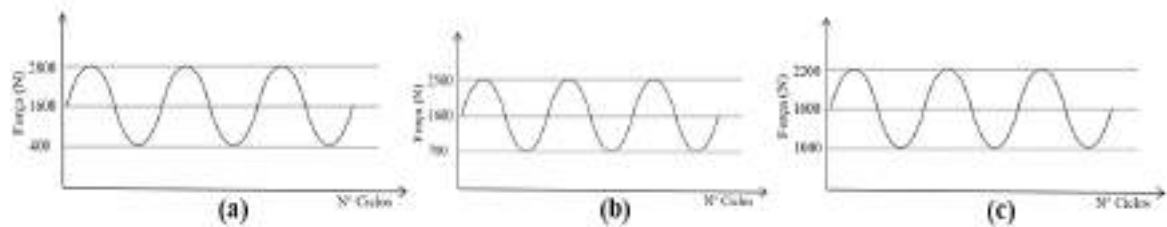
Fonte: Autor.

Utilizou-se carga mínima de 3100 N, que corresponde ao valor médio de 4000 N (4 KN) menos duas vezes o desvio padrão, como sendo a carga mínima que a junta resistiu no cisalhamento. A partir deste valor, calculou-se 90 % desta carga o que correspondente a 2800 N para a definição da força máxima usada no ensaio de fadiga. Para

cálculo da tensão foi considerada a área de  $26,8 \text{ mm}^2$ , correspondente a 105 MPa. Esta tensão foi o limite máximo utilizado no ensaio dinâmico.

A carga média foi obtida de forma que a onda senoidal não ultrapassasse o limite máximo de 2800 N (força máxima usada no ensaio de fadiga) e que a junta brasada estivesse sempre na condição tracionada (carga acima de 400 N). A carga média utilizada foi de 1600 N (60 MPa) e variou-se a amplitude da força em 2400 N (90 MPa) com Razão (R) de 0,14, 1800 N (68 MPa) com Razão (R) de 0,28 e 1200 N (45 MPa) com Razão (R) de 0,45, sendo que a carga máxima não foi superior a 2800 N (limite máximo) e utilizado limite mínimo de 400 N (vide Figura 33(a)).

**Figura 33 – Representação das ondas senoidais indicando a amplitude, (a) carga máxima de 2400N, (b) carga média 1800 N e (c) carga mínima de 1200N.**



**Fonte: Autor.**

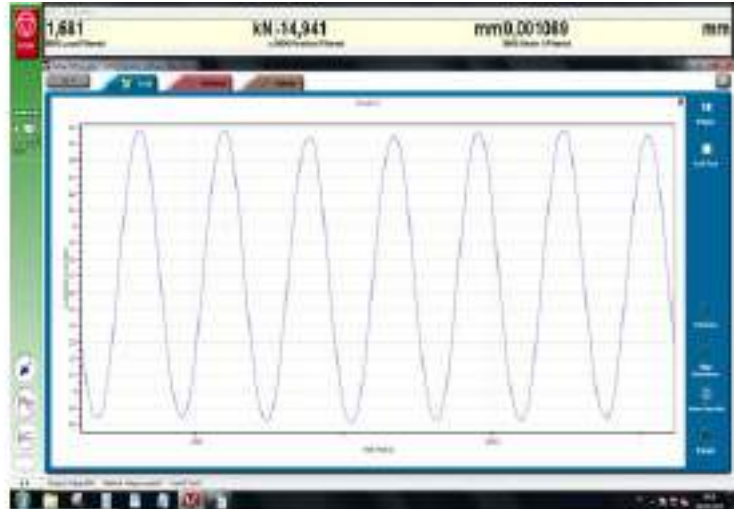
Os pontos do gráfico foram construídos utilizando três variações de amplitude de tensão com pelo menos 5 (cinco) corpos de prova válidos para cada amplitude em cada condição ensaiada. O critério utilizado para definir o fim do teste foi a ruptura total da junta brasada ou da junta envelhecida.

Na Figura 34 são apresentadas imagens do CP e da tela indicando a onda senoidal que o material foi solicitado durante o ensaio de fadiga.

Figura 34 – Ensaio de fadiga, (a) CP brasado junto com a extensão durante ensaio de fadiga e (b) tela de captação de dados indicando a onda senoidal.



(a)



(b)

Fonte: Autor.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Avaliação do Material Base (MB)

Na Tabela 4 são apresentados os resultados da composição química do MB. Os valores encontrados estão em conformidade com os descritos em norma ASTM B637 e com outras análises de composição realizadas neste trabalho.

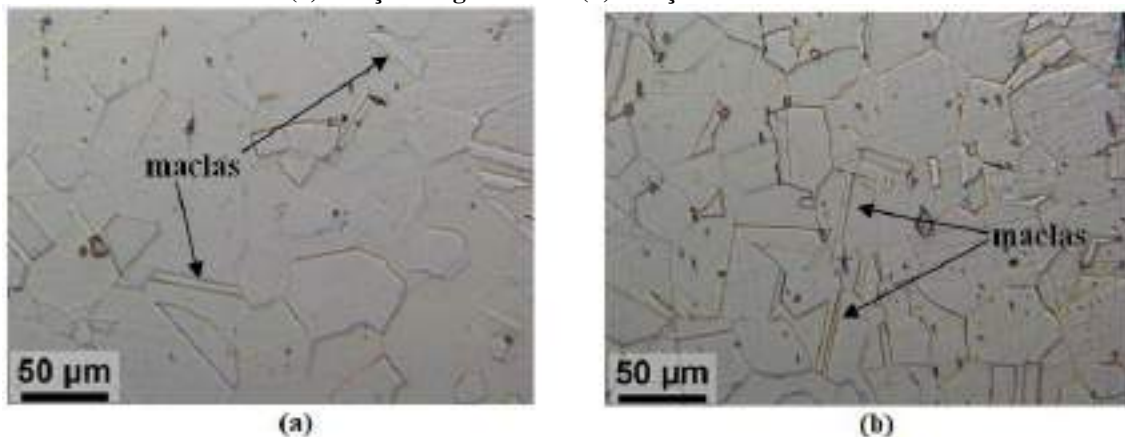
**Tabela 4 - Composição química do Material Base (% em peso) medida por Espectrometria de Emissão Óptica com Fonte de Plasma Acoplado.**

Composição Química do Material Base								
Elemento	Al	B	C	Cr	Co	Cu	Fe	Mn
% peso	0,40 ± 0,01	< 0,01	0,03 ± 0,01	19,02 ± 0,01	0,05 ± 0,01	0,17 ± 0,01	16,68 ± 0,25	0,08 ± 0,01
Elemento	Mo	Ni	Nb	P	S	Si	Ta	Ti
% peso	2,87 ± 0,01	52,52 ± 1,29	4,93 ± 0,05	0,01 ± 0,01	0,01 ± 0,01	0,11 ± 0,01	0,02 ± 0,01	1,07 ± 0,03

Fonte: Autor

Na Figura 35 são observadas as microestruturas, obtidas por MO, das seções transversais e longitudinais da liga de *Inconel 718* como recebida, segundo o fornecedor em condição solubilizada. A microestrutura cristalina é austenítica, cúbica de face centrada (CFC), com grãos equiaxiais, carbonetos (como mostrado na Figura 35) e com a presença de maclas. Nas duas seções há indicações de maclas oriundas do processo de recozimento das tiras (indicadas pelas setas nas figuras).

**Figura 35 – Imagem obtida por MO da tira laminada e solubilizada pelo fabricante como recebida, (a) direção longitudinal e (b) direção transversal.**

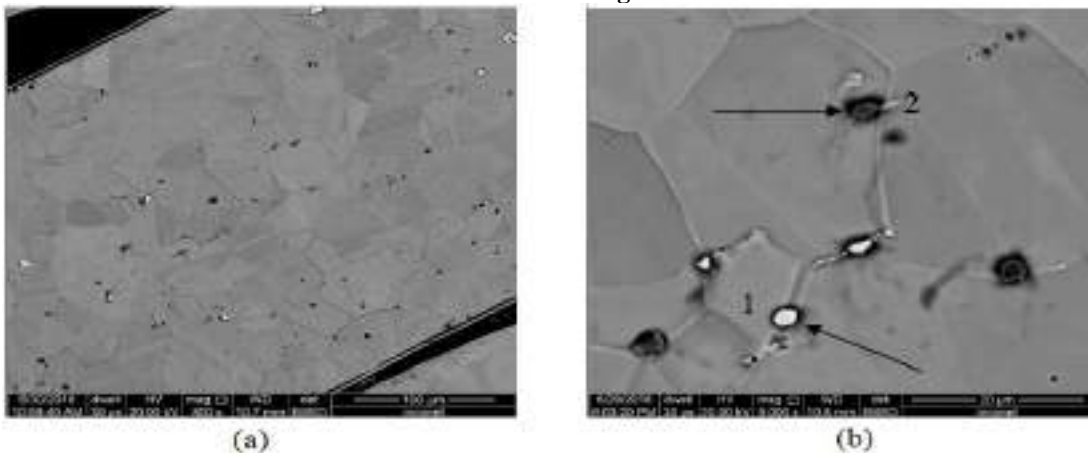


Fonte: Autor.

O tamanho de grão da tira calculado corresponde ao número 7 ASTM (equivalente a 32  $\mu\text{m}$ ) nas direções longitudinal e transversal da tira. A dureza Vickers média da tira na posição longitudinal e na posição transversal é de  $235 \pm 12$  HV.

Na Figura 36 são apresentadas as imagens obtidas por MEV da superfície da tira e podem ser observadas a presença de carbonetos e inclusões. Na Figura 36(b) é possível verificar os carbonetos indicados por setas.

**Figura 36 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons retroespalhados dos carbonetos do MB nas condições (laminada e solubilizada) como recebida do fabricante, (a) distribuídos na tira e (b) nos contornos de grão.**

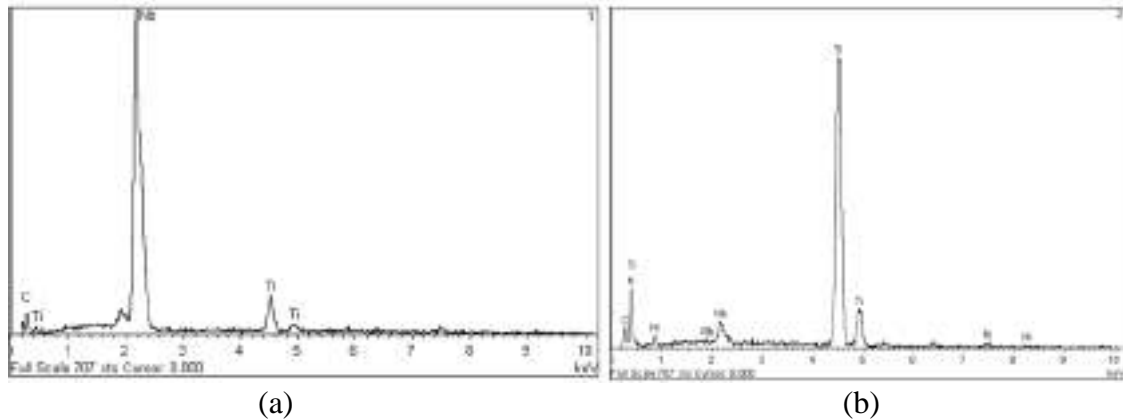


Fonte: Autor.

Na Figura 37 observam-se espectros dos pontos (1) e (2) indicados na Figura 36(b). No ponto (1) é indicado o carboneto de nióbio e no ponto (2), o carboneto de titânio. Estes mesmos carbonetos foram encontrados por BELAN (2015) em seu trabalho. Ainda segundo BELAN (2015), os carbonetos podem promover a resistência da matriz e são necessários para o controle do tamanho de grão em ligas que passam por processamento mecânico. O contorno de grão cresceu e foi ancorado pelo carboneto, fazendo com que uma grande parte dos carbonetos se posicione junto ao contorno de grão (PADILHA e AMBROZIO, 1985). Vários tipos de carbonetos são possíveis de serem encontrados, o que depende da composição e do processamento realizado na liga.

De acordo com SMITH e PATEL (2001), os carbonetos possuem efeitos benéficos como o aumento da dureza, do limite de escoamento e do limite de resistência da matriz. Provocam a ancoragem do contorno de grão, reduzindo o crescimento deles e favorecendo a resistência à fluência da superliga. Entretanto, também são apontados locais preferenciais para acúmulo de discordâncias, aumentando tensões residuais e favorecendo a nucleação de trincas.

**Figura 37 – Espectros relativos aos pontos indicados na Figura 36. a) Ponto 1 e b) Ponto 2.**



**Fonte: Autor.**

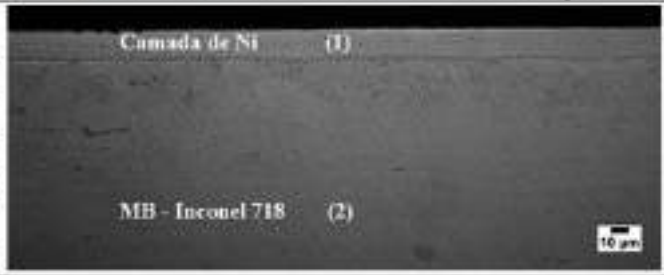
Os carbonetos, em especial de nióbio e titânio, estão distribuídos em toda a estrutura do *Inconel 718*, conforme mostrado na Figura 36(a), o que pode inibir o crescimento de grão durante o processamento do material para obtenção da junta da grade espaçadora. O tamanho de grão de 7 ASTM encontrado para este material é uma indicação da ação dos carbonetos nos contornos de grão, impedindo aumento destes grãos, conforme pode ser observado na Figura 36(b). Embora o material seja fornecido pelo fabricante na condição solubilizada, as condições do tratamento térmico de solubilização não foram suficientes para dissolver todos os carbonetos na matriz e deixar os elementos químicos em solução. A liga de *Inconel 718* é endurecível por precipitação, logo a presença de carbonetos faz parte do processo de endurecimento e resistência da liga, porém, as fases principais que contribuem para o endurecimento da liga são as do tipo  $\gamma'$  e  $\gamma''$  (KUO, 2009 e JANG *et al*, 2022).

### 5.1.1 Avaliação da Difusão de Elementos do MB

No ensaio realizado com CPs de tiras lisas preparadas com uma camada de níquel de 18  $\mu\text{m}$  e expostas à temperatura de 1060  $^{\circ}\text{C}$  por 30 minutos foi observado a difusão de elementos de liga constituintes da matriz da liga *Inconel 718* para a região da camada de níquel. As composições iniciais da camada de níquel e da tira de *Inconel 718* estão apresentadas na Figura 38.



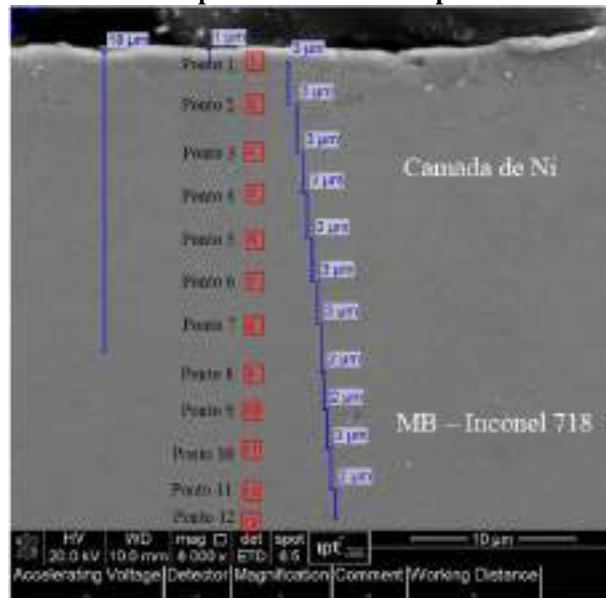
Figura 38 – Imagem obtida por MEV utilizando mapeamento por elétrons retroespalhados do MB antes do tratamento térmico, (1) composição química da camada de revestimento de níquel com espessura de 18  $\mu\text{m}$  obtida por EDS e (2) composição química da tira de *Inconel 718* obtida por EDS (% em peso).

(1)		Tira Revestida com Camada de Ni de 18 $\mu\text{m}$	(2)	
Elem.	% Peso		Elem.	% Peso
Al	0,12		Al	0,59
Cr	0,35		Ti	1,03
Fe	0,56		Cr	18,94
Ni	98,97		Fe	18,19
—	—		Ni	55,57
—	—		Nb	5,67

Fonte: Autor.

Na Figura 39 é apresentado o mapeamento da composição química realizado por EDS, de forma pontual, a partir da superfície da tira (incluindo camada com niquelação), até a matriz de *Inconel 718*. Observam-se os pontos na Figura 39 e a composição química dos elementos níquel (Ni), cromo (Cr) e ferro (Fe) na região da camada de níquel até a matriz de *Inconel 718* apresentada na Tabela 5.

Figura 39 – Indicação dos pontos da seção transversal da tira com 18  $\mu\text{m}$  de camada niquelada submetida à temperatura de 1060  $^{\circ}\text{C}$  por 30 minutos.



Fonte: Autor.

**Tabela 5 – Composição química (% em peso) dos pontos na Figura 39, obtida por EDS no MB e na camada niquelada de 18  $\mu\text{m}$ .**

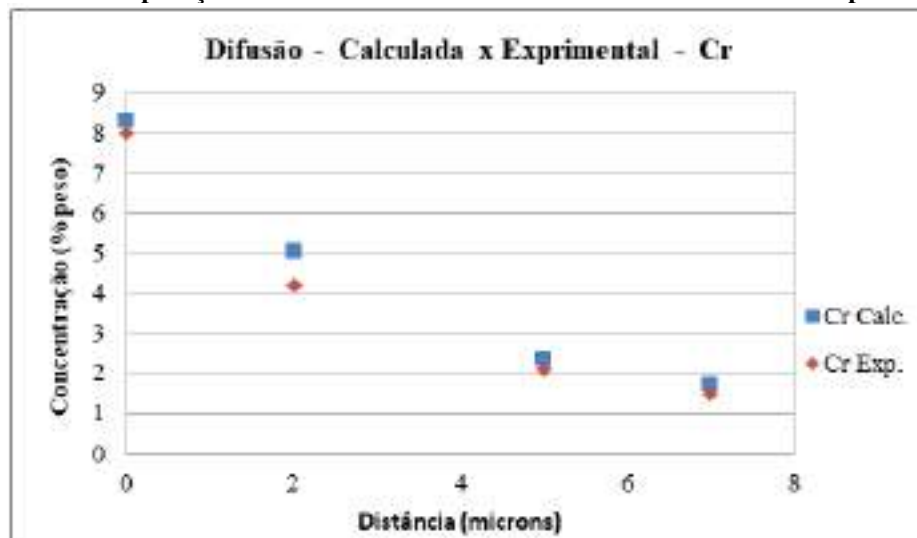
Elem. (% peso)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Ni	99,0	99,0	96,0	94,6	91,0	84,0	76,0	71,0	65,0	60,0	58,0	56,0
Cr	--	--	1,5	2,1	4,2	8,0	11,5	14,2	16,5	19,2	19,3	21,0
Fe	--	--	1,6	2,3	4,2	7,0	11,0	13,4	17,0	19,1	19,0	20,0

Fonte: Autor.

Na Tabela 5 observa-se que nos pontos (1) e (2), próximos à superfície, a camada de Ni apresenta quase 100 % de níquel. A partir do ponto (3) é observada a redução do Ni e o início da presença do Cr e Fe aumentando gradativamente até atingir a composição do *Inconel 718*. Os elementos Cr e Fe migraram da matriz do *Inconel 718* em direção à superfície da tira. Neste processo de difusão, estes elementos podem caminhar por defeitos na rede cristalina da tira de *Inconel 718*, passando pela camada de níquel até alcançar a superfície formando óxidos, que reduzem a eficiência da brasagem.

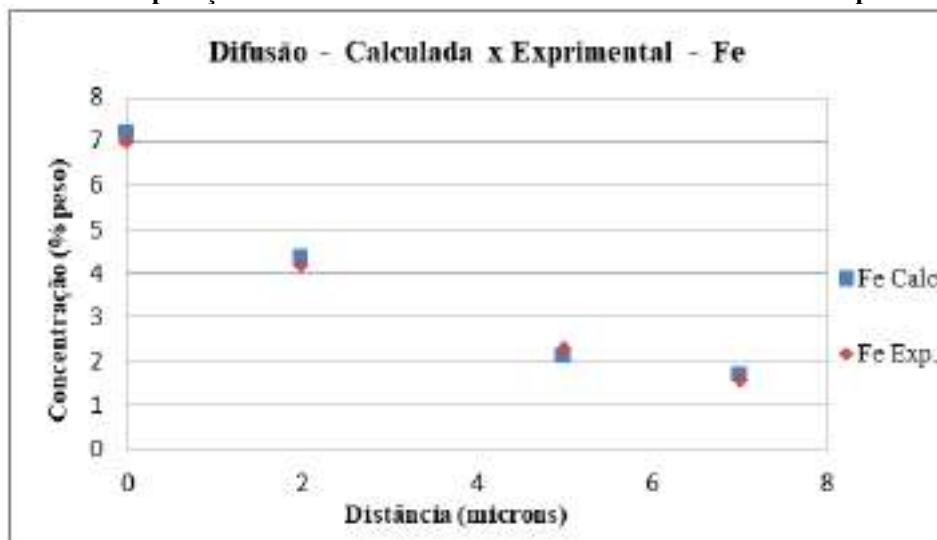
A difusão dos elementos Cr e Fe foram calculadas aplicando as equações (8) e (9) para o caso do processo de difusão não estacionário. Para fins de cálculo foi considerada a difusão a partir do Ponto 6 até o Ponto 3 da Figura 39. Os valores calculados foram comparados com os valores de concentração obtidos por MEV com auxílio do EDS. Os resultados de concentração, respectivamente, de Cr e Fe estão apresentados na Figura 40 e na Figura 41.

**Figura 40 – Comparação da difusão do elemento Cr dos valores calculados e experimentais.**



Fonte: Autor

Figura 41 – Comparação da difusão do elemento Fe dos valores calculados e experimentais.



Fonte: Autor.

Os valores calculados e experimentais das concentrações, em relação às distâncias de difusão para os elementos Cr e Fe estão próximos, como podem ser observados nas Figuras 40 e 41. Apesar das aproximações utilizadas nos valores calculados, como também, em consequência das incertezas de medida na análise experimental, os resultados obtidos indicaram uma convergência no comportamento de difusão dos elementos Cr e Fe da matriz do *Inconel 718* para superfície da tira niquelada.

## 5.2 Avaliação do Material de Adição (MA)

Na Tabela 6 é mostrada a composição química do MA obtida após a fusão da pasta de brasagem em temperatura de 950 °C e tempo de 10 minutos em forno a vácuo. Os resultados obtidos na Tabela 6 estão de acordo com os encontrados na norma AWS A5.8 (2019) para este material.

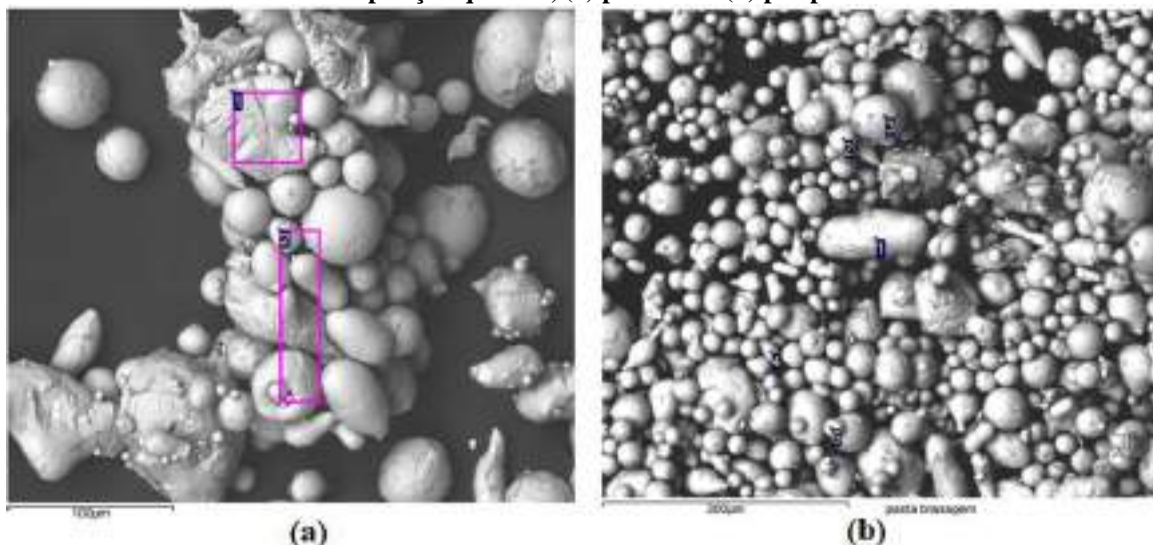
Tabela 6 – Composição Química do Material de Adição (% em peso) obtida pela técnica de energia dispersiva – EDX.

Composição Química do Metal de Adição			
Elemento	Ni	Cr	P
% peso	77,1 ± 1,10	14,3 ± 0,10	8,6 ± 0,30

Fonte: Autor.

Na Figura 42 são apresentadas as imagens obtidas por MEV do MA na forma de pó com indicação das áreas para análise por EDS.

**Figura 42 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons retro espalhados com indicação de análise de composição química, (a) por área e (b) por ponto.**



Fonte: Autor.

Na Tabela 7 são apresentadas as composições químicas referentes às áreas indicadas na Figura 42(a) e dos pontos propostos na Figura 42(b).

**Tabela 7 – Composição química obtida por EDS (% em peso) nas áreas em (a) e nos pontos em (b) da Figura 42.**

Área	P	Cr	Ni
1	9,41	14,98	75,13
2	10,17	14,80	74,51
Ponto	P	Cr	Ni
1	1,76	13,34	83,52
2	11,09	14,77	74,14
3	11,83	14,96	72,47
4	7,31	16,09	76,11
5	8,89	15,45	75,05

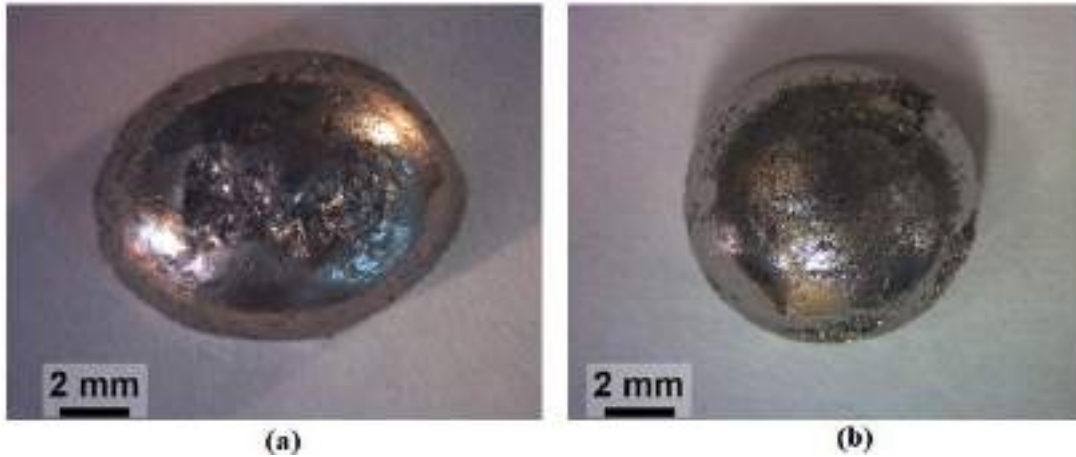
Fonte: Autor.

A partir dos resultados apresentados na Tabela 7 é possível observar que as partículas do MA são formadas pelos elementos NiCrP e que as composições químicas de algumas partículas são pobres em fósforo.

Na Figura 43 são apresentadas imagens obtidas por meio de lupa estereoscópica do MA fundido. A imagem Figura 43(a) é do MA na temperatura de 950 °C e 10 minutos, enquanto na Figura 43(b) as condições foram de 1060 °C e 10 minutos. As amostras foram fundidas em forno a vácuo com pressão menor que  $10^{-3}$  mbar. A imagem

do MA fundido nas duas temperaturas apresenta uma superfície irregular com pequenas falhas.

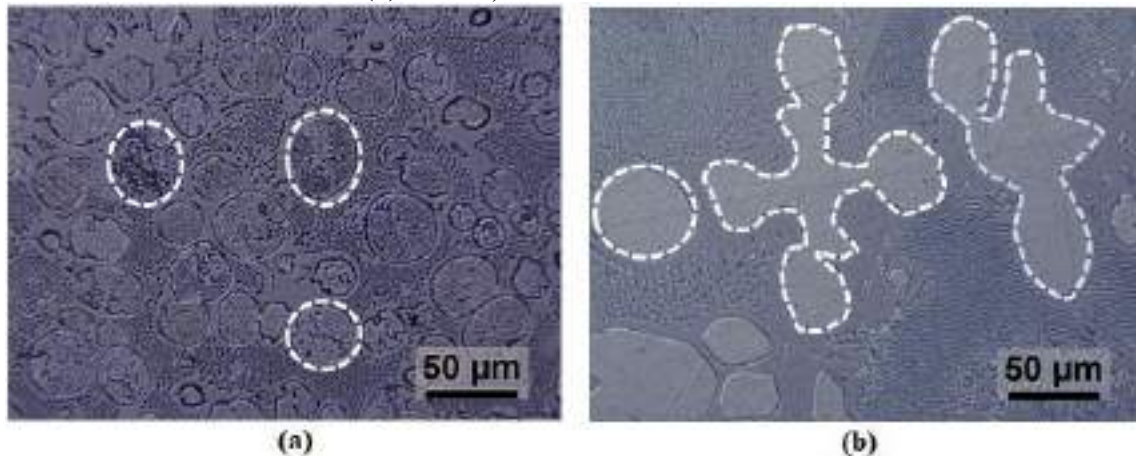
**Figura 43 – Imagem obtida na lupa estereoscópica do MA fundido em forno a vácuo, (a) 950 °C e 10 minutos, e (b) 1060 °C e 10 minutos.**



Fonte: Autor.

Após fusão da pasta de brasagem conforme apresentado na Figura 43, as amostras foram preparadas por metalografia e observadas por MO. Na Figura 44 são apresentadas imagens obtidas por MO nas duas temperaturas.

**Figura 44 – Imagem obtida por MO da microestrutura do MA, (a) 950 °C, 10 min e resfriamento no forno e (b) 1060 °C, 10 min e resfriamento no forno.**

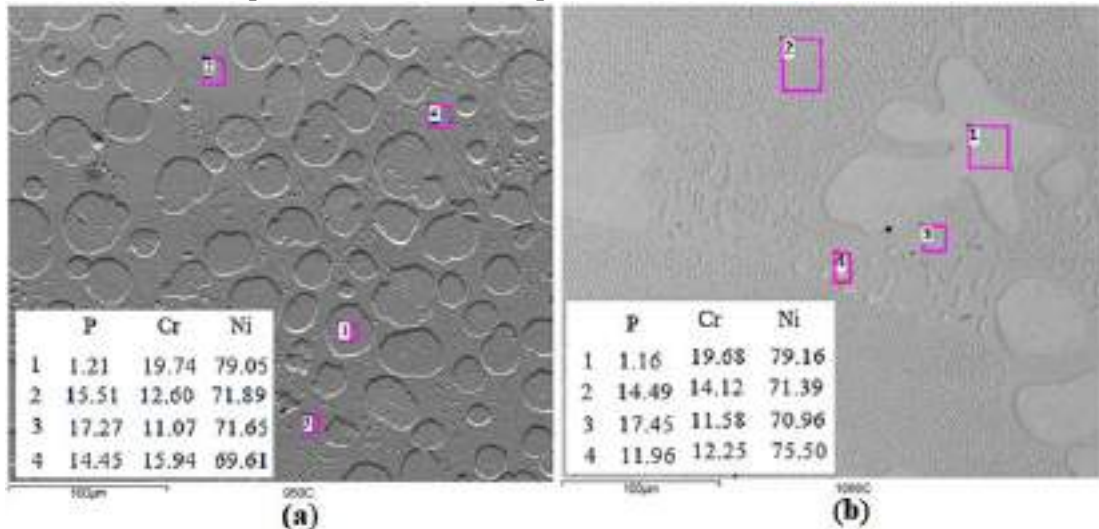


Fonte: Autor.

Na análise da imagem da Figura 44 é possível observar o MA fundido nas temperaturas de 950 °C e 1060 °C, nestas duas temperaturas a microestrutura não é homogênea. Verifica-se a formação de regiões delineadas por linhas tracejadas brancas na figura. Na imagem da Figura 44(a) é observada uma maior quantidade destas regiões com tamanhos menores, enquanto na Figura 44(b) é verificada uma menor quantidade e em

tamanhos maiores, quando comparado com a Figura 44(a). Na temperatura de 1060 °C houve um coalescimento destas regiões resultando em regiões maiores. Na Figura 45 é apresentada a imagem obtida por MEV com indicações dos pontos onde foi realizada a análise por EDS.

**Figura 45 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons secundários e em detalhe a composição química por EDS (% em peso), (a) temperatura de 950 °C, tempo de 10 min e resfriamento dentro do forno (b) temperatura de 1060 °C, tempo de 10 min e resfriamento dentro do forno.**



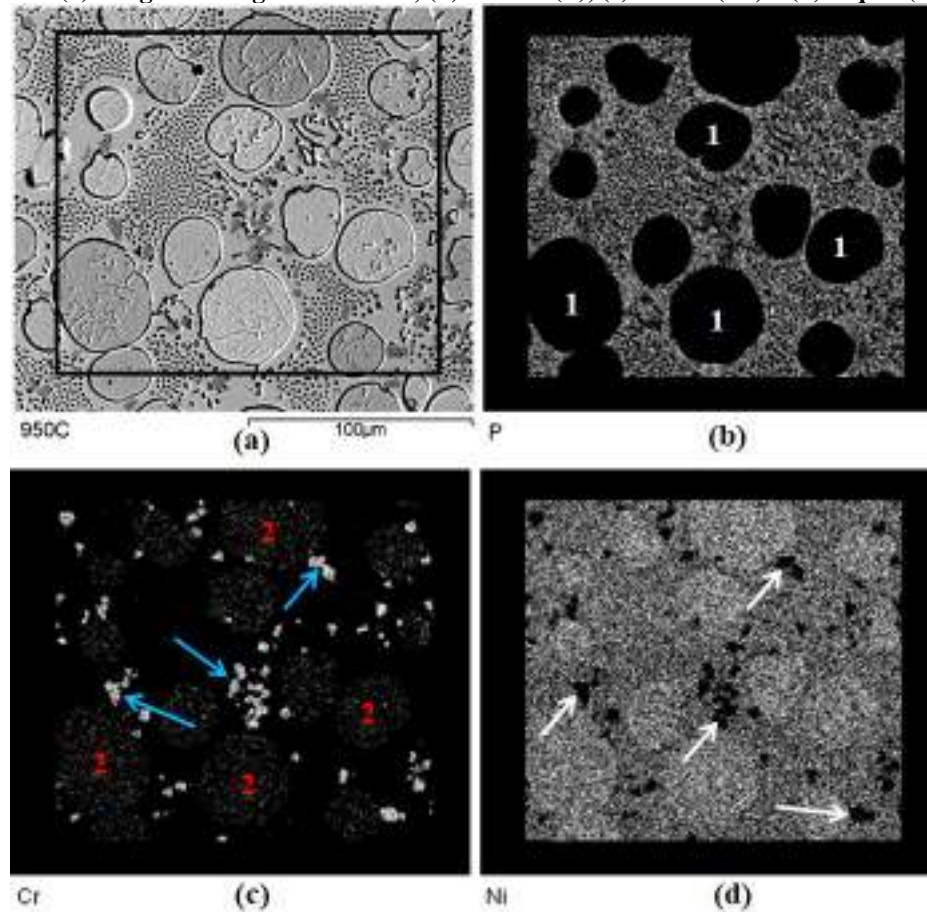
Fonte: Autor.

As análises realizadas por EDS no MA nas duas temperaturas indicaram uma mesma tendência. As regiões do ponto 1 tiveram o menor teor de fósforo, quase residual e apresentaram maiores concentrações de cromo e níquel. Estas regiões parecem estar com maior depressão, conforme observado na Figura 45, possivelmente por sofrerem maior desgaste, em relação às outras regiões durante a etapa de polimento na preparação metalográfica. Os pontos 2, 3 e 4 apresentaram maior teor de fósforo e menor teor de cromo em relação à região 1. A distribuição do níquel não é uniforme, quando se analisa uma temperatura estudada, no entanto, apresentou um padrão de distribuição similar nos pontos medidos nas duas temperaturas.

Na Figura 46 é apresentado o mapeamento dos elementos químicos (Ni, Cr, P) realizado para a temperatura de 950 °C.



**Figura 46 –** Imagens obtidas por MEV utilizando mapeamento por elemento químico usando elétrons retroespalhados do MA fundido em 950 °C, tempo de 10 min e resfriamento dentro do forno (a) imagem da região analisada, (b) fósforo (P), (c) cromo (Cr) e (d) níquel (Ni).



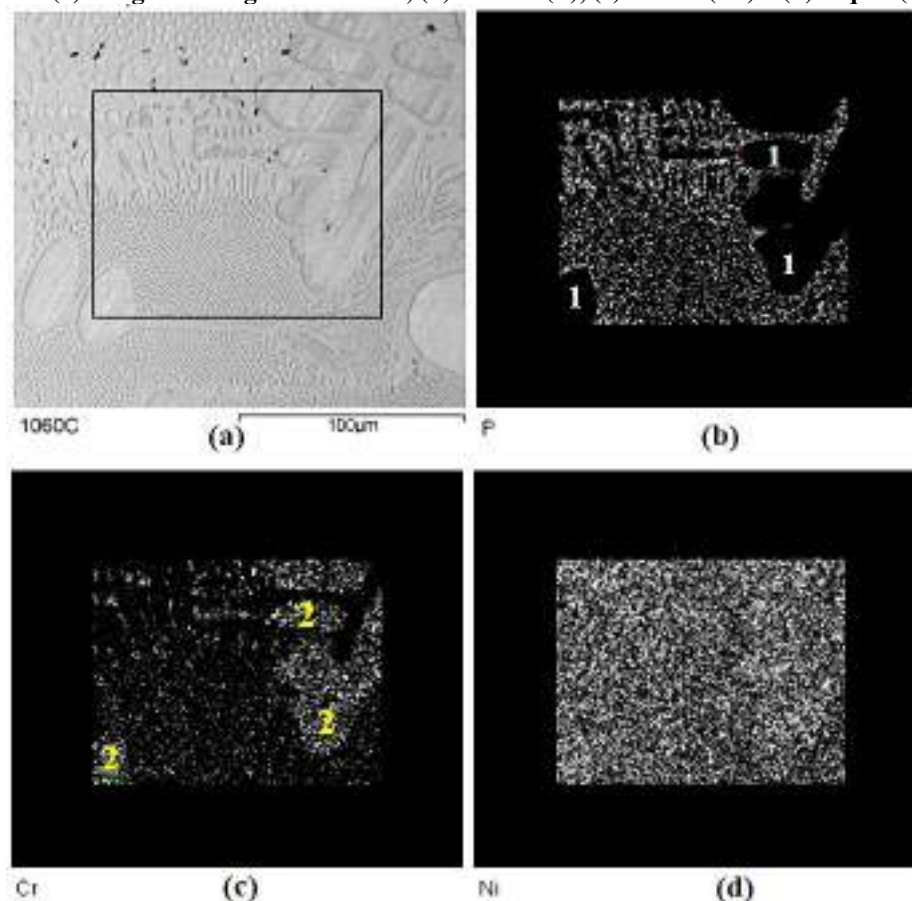
Fonte: Autor.

Na Figura 46(b) é apresentado o mapeamento do fósforo e observam-se algumas regiões sem a presença deste elemento, como indicado pelo número 1, e uma distribuição homogênea nas outras regiões. No mapeamento do cromo é possível observar as regiões pobres de fósforo e maiores teores de cromo (região indicada pelo número 2), além de ser possível observar regiões com segregações de cromo indicadas pelas setas, como observado na Figura 46(c). O mapeamento de níquel indicou distribuição quase uniforme por toda a região, com exceção das regiões com elevada presença de cromo indicadas pela seta, conforme observado na Figura 46(d).

Na Figura 47 é apresentado o mapeamento de elementos (Ni, Cr, P) para a temperatura de 1060 °C. De maneira semelhante para a temperatura de 950 °C, o fósforo está distribuído de maneira uniforme, com exceção de algumas regiões, onde não foi detectado, conforme indicado pelo número 1 na Figura 47(b). O cromo está bem distribuído em toda extensão da imagem com maior concentração na região que, não é

observado o fósforo, vide áreas com o número 2 da Figura 47(c). O níquel está distribuído uniformemente em toda a região analisada como observado na Figura 47(d).

**Figura 47 – Imagens obtidas por MEV utilizando mapeamento por elemento químico usando elétrons retroespalhados do MA fundido em 1060 °C, tempo de 10 min e resfriamento dentro do forno (a) imagem da região analisada, (b) fósforo (P), (c) cromo (Cr) e (d) níquel (Ni).**



Fonte: Autor.

### 5.3 Determinação das Condições de Brasagem

#### 5.3.1 Estudo das Condições de Molhabilidade

A tira utilizada nesta análise foi fabricada em condições de projeto, isto é, com uma fina camada de níquel. A camada foi medida utilizando escala acoplada em MO e o valor médio encontrado foi de  $3,22 \pm 0,43 \mu\text{m}$ . A camada de níquel nas tiras revestidas permitiu um bom espalhamento e molhabilidade do MA sobre a superfície da tira, além de fornecer uma proteção contra oxidação durante a brasagem da junta em forno a vácuo. Na Figura 48 é mostrada a imagem obtida por MO da seção da tira revestida com níquel e indicação de medidas da espessura da camada de níquel na superfície.



De acordo com CHRISTENSEN *et al* (1974) e AMATO (1972), a presença de metais reativos na superfície do *Inconel 718* produz óxidos que são difíceis de reduzir durante o processo de brasagem em forno a vácuo. Portanto, a aplicação de uma fina camada de níquel na superfície auxilia na melhoria da molhabilidade do MB pelo MA.

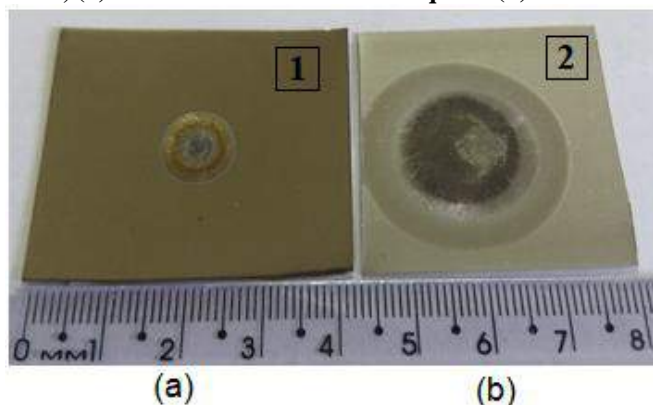
**Figura 48 – Imagem obtida por MO da tira solubilizada pelo fabricante, como recebida, com revestimento de níquel na parte superior. Imagem da camada obtida por MO.**



**Fonte: Autor.**

Na Figura 49 são apresentados os CPs de duas tiras lisas de *Inconel 718* após a fusão do MA na superfície do MB. Este estudo foi realizado com objetivo de estudar a molhabilidade da tira. O CP sem revestimento de níquel (Figura 49(a)) apresentou um diâmetro molhado pelo MA cerca de três vezes menor em relação ao CP revestido com níquel (Figura 49(b)). A maior área percorrida pelo MA na superfície da tira de *Inconel 718* com niquelação indicou maior molhabilidade nesta condição, assim a niquelação das tiras auxiliou na brasagem das juntas em forno a vácuo. A tira com revestimento de Ni apresentou área molhada de  $(311,98 \pm 4,87) \text{ mm}^2$ , enquanto a tira sem revestimento de Ni apresentou área molhada de  $(107,99 \pm 12,15) \text{ mm}^2$ .

**Figura 49** – Imagem obtida por MO da molhabilidade do MA sobre a tira, fundida em forno a vácuo, a 1060 °C e 10 min, (a) tira sem revestimento de níquel e (b) tira com revestimento de níquel.



Fonte: Autor.

Os valores encontrados de área molhada das tiras com e sem revestimento de Ni estão de acordo com aqueles encontrados por LANKIEWICZ *et al* (2015), utilizando como MB o *Inconel 718* e o MA à base de liga de Ni, no qual a molhabilidade foi cerca de três vezes maior em tiras revestidas com níquel, quando comparada com tiras com outros tratamentos realizados na superfície.

A tira com superfície protegida com níquel (Figura 49(b)) oxidou menos durante o ensaio e possibilitou maior molhabilidade, o que era esperado, pois a camada de níquel eletrodepositada na superfície da tira auxilia na proteção do *Inconel* reduzindo a formação de óxidos menos estáveis de outros elementos químicos. A tira sem revestimento de níquel (Figura 49(a)) apresentou maior oxidação durante o ensaio, não permitindo assim, que a gota de metal líquido tivesse um espalhamento maior sobre a superfície da tira de *Inconel*.

Segundo EGRY *et al* (2010) para os metais líquidos, o elemento mais ativo e está presente em toda a superfície é o oxigênio. As energias de superfície e os valores de ângulo de contato são muito sensíveis para impurezas, em particular o oxigênio, pois podem modificar tanto as propriedades de superfície do metal líquido quanto do metal sólido.

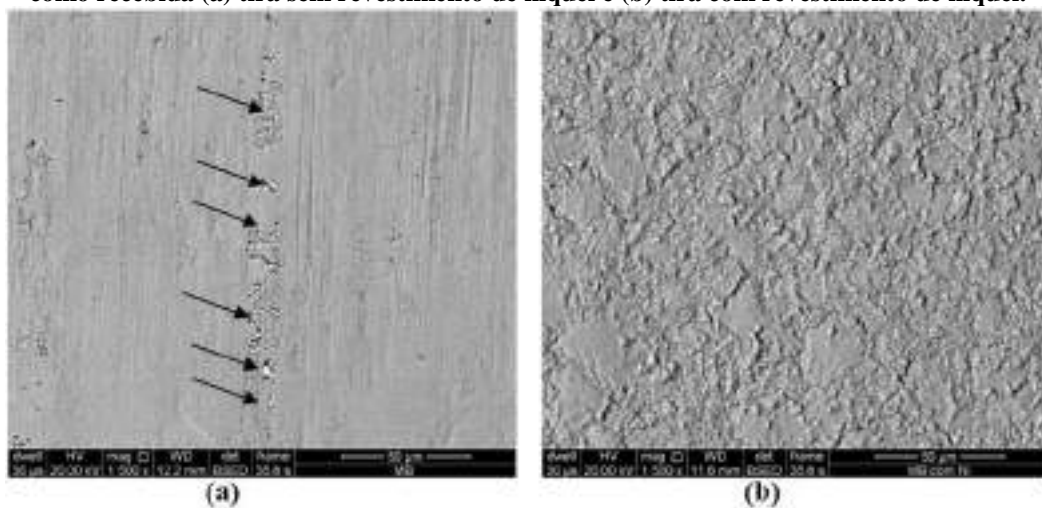
O molhamento é favorecido quando a energia de superfície sólido-vapor ( $\gamma_{SV}$ ) é hegemônica em relação à energia de superfície sólido-líquido ( $\gamma_{SL}$ ). No caso da presença de materiais adsorvidos na superfície dos sólidos, como materiais orgânicos, poeira, vapor de água e óxidos de metais a energia de superfície ( $\gamma_{SV}$ ) é reduzida e prejudica o molhamento. Uma forma de aumentar o molhamento é diminuir as energias de superfície ( $\gamma_{SL}$  e  $\gamma_{LV}$ ), as quais dependem da temperatura e da pressão atmosférica. Quando aumenta a temperatura e diminuem as pressões, ambas as energias ( $\gamma_{SL}$  e  $\gamma_{LV}$ ) podem ser reduzidas. Esta é uma das

razões que a brasagem a vácuo ser utilizada para aumentar o molhamento em superfícies sólidas (YUAN *et al*, 2013).

Pode-se supor em relação às energias de superfície ( $\gamma_{SV}$ ,  $\gamma_{SL}$  e  $\gamma_{LV}$ ), na tira revestida com níquel, que o efeito da energia de superfície sólido/vapor ( $\gamma_{SV}$ ) foi predominante as energias sólido/líquido, ( $\gamma_{SL}$ ) e líquido/vapor ( $\gamma_{LV}$ ) (vide Figura 49), pois a gota de metal líquido apresentou maior diâmetro molhado, quando comparado com a tira sem revestimento de níquel. A força de adesão entre o MA e o MB foi mais efetiva do que a força de coesão presente no MA, nesta situação aumentou-se a região “molhada”.

As superfícies das tiras submetidas ao ciclo térmico em forno a vácuo foram observadas, por meio do MEV. Na Figura 50 são mostradas imagens de sua superfície.

**Figura 50 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons retroespalhados da superfície da tira como recebida (a) tira sem revestimento de níquel e (b) tira com revestimento de níquel.**



**Fonte: Autor.**

Na Figura 50(a) verifica-se uma superfície lisa e com linha de carbonetos na parte central (indicados pelas setas), ocasionada pelo processo de conformação mecânica da liga de *Inconel 718*. Na Figura 50(b), a tira apresenta uma superfície irregular com acabamento de superfície aparentemente mais rugoso, em razão do processo de niquelação. No entanto, a rugosidade média encontrada em ambas as superfícies foi de  $0,22 \pm 0,02 \mu\text{m}$  Ra, portanto, não apresentaram diferenças significativas entre o acabamento da tira laminada com e sem revestimento de níquel. De acordo com WAY *et al* (2019), a maioria dos estudos constatou que, pelo menos até certo ponto, as superfícies de baixa rugosidade fornecem melhor molhabilidade, permitindo uma brasagem adequada e, portanto, maior resistência ao cisalhamento da junta.

Na Tabela 8 são apresentadas as energias de superfície ( $\gamma_{SL}$ ) dos dois líquidos utilizados sobre as tiras revestidas com níquel e sem revestimento de níquel.

**Tabela 8 – Valores obtidos de energia de superfície para as tiras revestidas com Ni.**

Energia de Superfície ( $\gamma_{SL}$ )		
Energia	Tira com revestimento de Ni	Tira sem revestimento de Ni
Dispersiva - $\gamma_s^d$ (mN/m)	23,11	24,56
Polar - $\gamma_s^p$ (mN/m)	0,24	1,12
Total - $\gamma_{SL}^{total}$ (mN/m)	23,35	25,68

**Fonte: Autor.**

A tira com revestimento de níquel apresentou energia de superfície ( $\gamma_{SL}$ ) de 23,35 mN/m e a sem revestimento de níquel de 25,68 mN/m. Apesar das energias de superfície dos sólidos estarem próximas tanto para a superfície da tira revestida e sem revestimento de Ni, durante a brasagem a molhabilidade nas duas superfícies foram diferentes indicando que, em altas temperaturas e vácuo mudaram as condições das energias de superfície. O ensaio realizado com os líquidos foi em temperatura ambiente e pressão atmosférica, enquanto o ensaio de molhabilidade do MB pelo MA foi realizado em forno a vácuo em altas temperaturas e pressões baixas, apesar de serem ensaios realizados em condições diferentes se manteve a tendência do resultado.

No ensaio de molhabilidade com o MA sobre a tira nas temperaturas de brasagem (Figura 49), os resultados do ângulo de molhamento indicaram diferenças entre a tira revestida com níquel e a tira sem revestimento de níquel. Na tira de *Inconel 718* com revestimento de níquel, o ângulo de molhamento foi aproximadamente  $2^\circ \pm 1^\circ$  (dois graus). Na Figura 51 são observadas as extremidades e o centro da amostra indicando a molhabilidade do MA líquido sobre a tira de *Inconel 718* niquelada.

**Figura 51 – Imagem obtida por MO indicando a molhabilidade do MA sobre a tira com revestimento de Ni, fundida em forno a vácuo, a 1060 °C e 10 minutos, (a) e (c) fotos das extremidades da amostra e (b) foto do meio da amostra.**



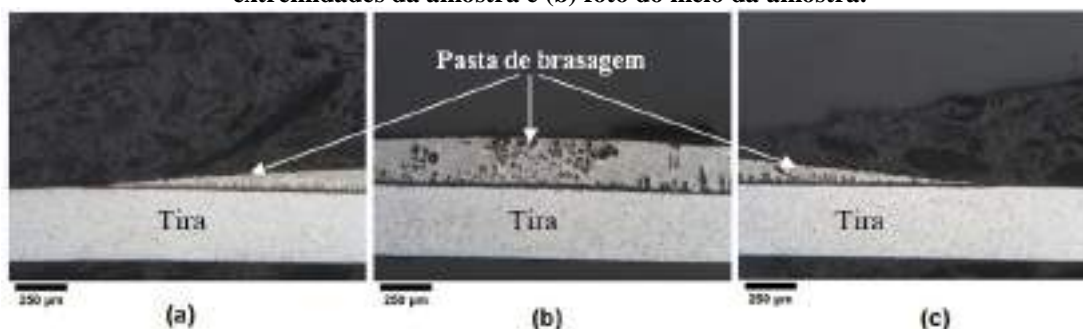
Fonte: Autor.

O ângulo de contato formado entre o MA líquido e a superfície revestida com níquel foi próximo de  $0^\circ$  (zero graus) em razão do níquel ser o elemento químico de maior quantidade no MA. Os valores encontrados para o ângulo de molhamento,  $\Theta$ , medido por metalografia, estão de acordo com os resultados obtidos por LANKIEWICZ *et al* (2015). Estes autores encontraram valores para ângulo de molhamento de  $2^\circ$  a  $5^\circ$  (dois a cinco graus) para uma superfície de *Inconel 718* revestidas com níquel por eletrodeposição.

Na tira de *Inconel 718* sem o revestimento de níquel, o ângulo de molhamento foi aproximadamente  $6^\circ \pm 1^\circ$  (seis graus). Apesar de ser um ângulo de molhamento baixo, o MA não espalha sobre a superfície completamente, o que está de acordo com BATTENBOUGH (2011) que afirma que superfícies com sujidades e a presença de óxidos diminuem o molhamento do MB pelo MA e, conseqüentemente, aumenta-se ângulo de contato.

Na Figura 52 são observadas as extremidades e o centro da amostra indicando a molhabilidade do MA, no estado líquido, sobre a tira de *Inconel 718* sem revestimento é inferior à condição da tira revestida com níquel.

**Figura 52 – Imagem obtida por MO do aspecto da molhabilidade do MA sobre a tira sem revestimento de Ni, fundida em forno a vácuo, a 1060 °C e 10 minutos, (a) e (c) fotos das extremidades da amostra e (b) foto do meio da amostra.**

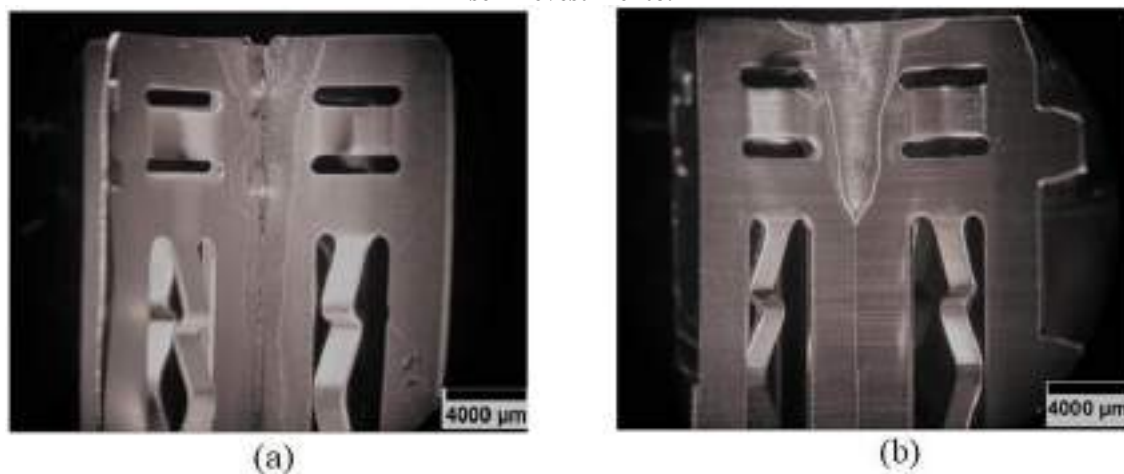


Fonte: Autor.

Em estudos realizados por TAN *et al* (2022) foi encontrado ângulo de molhamento variando de 3° a 7° (três a sete graus), quando utilizou MA a base de Ni-Cr-P sobre a superfície de Inconel 718 em temperatura de 1050 °C e tempo de 10 a 30 minutos. Estudos realizados por SUN e WANG (2023) mostraram ângulos de molhamento de 3° (três graus) entre o MA a base de Ni-Cr-P sobre a superfície de liga a base de Ni-Cr corroborando com os resultados encontrados neste trabalho.

Na Figura 53 é apresentado o resultado da brasagem em duas juntas nas mesmas condições de tempo (10 min) e temperatura (1060 °C) em forno a vácuo. A junta formada por tiras revestidas com níquel (Figura 53(a)) apresentou boa molhabilidade e o material de adição espalhou ao longo de toda a superfície da junta promovendo a brasagem por capilaridade. Enquanto a junta formada por tiras sem revestimento de níquel (Figura 53(b)), o MA acumulou na parte superior da junta e não promoveu a molhabilidade, conseqüentemente, a junta não foi preenchida de forma completa e não ocorreu uma brasagem eficiente.

**Figura 53 – Imagem obtida por lupa estereoscópica da junta brasada, em forno a vácuo, a 1060 °C e 10 minutos com MA posicionado na parte superior da junta, (a) tira revestida com níquel e (b) tira sem revestimento.**



Fonte: Autor.

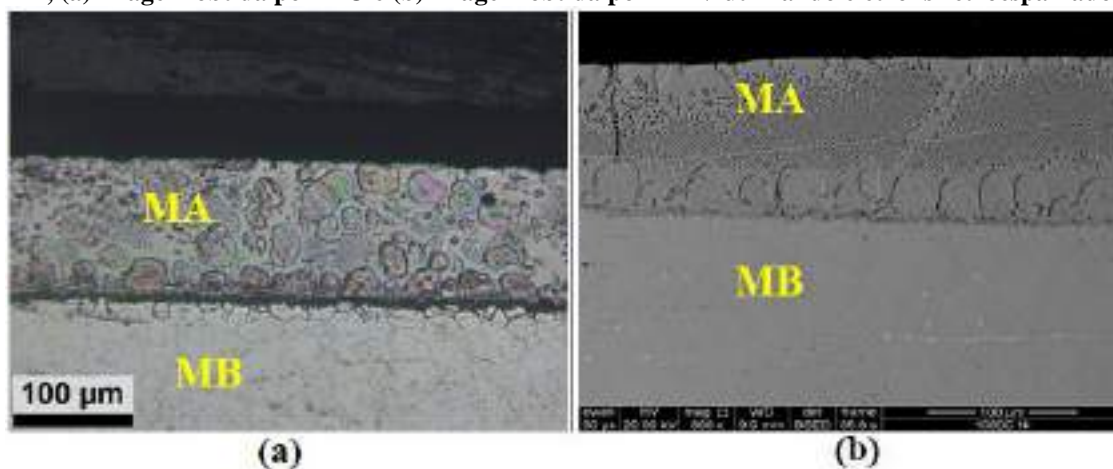
A molhabilidade pelo MA líquido pode ser afetada por impurezas ativas presentes na superfície do MB e, principalmente, por óxidos que suprimem o molhamento e inibem o espalhamento do material líquido sobre a superfície (BRAZING HANDBOOK, 1991 e BATTENBOUGH, 2011). Em ambos os casos das Figura 53(a) e Figura 53(b), as tiras de níquel oxidaram dentro do forno mesmo em vácuo. A liga *Inconel 718* apresenta materiais reativos com oxigênio, tais como o titânio e o cromo, que oxidam facilmente na presença de temperaturas elevadas (BATTENBOUGH, 2011).

Portanto, a partir destes resultados verificou-se que o ângulo de contato formado entre o MA líquido e a superfície sem revestimento de níquel foi maior que o ângulo formado entre o MA líquido e a tira revestida com níquel. O aumento do ângulo de contato indicou a influência de impurezas, como do óxido, na superfície do MB, diminuindo a energia de superfície sólido/vapor,  $\gamma_{sv}$ . Maior espessura da camada de óxido e mais contínua torna mais difícil a junção do MA líquido e o substrato. Quando o ângulo de contato,  $\Theta$ , tende a zero, o molhamento é considerado ideal, o que leva a formar solução sólida e intermetálicos entre o MA líquido e o substrato (CAHN, 1999).

Na Figura 54 são apresentadas as imagens obtidas por MO e por MEV do MA sobre o MB.



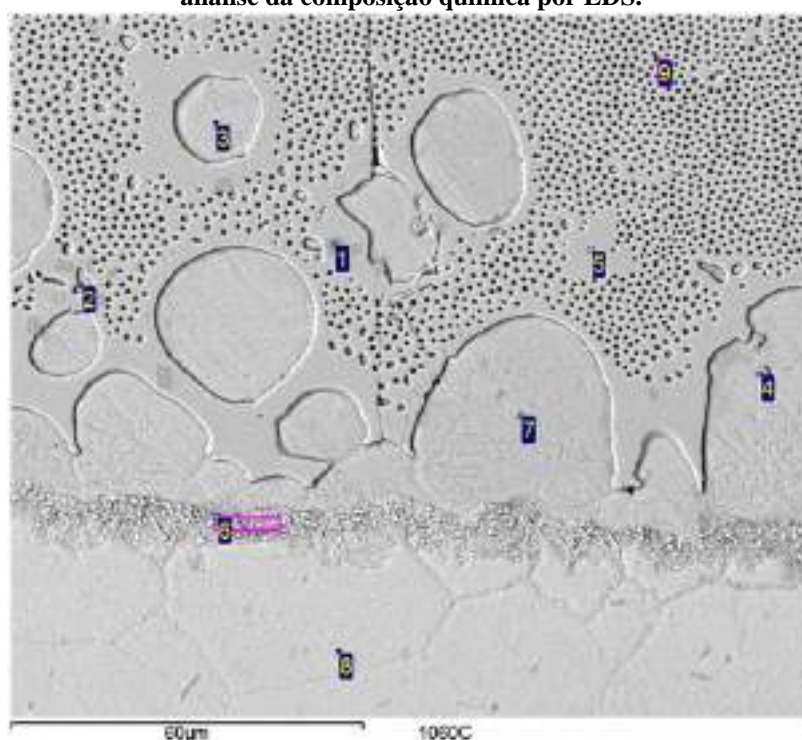
**Figura 54 –** Imagens do MA fundido sobre o MB com camada de Ni em forno a vácuo a 1060 °C e 10 min, (a) imagem obtida por MO e (b) imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados.



Fonte: Autor.

Na Figura 55 é apresentada imagem obtida por MEV com indicação dos pontos para análise da composição química por EDS no MA e no MB.

**Figura 55 –** Imagem obtida por MEV utilizando elétrons secundários do MA fundido sobre o MB em forno a vácuo a 1060 °C e 10 min. Imagem obtida por MEV com indicação dos pontos para análise da composição química por EDS.



Fonte: Autor.

Na Tabela 9 é apresentada composição química das regiões identificadas na Figura 55. Os pontos 1 e 4 são regiões com alto teor de Cr e possuem Ni com menor teor comparado com as outras regiões. Os pontos 5 e 9 são regiões ricas em Ni e P. Os pontos



2, 3 e 7 são regiões ricas em Ni e Cr. A área representada pelo ponto 6 é uma região de interface do MA com MB com a presença de Nb e Fe do MB e P do MA. O ponto 8 apresenta a composição química dos principais elementos constituintes do MB.

**Tabela 9 – Composição química (% em peso) dos pontos da Figura 55.**

Ponto	Al	P	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	Mo
1	0,00	11,99	0,00	49,34	0,00	38,67	0,00	0,00
2	0,00	1,01	0,00	18,66	0,00	80,33	0,00	0,00
3	0,00	1,06	0,00	20,04	0,53	78,36	0,00	0,00
4	0,00	10,36	0,00	43,56	0,00	46,08	0,00	0,00
5	0,00	17,82	0,00	11,43	0,00	70,74	0,00	0,00
6	0,00	5,34	0,94	16,11	11,40	60,48	5,72	0,00
7	0,00	1,05	0,00	20,11	0,45	78,39	0,00	0,00
8	0,66	0,00	1,24	19,14	17,66	51,92	5,87	3,50
9	0,00	16,28	0,00	13,15	0,00	70,57	0,00	0,00

**Fonte: Autor.**

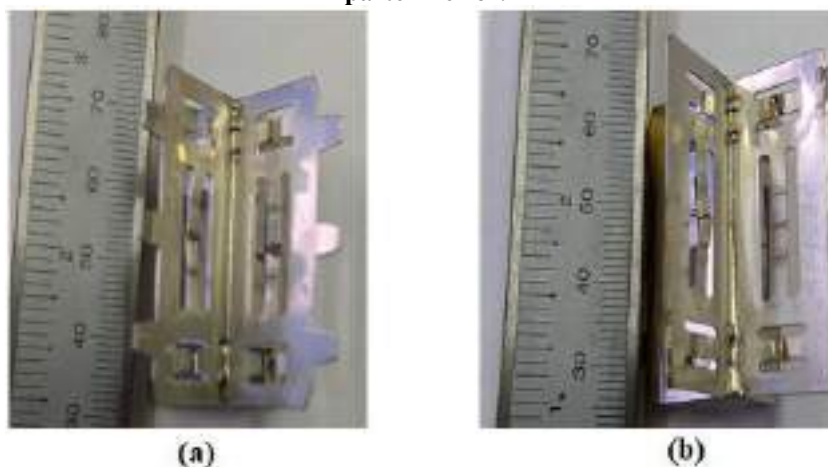
Observou-se que a distribuição dos elementos químicos constituintes do MA, na região da junta de brasagem não é uniforme, conforme mostrado na Tabela 9, pois verificaram-se diversas regiões com segregações de fósforo, cromo e níquel.

Foram selecionadas para os ensaios subsequentes, as temperaturas de brasagem de 950 °C e 1060 °C e tempo de 600 segundos (10 minutos). Testes com a temperatura de 1005 °C não prosseguiram em razão do grande número de amostras que seriam geradas. A temperatura de 950 °C foi selecionada em razão da pasta de brasagem ter melhor desempenho, em temperatura de 50 °C acima da sua temperatura *Liquidus*. A condição de 1060 °C foi selecionada pelo melhor comportamento dos ensaios de cisalhamento, conforme apresentado no item de propriedades mecânicas.

### 5.3.2 Avaliação da Folga da Junta

Na Figura 56 são apresentadas as imagens do cordão de brasagem em duas juntas brasadas na mesma temperatura de 1060 °C, tempo de 10 minutos e pressão de  $10^{-3}$  mbar. Na imagem da Figura 56(a), a brasagem foi realizada de maneira convencional (MA colocado na parte superior da junta), na Figura 56(b) o MA foi colocado na parte inferior da junta. O objetivo era avaliar se a folga existente na junta seria capaz de permitir a brasagem por capilaridade e o preenchimento completo da folga.

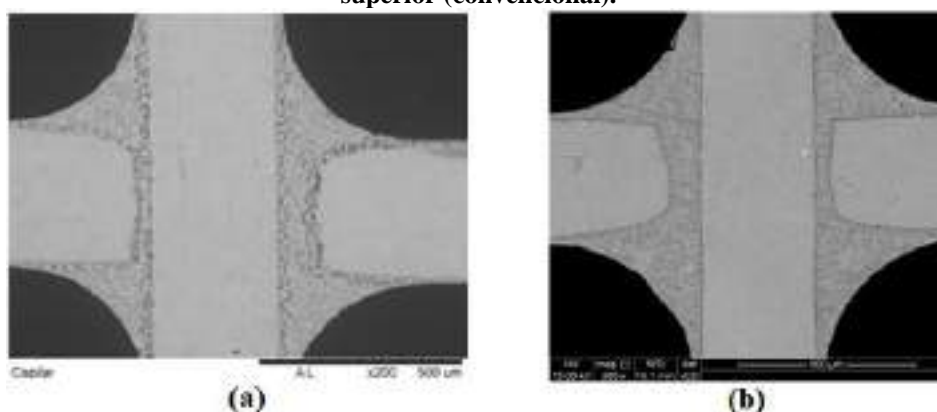
**Figura 56 – Comparação do cordão de brasagem com MB niquelado entre juntas brasadas a 950 °C e 10 minutos, (a) MA adicionado de forma convencional (parte superior) e (b) MA adicionado na parte inferior.**



**Fonte: Autor.**

O resultado obtido a partir de inspeção visual indicou um preenchimento total da junta, conforme pode ser observada na Figura 56, em qualquer posicionamento do MA, quer na região superior ou inferior da junta. Os cordões de brasagem das duas juntas não apresentaram diferenças significativas, sugerindo uma brasagem sem descontinuidades, o que indica a seleção de uma folga adequada na junta. Na análise por MEV, as seções analisadas não apresentaram diferenças significativas entre si e nem descontinuidades como poros e trincas, conforme pode ser visualizado na Figura 57.

**Figura 57 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons secundários da seção transversal da junta brasada obtida por MEV, (a) MA adicionado na parte inferior e (b) MA adicionado na parte superior (convencional).**

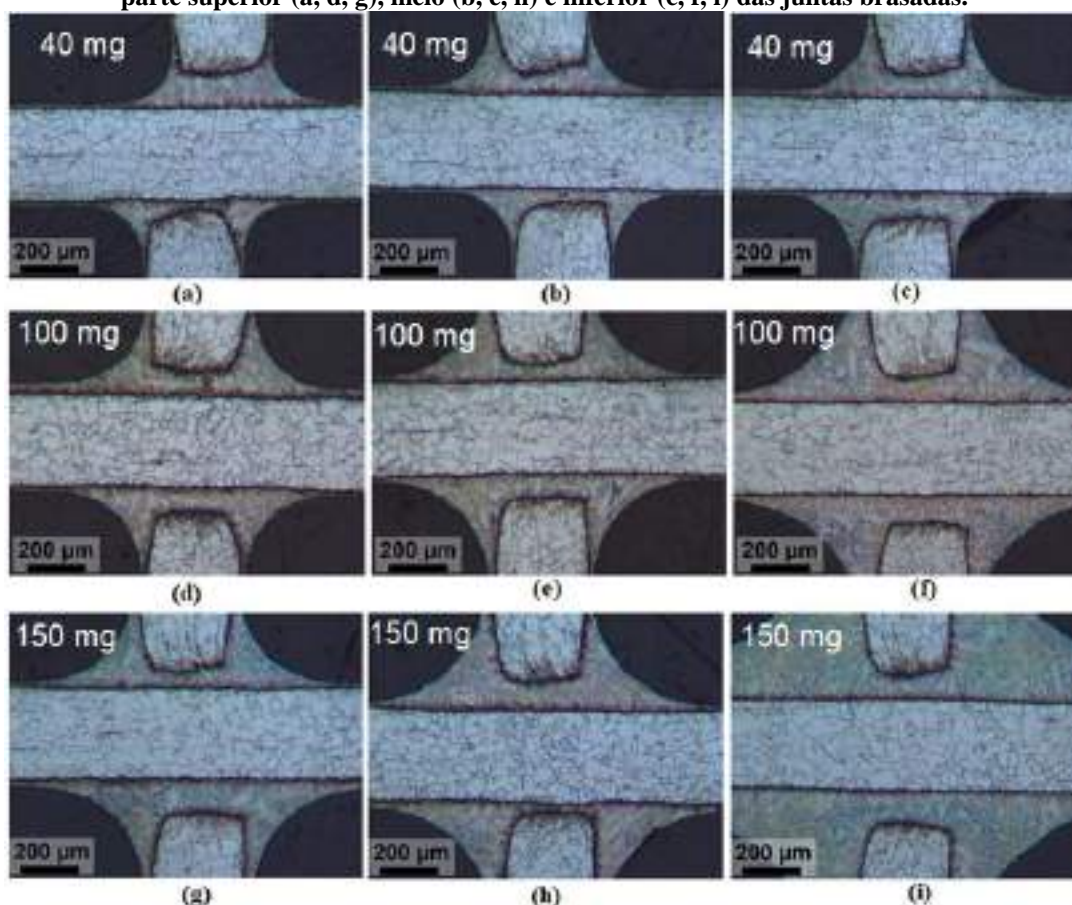


**Fonte: Autor.**

### 5.3.3 Determinação da Quantidade de MA na Junta

Na Figura 58 e Figura 59 são apresentadas imagens obtidas por MO da seção de corte transversal das amostras com as quantidades de MA de 40 mg, 100 mg e 150 mg e brasadas, respectivamente, nas temperaturas de 950 °C e 1060 °C. Todas as juntas brasadas foram analisadas por inspeção visual e apresentaram união consistente entre MB e MA sem a presença de descontinuidades, vazios na interface, trincas indicando adequado molhamento do MA sobre o MB. Observa-se também que as quantidades de MA aplicada na junta foram suficientes para a brasagem de ambas as juntas.

**Figura 58 – Imagens obtidas por MO da variação de massa de MA na temperatura de 950 °C na parte superior (a, d, g), meio (b, e, h) e inferior (c, f, i) das juntas brasadas.**



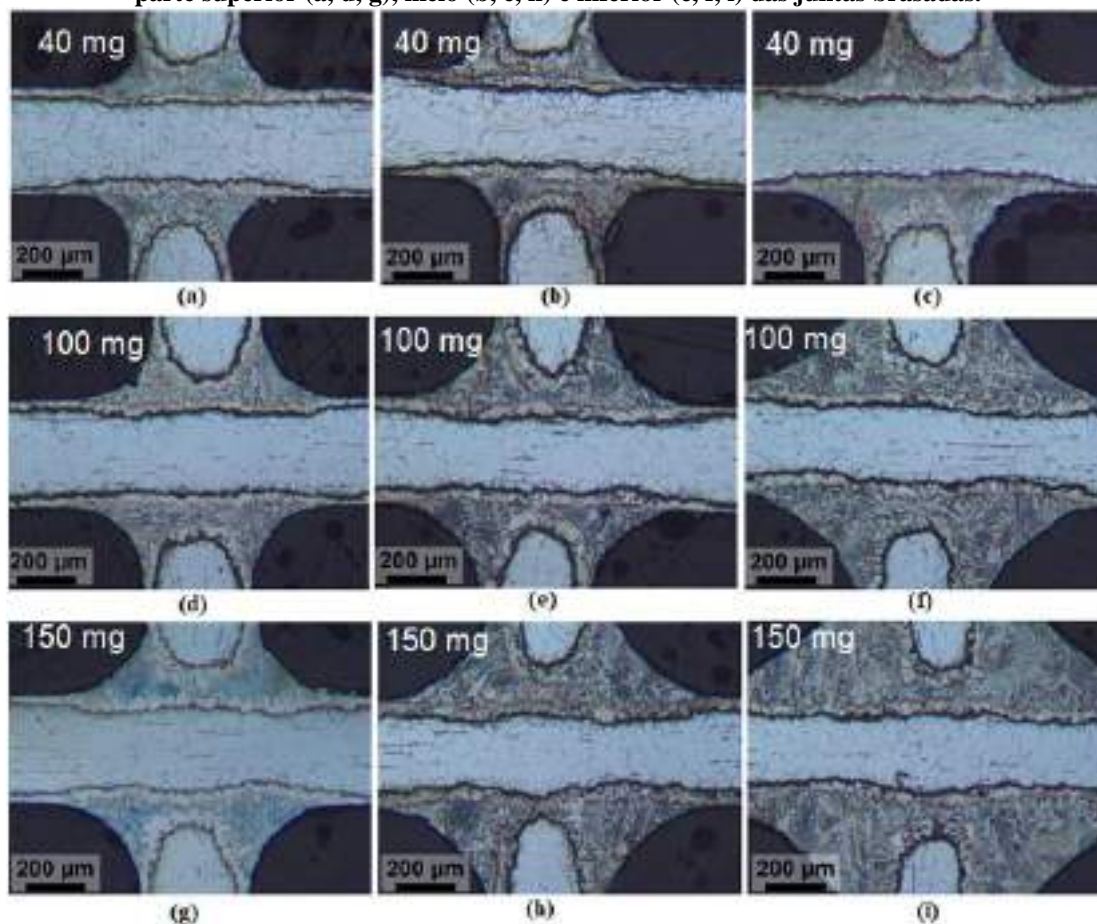
**Fonte: Autor.**

Após a análise das imagens da Figura 58 em todas as condições é possível observar que, a variação do MA na temperatura de 950°C não resultou em dissolução significativa do MB.

Na temperatura de 1060 °C apresentada na Figura 59 observou-se para todas as quantidades de MA aplicadas que ocorreu uma maior dissolução da MB. Nas imagens de

juntas brasadas a 950 °C não é possível identificar diferença na dissolução entre a parte superior, meio e inferior. Enquanto para a temperatura de 1060 °C é possível verificar uma dissolução maior na parte inferior da junta para todas as quantidades de MA adicionadas.

**Figura 59 –** Imagens obtidas por MO da variação da massa de MA na temperatura de 1060 °C na parte superior (a, d, g), meio (b, e, h) e inferior (c, f, i) das juntas brasadas.



**Fonte: Autor.**

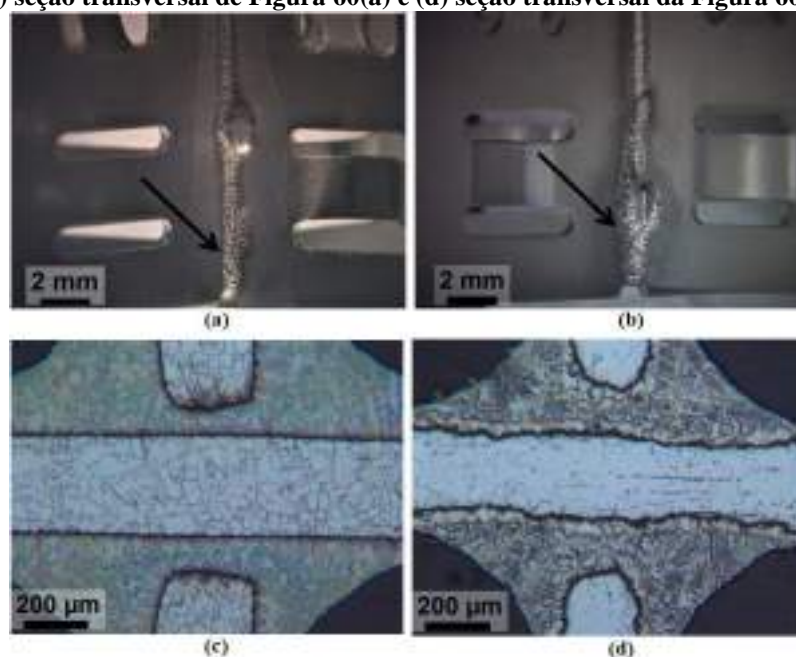
As setas nas Figuras 60(a) e 60(b) indicam acúmulo de MA na parte inferior da junta brasada para ambas as temperaturas, no caso da utilização da maior quantidade de MA (150 mg). Nas Figuras 60(c) e 60(d) são observadas as imagens representativas das seções transversais das juntas, onde não foram verificadas as presenças de descontinuidades.

O acúmulo de MA na parte inferior da junta e a maior temperatura de brasagem, conforme mostrado na Figura 60(d) contribuíram para o aumento da dissolução do MB, em especial pela alta solubilidade entre MA e MB.

Os resultados obtidos nesta análise estão de acordo com estudos realizados por KAY (2014), JAHANZEB (2012) e ZHANG *et al* (2004). No estudo de JAHANZEB

(2012), o aumento da dissolução do MB foi associado à maior quantidade disponível de MA, para interagir com o MB e tendo a tendência de aumentar a profundidade da dissolução. Segundo ZHANG *et al* (2004), uma grande quantidade de MA na parte inferior da junta aumenta a dissolução do MB quando submetido a altas temperaturas. No estudo de KAY (2014) é afirmado que, a razão para acontecer a alta dissolução é a facilidade do MA se difundir no MB, como acontece em casos do MA e MB à base de ligas de níquel, quando se utiliza uma quantidade maior de MA. Após a fusão do MA acontece um acúmulo na parte inferior e com aumento de temperatura de brasagem começa a dissolver rapidamente o MB. Caso permaneça em temperaturas elevadas por longos tempos é possível que o MA dissolva todo o MB que constitui a junta. Portanto, a junta brasada deve utilizar apenas o MA suficiente para preencher a folga entre as superfícies de contato. O MA adicional fica fora da junta, ataca de forma agressiva o MB se espalhando e degradando a superfície.

**Figura 60 – Parte inferior da junta com 150 mg de MA (a) brasada a 950 °C, (b) brasada a 1060 °C (c) seção transversal de Figura 60(a) e (d) seção transversal da Figura 60(b).**

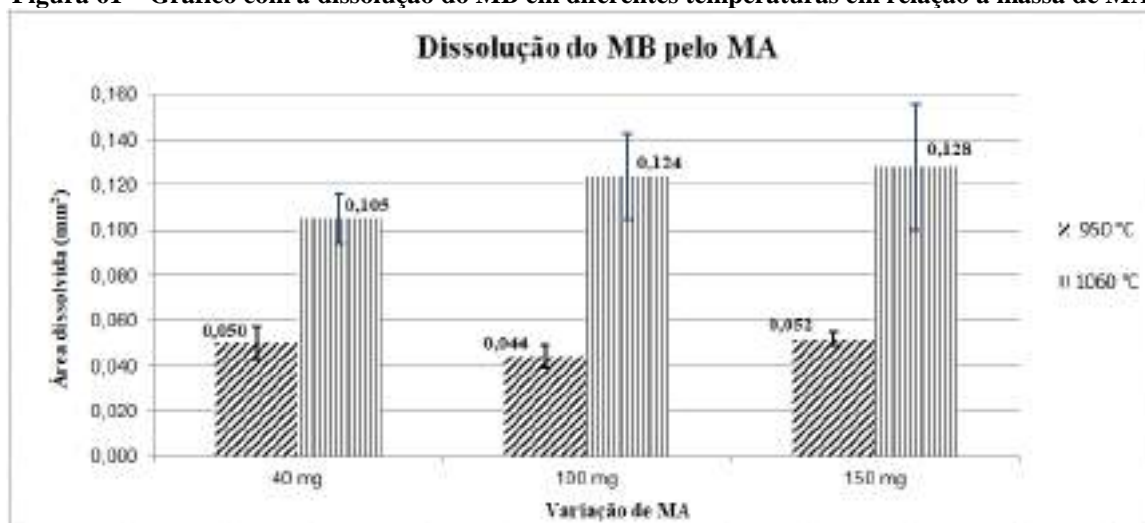


Fonte: Autor.

A área dissolvida foi calculada para diferentes quantidades de MA, em relação às temperaturas, conforme mostrado na Figura 61. Pode-se observar que a dissolução na temperatura de 950 °C é menor, quando comparada à temperatura de 1060 °C. Na temperatura de 1060°C, a dissolução do MB atingiu valores da ordem de três vezes maior, em especial na parte inferior da junta onde há maiores quantidades e acúmulo de MA.



Figura 61 – Gráfico com a dissolução do MB em diferentes temperaturas em relação à massa de MA.

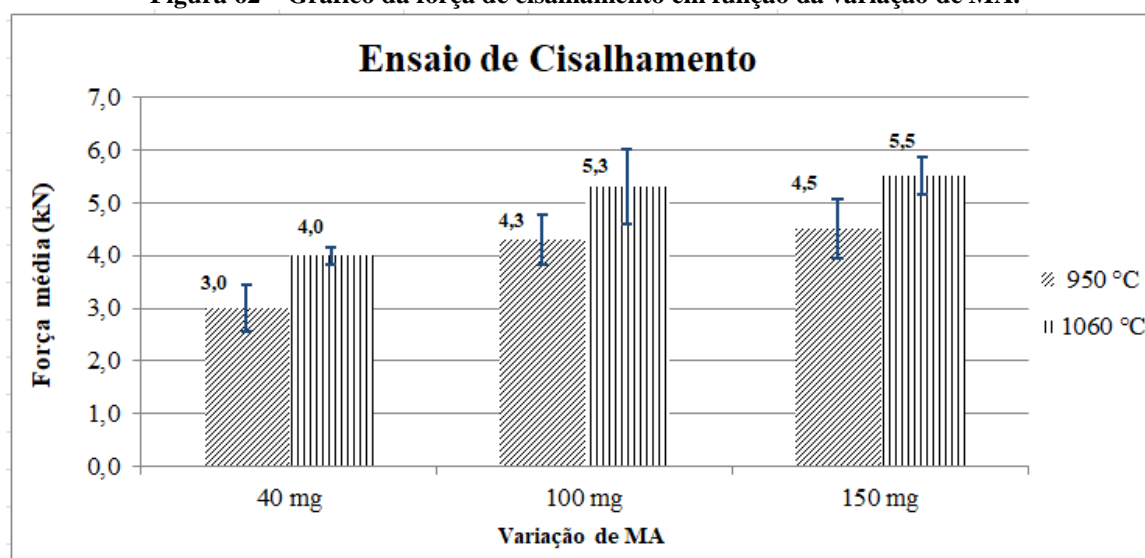


Fonte: Autor.

A partir dos resultados do gráfico da Figura 61 e levando em conta que o tempo de brasagem foi mantido constante, é possível observar que, quanto maior a temperatura de exposição durante o processo de brasagem, maior a dissolução no MB. O processo de dissolução é acelerado quando os materiais utilizados para formar a junta apresentam elevada solubilidade motivada pela compatibilidade entre eles.

Na Figura 62 é apresentado o gráfico do valor médio da força de cisalhamento em função da variação da quantidade de MA aplicada à junta.

Figura 62 – Gráfico da força de cisalhamento em função da variação de MA.



Fonte: Autor.

A análise de propriedades mecânicas foi realizada no sentido de ajudar a definir a quantidade de MA a ser adicionada nas juntas a serem brasadas. Pela análise da Figura 62 é possível observar que as juntas brasadas na temperatura de 950 °C apresentam a tendência de ter menor força média de cisalhamento, em relação às juntas brasadas a 1060 °C, independente da quantidade de MA adicionada. As juntas brasadas com maior quantidade de MA e em maior temperatura apresentaram a maior força média de cisalhamento. Neste caso, uma maior dissolução do MB contribuiu para aumento da resistência mecânica da junta.

A quantidade de MA de 40 mg apresentou baixa dissolução na temperatura de 950 °C, portanto, uma menor dissolução em relação à temperatura de 1060 °C. Esta tendência foi seguida quando comparada com as outras quantidades. A resistência ao cisalhamento também foi menor na temperatura de 950 °C. Para a quantidade de 100 mg e 150 mg as amostras apresentaram menor dissolução na temperatura de 950 °C e dissoluções similares na temperatura de 1060 °C. A resistência ao cisalhamento foi maior para a temperatura de 1060 °C em relação à de 950 °C.

A partir dos resultados de força de cisalhamento e a dissolução de MB adotou-se neste trabalho a quantidade de 100 mg nas amostras, visando a utilização futura desta quantidade na fabricação da grade espaçadora. Apesar dos resultados de força média indicarem maiores valores com maior quantidade de MA observou-se uma maior dissolução, quando aumenta a quantidade de MA, assim optou-se por uma solução intermediária de 100 mg.

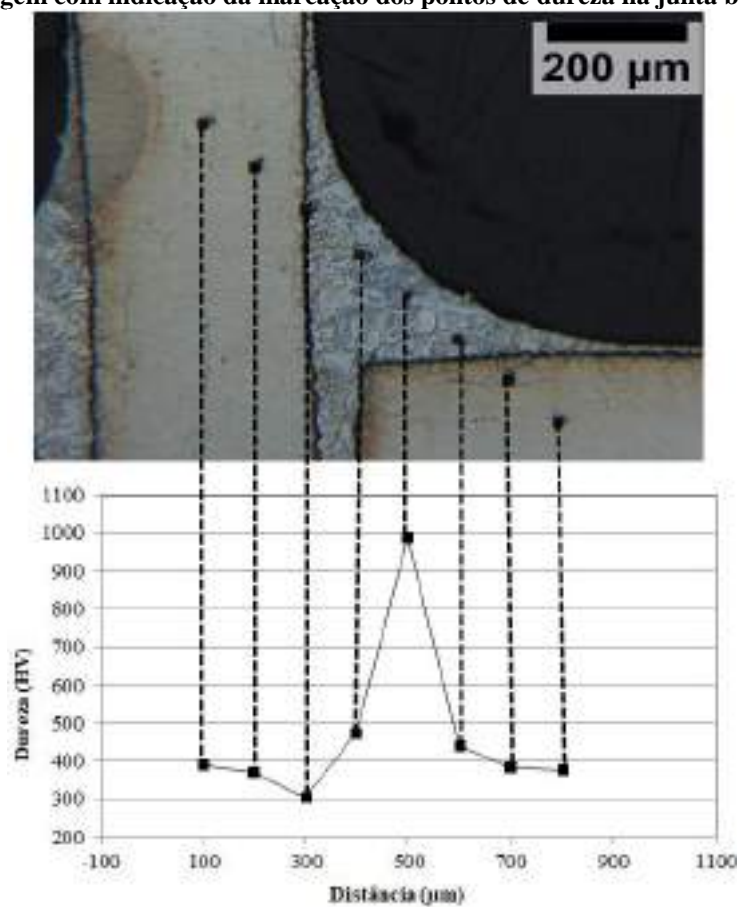
## **5.4 Avaliação das Propriedades Mecânicas da Junta Brasada**

### **5.4.1 Avaliação das Propriedades de Dureza**

O ensaio de microdureza foi realizado fazendo um perfil entre as regiões do MB e do MA. No entanto, na região do MA observou-se uma grande diferença de dureza nas regiões que compõem a junta brasada, enquanto na região do MB estes valores tiveram pouca dispersão.

Na Figura 63 são apresentados os valores de microdureza da junta brasada na temperatura de 950 °C. O MB apresentou dureza próxima de  $389 \pm 19$  HV, enquanto na região brasada apresentou picos de dureza próximo de 1000 HV.

Figura 63 – Imagem com indicação da marcação dos pontos de dureza na junta brasada a 950 °C.

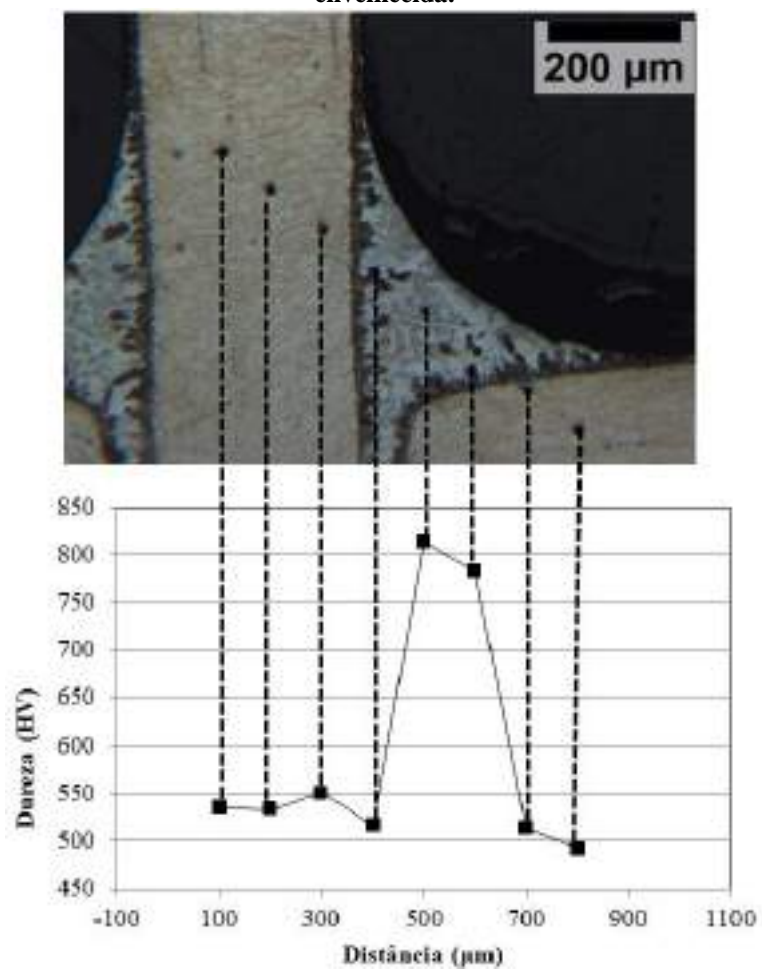


Fonte: Autor.

Na Figura 64 é apresentado o gráfico da junta brasada a 950 °C e envelhecida com base em ciclo térmico mostrado na Figura 26. O MB apresentou dureza média de  $524 \pm 20$  HV enquanto a região brasada apresentou picos de dureza acima de 800 HV.



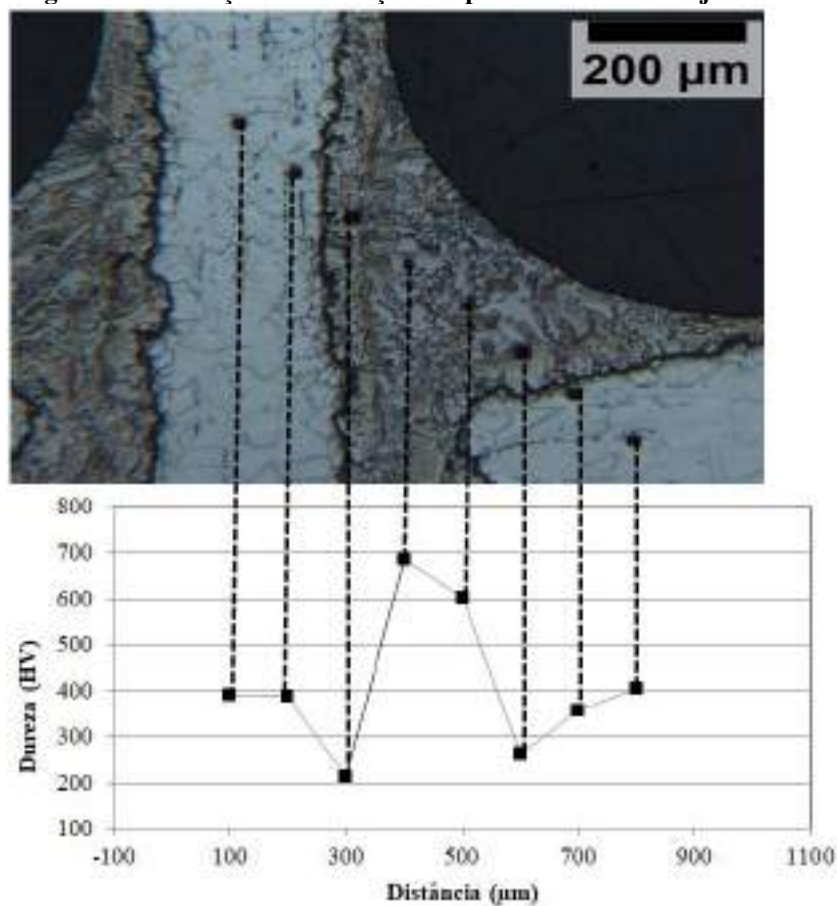
Figura 64 – Imagem com indicação da marcação dos pontos de dureza na junta brasada a 950 °C e envelhecida.



Fonte: Autor.

Na Figura 65 é apresentado o gráfico da junta brasada a 1060 °C. O MB apresentou dureza média de  $388 \pm 19$  HV, enquanto a região brasada apresentou picos de dureza próximos de 700 HV.

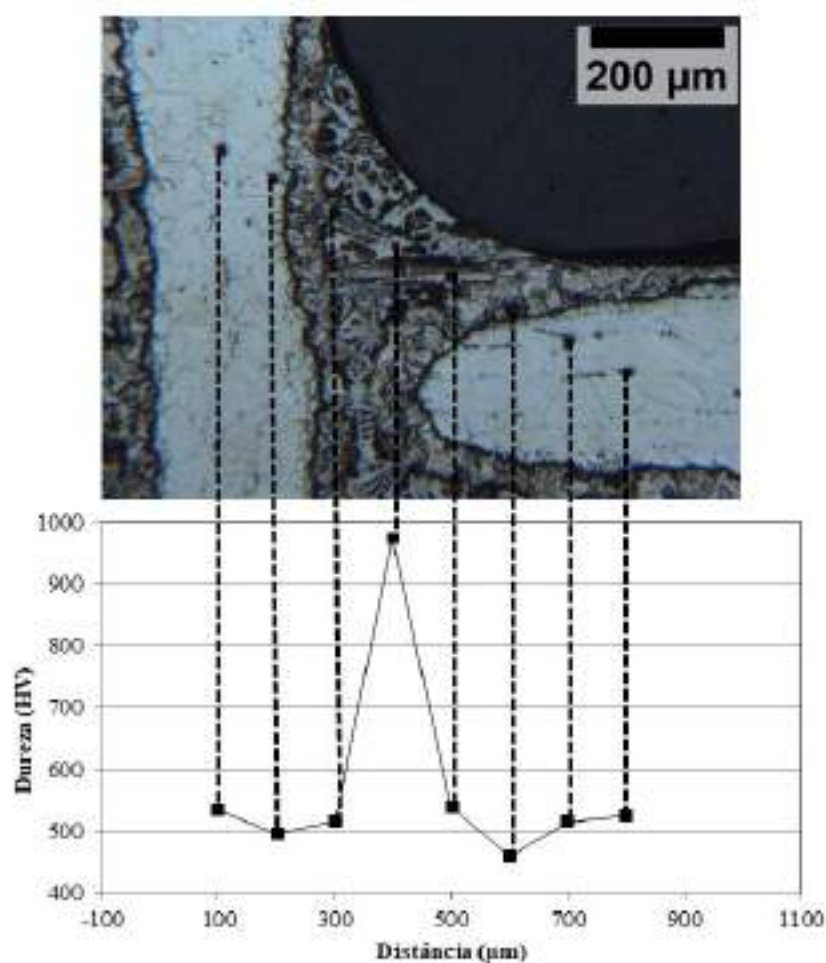
Figura 65 – Imagem com indicação da marcação dos pontos de dureza na junta brasada a 1060 °C.



Fonte: Autor.

Na Figura 66 é apresentado o gráfico da junta brasada a 1060 °C e envelhecida. O MB apresentou dureza média de  $508 \pm 24$  HV enquanto a região brasada apresentou picos de dureza próximos de 1000 HV.

Figura 66 – Imagem com indicação da marcação dos pontos de dureza na junta brasada a 1060 °C e envelhecida.



Fonte: Autor.

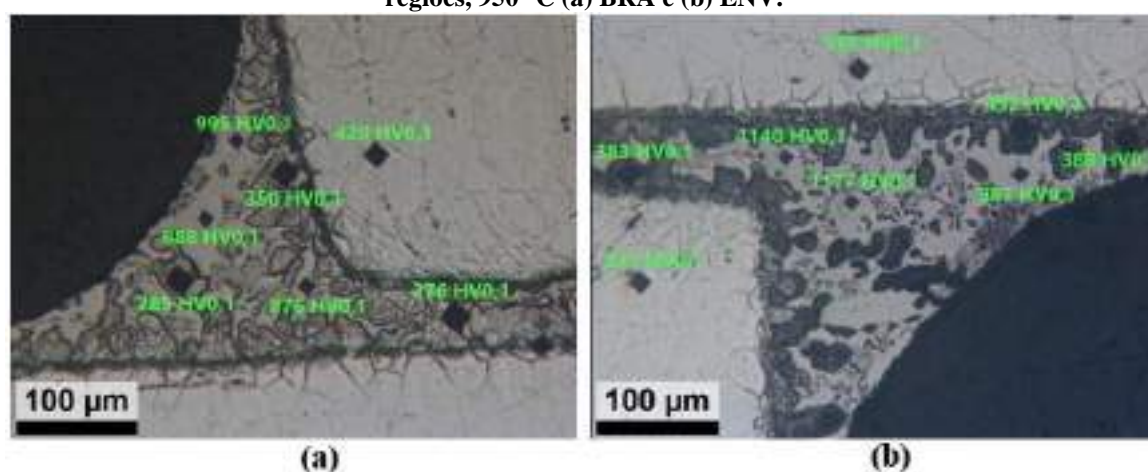
Os resultados de dureza encontrados neste estudo indicaram um aumento do valor médio da dureza Vickers da tira, após a realização da brasagem e do tratamento térmico, em relação ao material como recebido. O valor inicial da dureza Vickers do MB como recebido era de  $235 \pm 12$  HV, enquanto os valores médios do MB após a brasagem e tratamento térmico foram superiores, conforme os valores apresentados. A dureza do MB apresentou aumento um pouco superior a 100 HV da junta brasada para a junta envelhecida. Segundo estudos realizados por (REED, 2006 e KUO, 2009), a principal razão pode ser atribuída à formação de fases intermetálicas e precipitados. O nióbio é o principal elemento endurecedor no *Inconel 718* pela ocorrência da precipitação das fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$ . Com o aumento da temperatura, o nióbio dos carbonetos e das fases Laves são dissolvidos de volta para a matriz, o que posteriormente, aumenta a precipitação de elementos endurecedores. A dureza da região brasada não apresentou diferença

significativa em relação à mesma região da amostra com tratamento térmico, indicando que o envelhecimento não altera a dureza das fases intermetálicas (regiões claras).

A região central do MA na junta brasada apresentou elevadas durezas Vickers, que foram encontradas para todas as condições analisadas, chegando a alcançar valores de 1000 HV. Esta variação de dureza Vickers na região do MA pode ser atribuída às diferenças de composição química nesta região, originando fases intermetálicas. Os resultados obtidos estão de acordo com os estudos realizados por SHI *et al* (2018) e TAN *et al* (2022) utilizando MA a base de Ni-Cr-P, onde foram encontrados dureza superiores a 800 HV em diferentes regiões da junta brasada e dureza na faixa de 400 HV para a região rica em solução sólida Ni-Cr ( $SS_{NiCr}$ ).

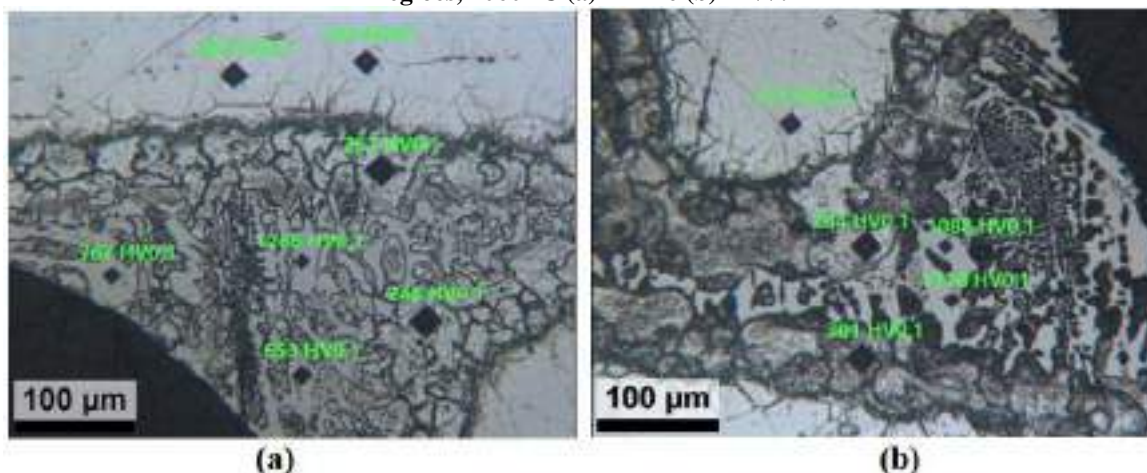
Na Figura 67 e Figura 68 são observadas as durezas nas juntas em diferentes condições brasadas e envelhecidas.

**Figura 67 – Imagens obtidas por MO com indicação dos valores dureza Vickers em diferentes regiões, 950 °C (a) BRA e (b) ENV.**



Fonte: Autor.

**Figura 68 – Imagens obtidas por MO com indicação dos valores de dureza Vickers em diferentes regiões, 1060 °C (a) BRA e (b) ENV.**



Fonte: Autor.

A dureza do MB como recebido foi de  $235 \pm 12$  HV. A dureza no MB nas condições brasadas e envelhecidas apresentou uma pequena variação entre as juntas com o valor de  $389 \pm 19$  HV nas juntas brasadas e  $516 \pm 22$  HV nas juntas envelhecidas. As regiões compostas pelas fases intermetálicas apresentaram dureza da ordem de 1000 HV e a região composta pela solução sólida de níquel-cromo apresentou dureza da ordem de 300 HV. Os resultados da medição da dureza Vickers estão apresentados na Tabela 10.

**Tabela 10 – Resultados de dureza Vickers das juntas.**

<b>DUREZA VICKERS (HV) DA JUNTA</b>				
<b>Condição</b>	<b>T (°C)</b>	<b>MB</b>	<b>Fases Intermetálicas</b>	<b>Solução Sólida (Ni-Cr)</b>
BRA	950	$389 \pm 19$	$952 \pm 52$	$300 \pm 34$
ENV	950	$524 \pm 20$	$980 \pm 168$	$328 \pm 33$
BRA	1060	$388 \pm 19$	$980 \pm 241$	$280 \pm 32$
ENV	1060	$508 \pm 24$	$995 \pm 64$	$298 \pm 15$

Fonte: Autor.

Os resultados de dureza encontrados nas fases intermetálicas e na solução sólida para as juntas brasadas a 950 °C e para as juntas envelhecidas não apresentaram diferenças significativas nas mesmas condições de processamento. O mesmo pode ser observado para as juntas na condição brasada a 1060 °C e submetidas ao TT de envelhecimento, conforme mostrado na Tabela 10. No entanto, é observada uma grande dispersão nos valores da junta envelhecida a 950 °C e na junta brasada a 1060 °C.

Portanto, a partir dos resultados contidos na Tabela 10 observa-se uma concordância de resultados de outros autores. LV *et al* (2021) relataram em seus estudos, onde foram utilizados materiais similares, uma dureza maior nas fases intermetálicas quando comparado com o MB. A dureza encontrada foi da ordem de 726 HV nas fases intermetálicas e em torno de 226 HV no MB. Nos estudos realizados por ZAGÁNY *et al* (2017) também foi encontrado dureza maiores em fases intermetálicas formadas de níquel e fósforo na região da junta brasada. Nos estudos realizados por LEE *et al* (2021) foram relatados dureza superior a 700 HV em fases intermetálicas formadas na região brasada utilizando MB de superligas de níquel.

#### 5.4.2 Avaliação das Propriedades de Cisalhamento

Os resultados obtidos nos ensaios de cisalhamento nas diferentes condições de brasagem estão apresentados no gráfico da Figura 69.

**Figura 69 – Resultados dos ensaios de cisalhamento de juntas brasadas com massa de MA de 100 mg.**



Fonte: Autor.

Os resultados obtidos no ensaio de cisalhamento de juntas brasadas apresentaram forças de ruptura média acima de 4 KN, o que corresponde a valores superiores a 150 MPa, supondo uma área teórica resistente de junta de 26,8 mm<sup>2</sup>, indicando que as juntas apresentam uma uniformidade da resistência ao cisalhamento em diferentes condições de brasagem. Os valores encontrados estão de acordo com aqueles obtidos por HEDIN (2018) na brasagem utilizando o mesmo MA, os valores encontrados



foram de 150 MPa a 280 MPa considerando uma folga inferior a 50  $\mu\text{m}$  e daqueles obtidos por LUGSCHEIDER *et al* (1983) que encontraram valores próximos a 150 MPa utilizando o MA com composição similar à usada neste estudo.

As juntas brasadas na temperatura de 950 °C nas diferentes condições apresentaram força de cisalhamento menor quando comparadas com as juntas brasadas na temperatura de 1060 °C. A condição na temperatura de 1060 °C com tempo de 10 minutos e resfriamento normal (1060-10-N) apresentou força de cisalhamento de 5,6 KN e com alto desvio padrão. Este valor da força de cisalhamento é similar aos encontrados para as condições brasadas em temperatura de 1060 °C com 20 minutos com resfriamento dentro do forno e resfriamento controlado respectivamente (1060-20-N e 1060-20-C). Portanto, a condição de 1060 °C-10-N foi selecionada para testes subsequentes de fadiga, em razão de maior força de cisalhamento suportada na junta brasada e menor tempo em relação à condição de 20 minutos.

Em estudos de brasagem da liga de *Inconel 718* realizados por SONG *et al* (2022) foram encontrados resultados semelhantes, na qual, ocorreu aumento da força de cisalhamento em função do aumento da temperatura de brasagem e do tempo de exposição. Neste trabalho, o aumento da força de cisalhamento está associado à redução de fases intermetálicas na região brasada, como também o aumento da solução sólida ricas em Ni e Cr.

LV *et al* (2021) relataram em trabalhos realizados que o aumento da temperatura de brasagem propicia o aumento da resistência ao cisalhamento, em função da formação de solução sólida rica em níquel e consequente diminuição das fases intermetálicas. Segundo estes autores, o aumento da temperatura de brasagem retarda a formação de fases intermetálicas ricas em fósforo, aumentando a ductilidade e aliviando a concentração de tensão da junta.

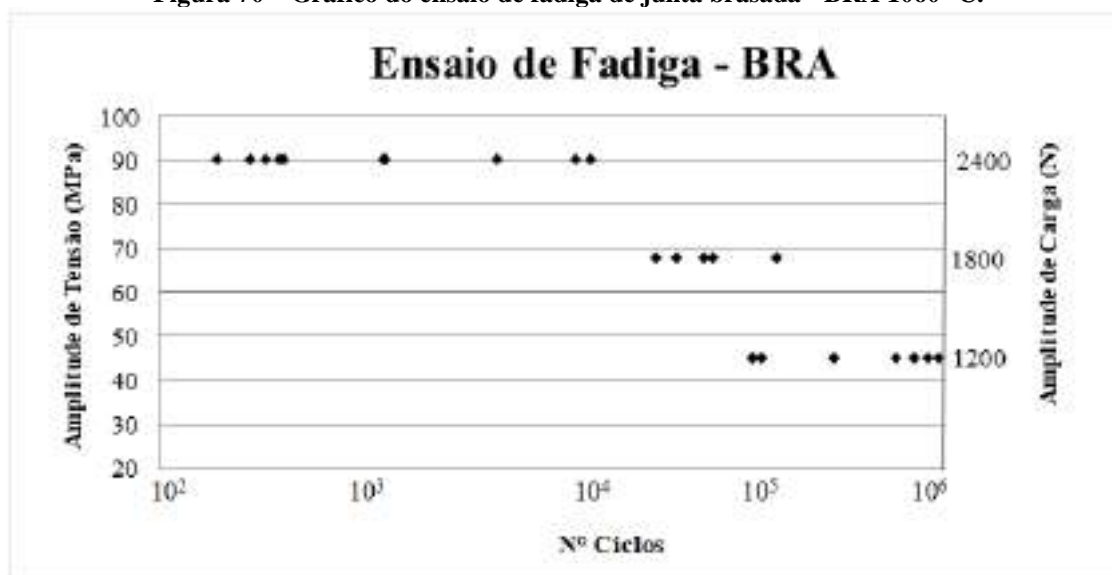
JAMALOEI *et al* (2017) e WU *et al* (2001) também relataram em trabalhos semelhantes que o aumento da temperatura e do tempo de brasagem reduz a formação de fases intermetálicas e aumenta a resistência mecânica de cisalhamento da junta. MIYAZAWA *et al* (1993) relatou que, na brasagem de ligas a base de níquel com MA que possuem baixo ponto de fusão foi observado que o cisalhamento ocorreu nas fases intermetálicas formadas na região central da junta.

### 5.4.3 Avaliação das Propriedades de Fadiga

O ensaio de fadiga foi realizado em amostras brasadas, apenas na temperatura de 1060 °C (BRA - 1060 °C) e depois em amostras brasadas e submetidas ao envelhecimento (ENV - 1060 °C). Nesta etapa limitou-se a utilização da temperatura de 1060 °C em razão da maior força de cisalhamento obtidas nos ensaios.

Na Figura 70 é apresentado o gráfico do ensaio de fadiga da junta brasada a 1060 °C, onde pode se observar a amplitude de tensão e de carga de cisalhamento em relação ao número de ciclos suportado antes da ruptura da junta.

Figura 70 – Gráfico do ensaio de fadiga de junta brasada - BRA 1060 °C.



Fonte: Autor.

No resultado obtido para o ensaio de fadiga em juntas brasadas, observou-se uma grande dispersão do número de ciclos, principalmente, com amplitude de 90 MPa. Foi observada, também, uma tendência no aumento do número de ciclos com a redução da amplitude de tensão.

Os ensaios realizados com amplitude 45 MPa (1200 N) apresentaram resultados melhores com número de ciclos variando de  $10^5$  a  $10^6$  ciclos. Em amplitude baixa o resultado indicou que a junta, apesar de apresentar fases intermetálicas de alta dureza que comprometem a resistência mecânica, apresentou capacidade de suportar carregamentos cíclicos em amplitude de tensão constante. Para amplitude de 68 MPa (1800 N), o número de ciclos variou de  $3,4 \times 10^4$  ciclos a  $1,4 \times 10^5$  ciclos. Para amplitude de 90 MPa (2400 N) teve dispersão muito alta em razão da elevada amplitude de força solicitada





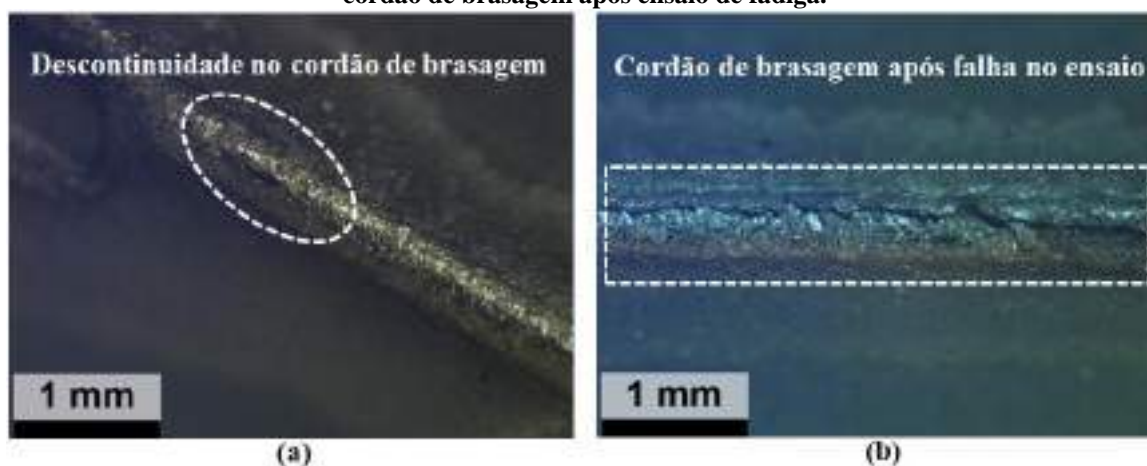
amplitude de carga de 1800 N (68 MPa), a faixa de números de ciclos foi de  $9,5 \times 10^3$  com valores até  $1,6 \times 10^5$ . Enquanto para amplitude 1200 N (45 MPa), o número de ciclos oscilou de  $2,7 \times 10^4$  a  $6 \times 10^5$ .

Os ensaios de fadiga de ambas as condições testadas apresentaram dispersão alta nos valores do número de ciclos em função de fases intermetálicas de alta dureza na região central da junta. De acordo com OTTO *et al* (2020), a presença de fases intermetálicas de alta dureza resulta em concentrações de tensão na região da junta, ocasionando falhas quando submetidas aos carregamentos cíclicos. Segundo KAY (2018), a formação de compostos intermetálicos duros e frágeis na região central da junta faz com que o conjunto brasado se torne muito propenso a trincas quando submetidos a carregamentos cíclicos.

De acordo com LEINENBACH (2012), as microfalhas ou poros na região do cordão brasado atuam como zonas de iniciação de trincas e levam a fratura da junta. A junta brasada apresenta regiões frágeis nas quais compostos intermetálicos de alta dureza agem como concentrador de tensão levando à fratura. As juntas brasadas formam um sistema heterogêneo composto de MB, MA e processos de difusão. Quando submetidos a carregamentos mecânicos, as propriedades das juntas brasadas variam significativamente quando comparados com os materiais antes da brasagem.

Na Figura 72(a) é observada a imagem do cordão brasado, obtido com auxílio de lupa estereoscópica, indicando a presença de descontinuidades no cordão antes da realização do ensaio de fadiga. Na Figura 72(b) após a realização do ensaio de fadiga observa-se a imagem do cordão brasado após a propagação da falha no CP.

**Figura 72 – Imagem obtida por lupa estereoscópica, (a) descontinuidade no cordão de brasagem e (b) cordão de brasagem após ensaio de fadiga.**



Fonte: Autor.

A descontinuidade indicada na Figura 72(a) não pode ser observada a olho nu, sua visualização só foi possível com auxílio de lupa com aumento de 25x. Segundo ZERBST (2019), pequenas descontinuidades e defeitos na superfície do cordão brasado como, por exemplo: vazios, microtrincas, porosidades se tornam concentradores de tensão na região facilitando a nucleação de trincas que se propagam por consequência do esforço cíclico, provocando falha da junta brasada.

De acordo com os autores DA SILVA *et al* (2019), MISHCHENKO e SCOTTI (2018) e LIMA (2020), o desempenho em fadiga de componente brasado está relacionado ao nível e direção das cargas atuantes sobre a junta, o que depende de um bom alinhamento das partes brasadas. A severidade dos defeitos e o tipo de descontinuidades presentes nos cordões brasados, em especial, os defeitos na superfície como irregularidades de superfície, além da presença de fases intermetálicas na região brasada tornam-se concentradores de tensão e reduzem a tenacidade da junta levando à falha.

Em ambas as condições ensaiadas (1060 °C - BRA e 1060 °C – ENV) foram observadas uma grande dispersão na quantidade de ciclos nas diferentes amplitudes de tensão testadas, apesar das curvas indicarem tendência no aumento do número de ciclos com a diminuição da amplitude de carga. Segundo BAUMGARTNER *et al* (2020), a dispersão no número de ciclos depende da qualidade da brasagem em termos de condição da superfície e das heterogeneidades internas que parecem ter uma forte influência na vida à fadiga.

De acordo com os estudos de PRAJAK e KANNACHAI (2018) e KAO *et al* (2019) realizados em juntas que apresentam formação de fases intermetálicas sugerem que o modo de fratura pode ser tipo dúctil nas regiões onde ocorrem formação de soluções sólidas em razão do aumento da resistência mecânica e à fadiga da junta. Nas regiões compostas por fases intermetálicas, onde as trincas se propagam ocorre a fratura frágil que leva à diminuição na resistência mecânica e vida à fadiga das juntas.

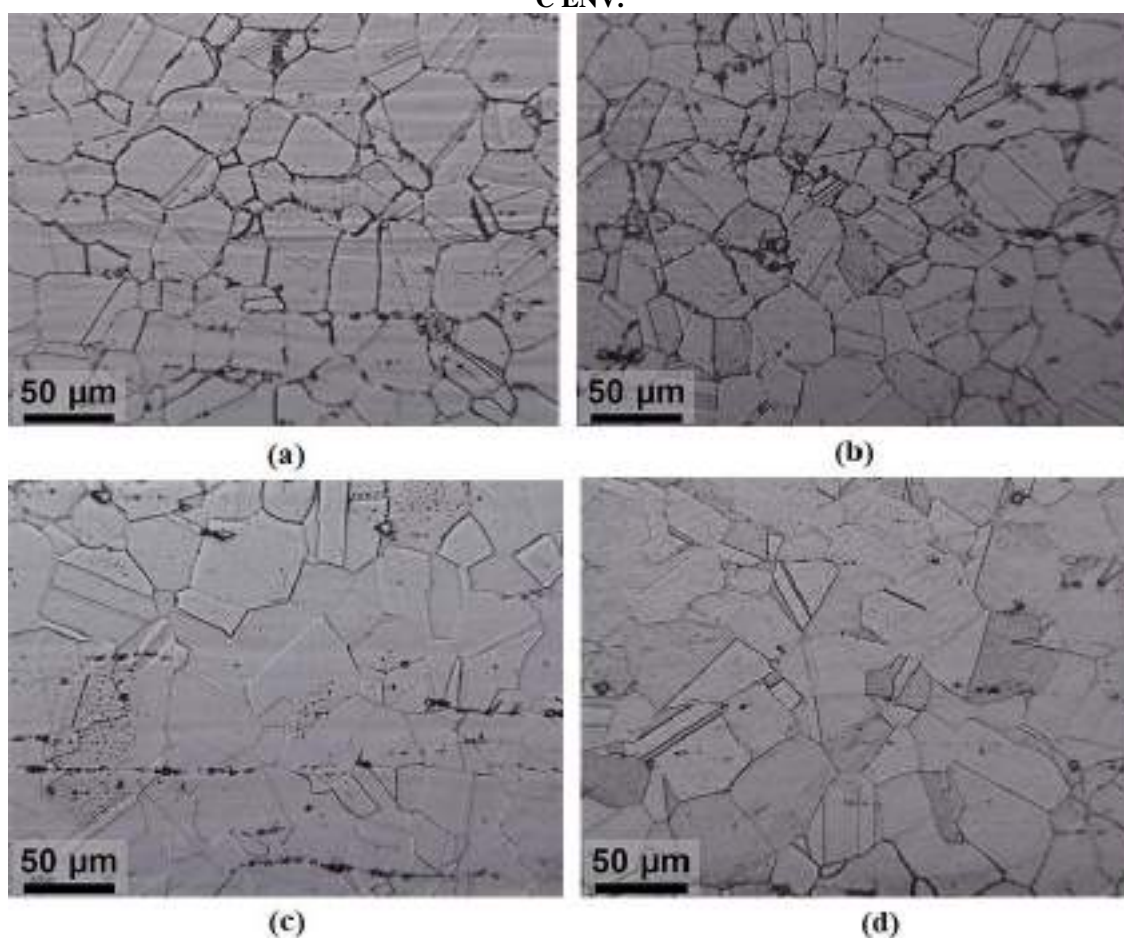
De acordo com SOLOMON (2001), a dispersão no número de ciclos em ensaios de fadiga em materiais sem juntas pode ser significativa mesmo, em condições de laboratório. Quando se submetem juntas brasadas ao ensaio de fadiga pode ser ainda mais complexo, uma vez que, as presenças de fases intermetálicas e as descontinuidades produzidas nas juntas e a distribuição estatística desses defeitos aumentam a dispersão na vida à fadiga, em relação àquela observada em corpos de prova que não contém junta. Assim, pode haver uma variação elevada na vida à fadiga das juntas, que deve ser considerada, ao prever o comportamento à fadiga.

## 5.5 Avaliação da Microestrutura da Junta Brasada e da Junta Envelhecida

### 5.5.1 Avaliação do MB das Juntas Brasadas e das Juntas Envelhecidas

Na Figura 73 é possível observar imagens da seção transversal do MB das tiras brasadas nas temperaturas de 950 °C e 1060 °C e após serem submetidas ao ciclo térmico de envelhecimento.

**Figura 73 – Imagens obtidas por MO (a) 950 °C BRA, (b) 950 °C ENV, (c) 1060 °C BRA e (d) 1060 °C ENV.**



Fonte: Autor.

Na Tabela 11 é apresentada a variação de tamanho de grão (TG) nas condições estudadas.

Tabela 11 – Variação de TG nas diferentes condições.

Tamanho de Grão ( $\mu\text{m}$ )			
T ( $^{\circ}\text{C}$ )	Tira antes da brasagem	BRA	ENV
950	$32,0 \pm 2,2$	$32,3 \pm 2,5$	$34 \pm 2,7$
1060		$33,2 \pm 3,5$	$35 \pm 2,3$

Fonte: Autor.

O valor médio do TG encontrado na região do MB das juntas brasadas e das juntas brasadas e envelhecidas foi pouco superior ao encontrado na tira antes do processo de brasagem. Embora, as diferenças estejam dentro do desvio é observado, em termos de valores médios, um leve aumento para temperaturas de 1060  $^{\circ}\text{C}$  em juntas brasadas e em juntas envelhecidas.

Na região do MB, fora da região da junta brasada a 1060  $^{\circ}\text{C}$  houve aumento do tamanho de grão (TG) na junta brasada e na junta brasada e envelhecida, como pode ser observado na Figura 74.

Figura 74 – Imagem panorâmica da junta, obtida por MO, da região da tira com grãos heterogêneos indicados pelo tracejado na temperatura de 1060  $^{\circ}\text{C}$  ENV.



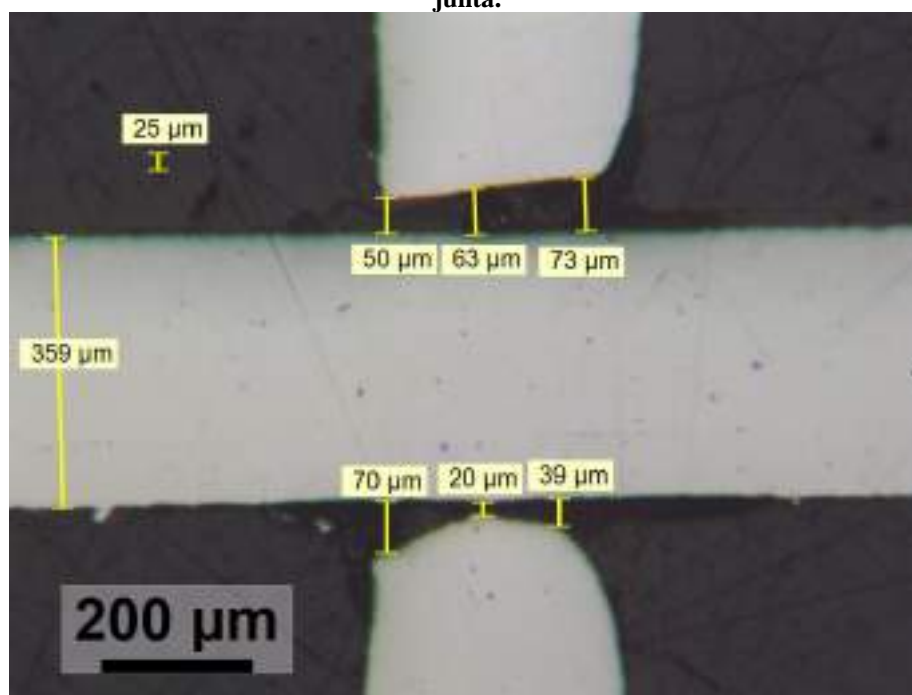
Fonte: Autor.

No geral, o TG nas juntas brasadas e nas juntas envelhecidas na região da junta não apresentaram diferenças significativas quando comparado com a tira como recebido (antes da brasagem). Nas tiras como recebidas o TG está em torno do número ASTM 7, enquanto na região próxima a junção nas tiras brasadas e nas envelhecidas, o TG varia de 6 a 7 ASTM. Nas juntas brasadas a 1060  $^{\circ}\text{C}$  e nas envelhecidas foi observado o aumento do TG fora da região da junta. Nestas regiões foram encontrados TG com elevada variação de tamanhos de 1 a 5 ASTM, como mostrado na Figura 74. A elevação da temperatura aumenta, também, a mobilidade atômica na região fazendo com que a cinética de

crescimento de grão seja acelerada. Esta região com microestrutura grosseira pode provocar a diminuição das propriedades mecânicas do material como a tenacidade (PADILHA e GUEDES, 1994).

A folga medida nas juntas brasadas teve uma variação de 20  $\mu\text{m}$  a 80  $\mu\text{m}$  considerando, respectivamente, as regiões com menor folga e maior folga. Na Figura 75 é apresentada imagem de uma junta com a menor folga correspondente a 20  $\mu\text{m}$  e a região de maior folga na dimensão de 73  $\mu\text{m}$ . A folga de projeto para a junta é de 25  $\mu\text{m}$ , apesar das variações nas medidas das folgas todas as juntas brasadas apresentaram bom aspecto na superfície após inspeção visual, nas quais foi observado preenchimento total e sem vazios, indicando uma brasagem eficiente a despeito do valor da folga utilizada nos experimentos.

**Figura 75 – Imagem obtida por MO do posicionamento do MB sem brasagem indicando a folga da junta.**



**Fonte: Autor.**

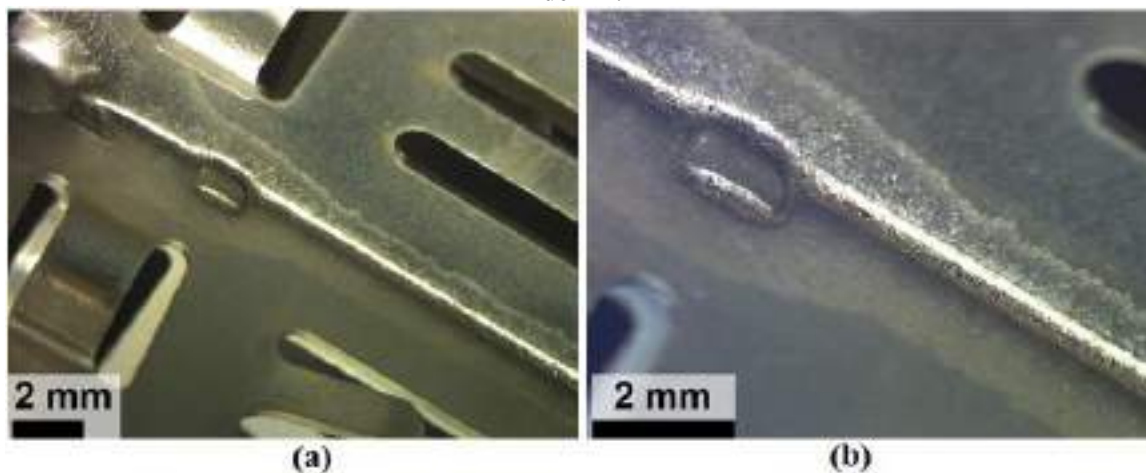
De acordo com SCHWARTZ (1995), uma folga até 100 micra apresenta uma boa resistência mecânica da junta brasada. Estudos realizados por LUGSCHEIDER *et al* (1983) em brasagem de aço inoxidável AISI 316 utilizando material de adição BNi-7 indicaram que a maior resistência mecânica foi atingida com folgas de até 100 micra (0,10 mm).

Na Figura 76 são apresentadas as superfícies da junta brasada a 1060 °C por 10 minutos obtidas por lupa estereoscópica. Nas Figuras 76(a) e 76(b) são observados



detalhes da superfície do cordão brasado, onde de uma forma em geral podem ser observadas que as condições usadas na brasagem foram adequadas, pois possibilitaram obter cordões com ausência de descontinuidades na superfície, após inspeção com lupa estereoscópica.

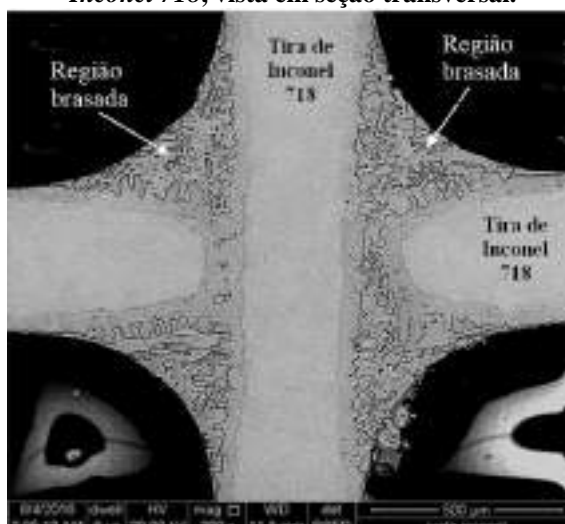
**Figura 76 – Imagem obtida por lupa estereoscópica do CP brasado, (a) aumento de 6x e (b) aumento de 12x.**



**Fonte: Autor.**

Na Figura 77 observa-se uma imagem, obtida por MEV, da seção transversal da junta brasada. Para este estudo foi utilizada a massa de MA de 100 mg, conforme resultado obtido no estudo do item 5.3.3. Nas duas condições de brasagem (950 °C com tempo de 10 minutos e 1060 °C com tempo de 10 minutos) utilizadas, após inspeção visual, não foram encontradas seções das juntas com descontinuidades, tais como, falta de preenchimento e de fusão, vazios ou trincas, após análise por microscopia.

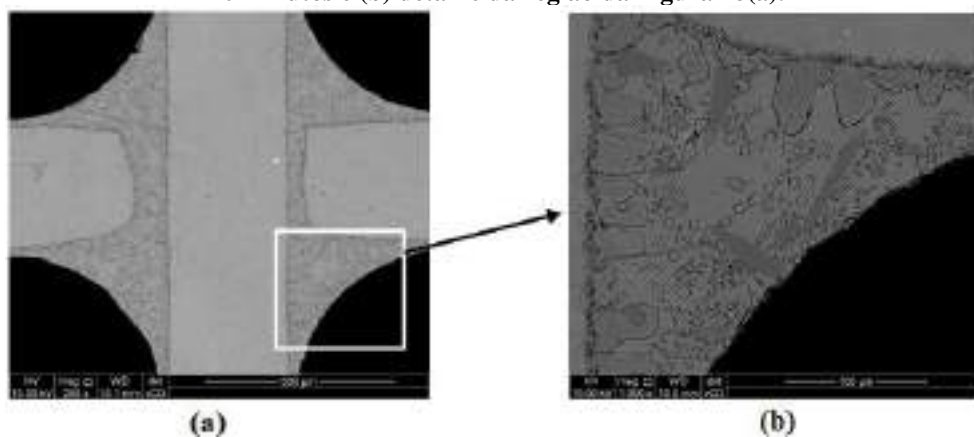
**Figura 77 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados de uma junta brasada de Inconel 718, vista em seção transversal.**



Fonte: Autor.

Na Figura 78 é observada a junta brasada em temperatura de 950° C e tempo de 10 minutos. Na Figura 78(b) é mostrado o detalhe da região da Figura 78(a), onde é possível verificar a dissolução do MB no MA e regiões de coloração diferentes indicando regiões com variação de composição química.

**Figura 78 – Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons secundários, (a) junta brasada a 950° C e 10 minutos e (b) detalhe da região da Figura 78(a).**

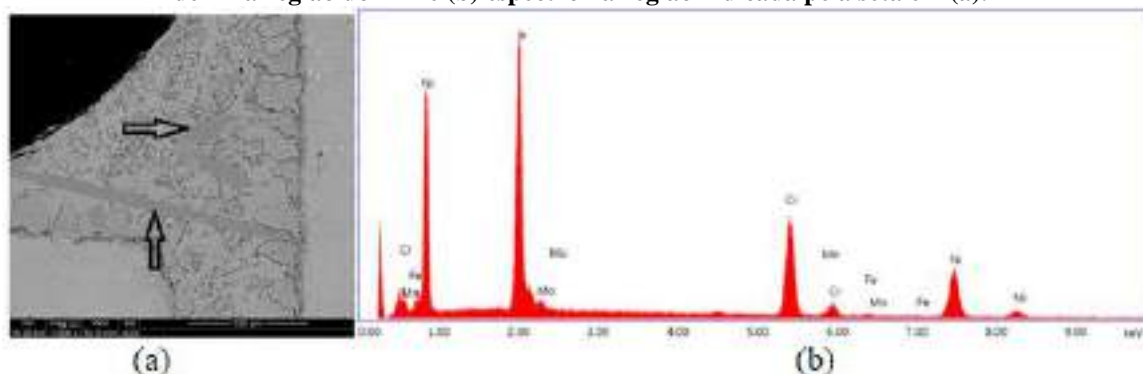


Fonte: Autor.

Na Figura 79(a) são indicadas por setas estas regiões mais escuras. Estas regiões foram analisadas por EDS para estimativa de composição química não considerando o erro de medida nesta técnica semiquantitativa. Na Figura 79(b) são observados os espectros dos principais elementos encontrados, onde são indicadas por setas as regiões ricas em fósforo.



Figura 79 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retro espalhados, (a) elevada concentração de P na região do MA e (b) espectro na região indicada pela seta em (a).

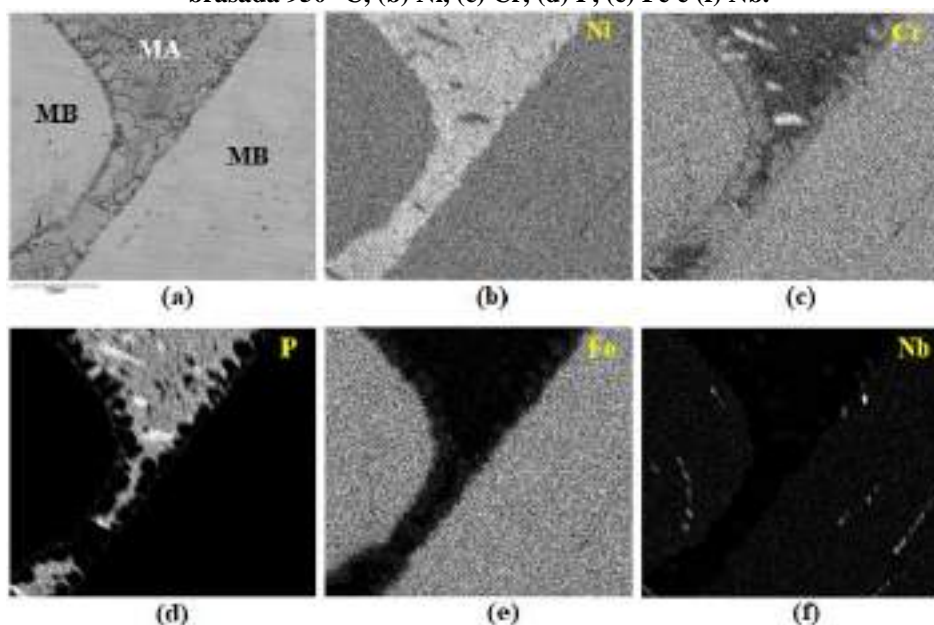


Fonte: Autor.

O fósforo é adicionado ao material de adição a fim de abaixar o ponto de fusão (temperatura *Liquidus*) do conjunto brasado. No entanto, o fósforo forma fases intermetálicas frágeis e estão associadas às regiões de dureza alta ao longo do cordão, diminuindo a resistência mecânica da junta brasada CHUANG *et al* (1996). A eliminação destas fases intermetálicas pode ser feita aumentando o tempo e a temperatura de brasagem ou diminuindo a folga da junta brasada (YEH e CHUANG, 1997).

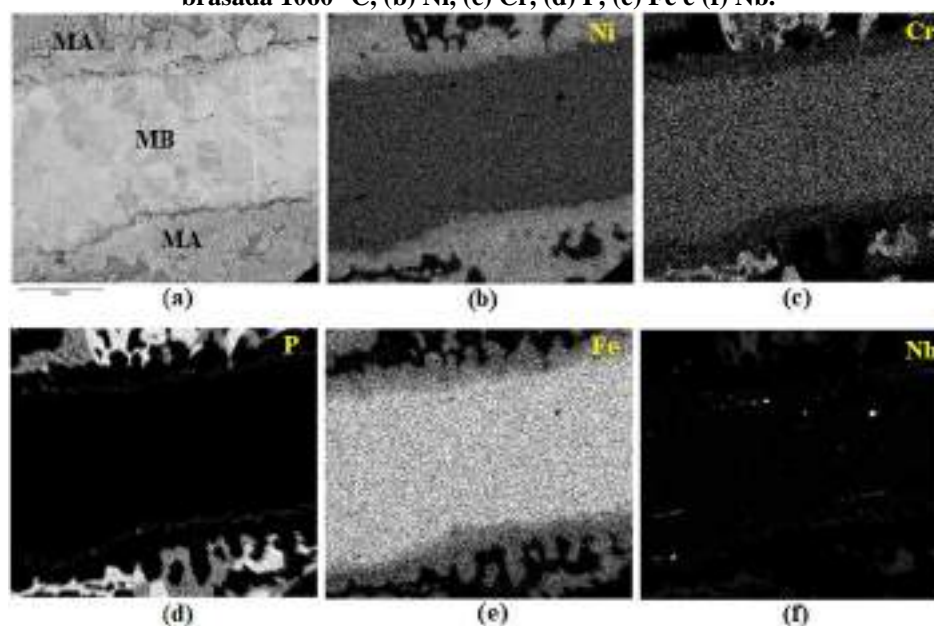
Nas Figuras 80 e 81 são apresentados os resultados dos mapeamentos dos elementos químicos níquel (Ni), cromo (Cr), fósforo (P), ferro (Fe) e nióbio (Nb) na região da junta brasada na temperatura de 950 °C e 1060 °C ambas brasadas no tempo de 10 minutos.

Figura 80 – Imagens obtidas por MEV utilizando mapeamento por elétrons secundários, (a) junta brasada 950 °C, (b) Ni, (c) Cr, (d) P, (e) Fe e (f) Nb.



Fonte: Autor.

Figura 81 – Imagens obtidas por MEV utilizando mapeamento por elétrons secundários, (a) junta brasada 1060 °C, (b) Ni, (c) Cr, (d) P, (e) Fe e (f) Nb.



Fonte: Autor.

Verifica-se nas Figuras 80 e 81 que a microestrutura do MA é similar, quando se comparam as duas temperaturas de brasagem (950 e 1060 °C), onde se observam regiões com maior concentração de fósforo e cromo. A distribuição de níquel é homogênea com exceção das regiões do MA onde as concentrações de fósforo e cromo são maiores. O ferro apresenta-se homogêneo na região do MB com gradiente de difusão para a região do MA,

na temperatura de 1060 °C é mais acentuado este fenômeno. O nióbio apresenta de forma concentrada em alguns pontos do MB.

De acordo com os trabalhos de DUNCAN (1996), ZORC e KOSEC (2000) e LV *et al* (2021), o processo de brasagem pode ser dividido em 4 estágios. Quando a temperatura está abaixo do ponto de fusão do MA (890 °C), o MB e MA (NiCrP) estão em contato próximo. Na temperatura acima do ponto *Liquidus*, o MA está completamente líquido. Forma-se uma interface sólido-líquido entre o MB e o MA, provocando a difusão mútua de elementos de liga (Ni, Cr e P) do MA na direção do gradiente de menor concentração, ou seja, regiões de alto teor destes elementos químicos migram para regiões de baixos teores. Após o aumento da temperatura de brasagem, uma quantidade de MB é dissolvida e reage com o MA fundido, o que causa a difusão de átomos de elementos do MB (Ni, Cr, Fe, Nb, Mo, Ti, Al e Co) na direção do MA da região brasada. À medida que aumenta a temperatura até a brasagem, a difusão dos elementos busca o equilíbrio na região brasada. Durante a etapa de resfriamento da brasagem, a solução sólida de níquel precipita preferencialmente do MA líquido. A formação da solução sólida consome uma grande quantidade de átomos de Ni e Cr.

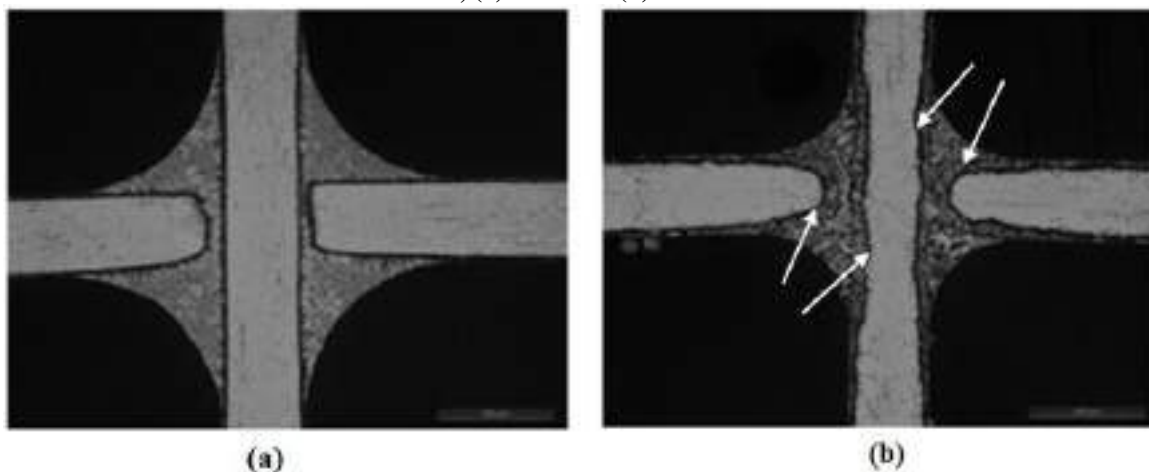
Segundo os autores DUNCAN (1996), ZORC e KOSEC (2000), a solubilidade do fósforo no níquel na temperatura de 870 °C é 0,17 % em peso e a difusão de fósforo no níquel é ainda menor. Como resultado, o líquido residual no MA é enriquecido em fósforo. À medida que a temperatura diminui continuamente são formadas as fases intermetálicas ricas em fósforo. No entanto, o restante de fase líquida ainda permanece na região da junta brasada, preferencialmente no centro da junta. Quando a temperatura diminui para cerca de 880 °C são formados eutéticos até que o MA líquido seja totalmente solidificado. Ainda de acordo com CHUANG *et al* (1996), o fósforo tem baixa solubilidade na solução sólida de níquel e forma fases intermetálicas como Ni<sub>3</sub>P, Ni<sub>5</sub>P<sub>2</sub> e Ni<sub>12</sub>P<sub>5</sub>.

De acordo com KAY (2018), as últimas fases a se solidificar durante a brasagem com MA à base de níquel são as fases de menor ponto de fusão, ou seja, aquelas fases ricas em elementos que reduzem a temperatura e são formadores de eutéticos (fases ricas em fósforo). As fases eutéticas são as primeiras a iniciar a fusão durante a brasagem e as últimas a solidificar durante o resfriamento. Assim, durante o resfriamento, essas fases eutéticas migram em direção ao centro da junta, à medida que a “frente de solidificação” do MA se move da interface MB/MA em direção à região central da junta.

Na Figura 82 são apresentadas duas imagens em corte transversal para exemplificar a dissolução do MB nas duas condições analisadas. Na Figura 82(a) é

apresentada a junta brasada na temperatura de 950 °C por 10 minutos, enquanto na Figura 82(b), a junta brasada a temperatura de 1060 °C por 10 minutos. Os MB que compunham a junta eram de mesma espessura antes de serem submetidas ao ciclo de brasagem.

**Figura 82 – Imagem obtida por MO indicando a diferença de dissolução no MB com indicação por setas, (a) 950 ° C e (b) 1060 ° C.**



Fonte: Autor.

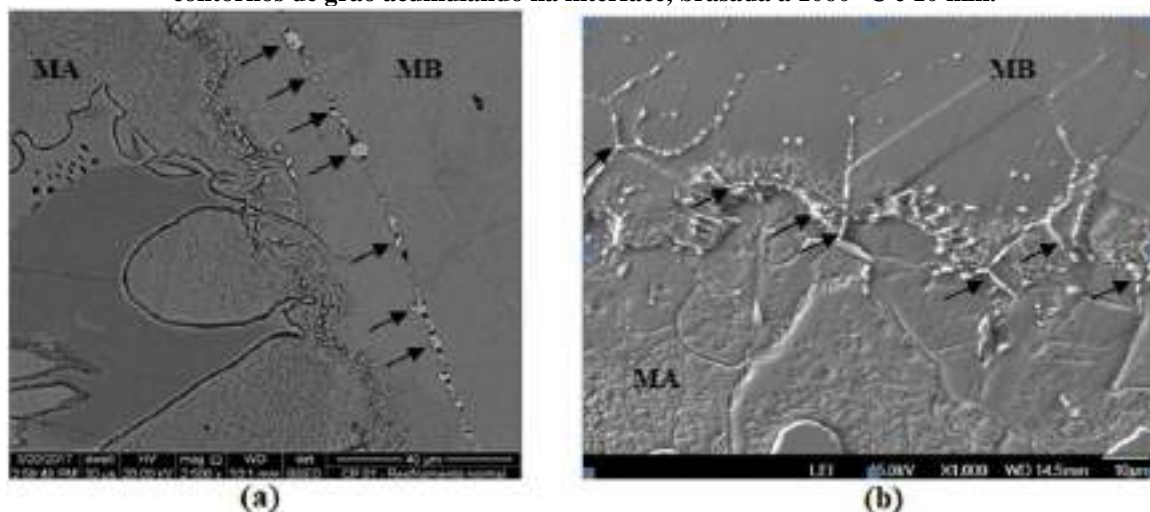
Observa-se na Figura 82(a) que a tira de *Inconel 718* mantém, praticamente, sua geometria inicial, enquanto na Figura 82(b) é observada a dissolução do MB com perda de geometria e a difusão de elementos de liga para a junta brasada. A solubilidade do MB no MA resultou na dissolução das tiras de *Inconel* que formam a junta. A dissolução da tira é proporcional à temperatura e ao tempo de exposição, quanto maiores o tempo e a temperatura, maior é a quantidade de MB dissolvido no MA. De acordo com LUGSCHEIDER *et al* (1983), temperaturas maiores aumentam o tamanho da folga, em razão da maior dissolução.

O aumento da temperatura e do tempo de brasagem são variáveis importantes que contribuem para a diminuição das fases intermetálicas na região brasada (SONG *et al*, 2022). Foi observada uma maior dissolução do MB quando submetidos a temperaturas maiores o que altera a composição química na região da junta brasada. A dissolução de elementos da matriz do *Inconel 718*, como Ni e Cr, forma uma solução sólida na região com característica dúctil e ao mesmo tempo diminui a quantidade de fases intermetálicas ricas em P, tornando a região mais homogênea.

Na Figura 83(a) são observadas as regiões do MA e o MB indicando uma linha rica de carbonetos próxima à interface. Na Figura 83(b) observam-se contornos de grãos ricos em carbonetos. Os carbonetos se alojam preferencialmente nestas regiões em razão

do maior estado de energia destes contornos e da interface. As regiões estão indicadas por setas nestas figuras.

**Figura 83 –** Imagens obtidas por MEV utilizando elétrons retroespalhados da interface MB e MA, (a) linha rica em carbonetos próxima a interface, brasada a 950 °C e 10 min e (b) carbonetos nos contornos de grão acumulando na interface, brasada a 1060 °C e 10 min.

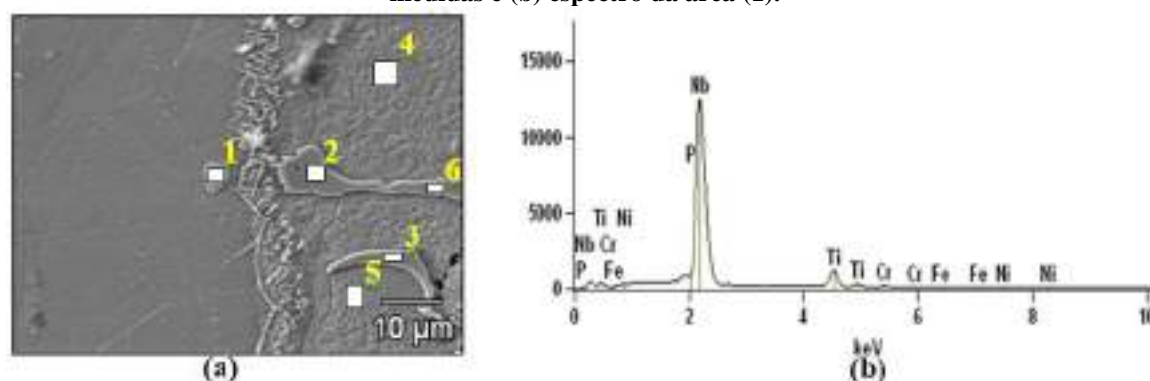


Fonte: Autor.

Na análise realizada por MEV foi possível identificar os elementos químicos principais constituintes nos carbonetos. Foi verificado aleatoriamente o tamanho dos principais carbonetos.

Na Figura 84(a) estão mostradas as regiões analisadas próximas da interface do MA/MB. Com auxílio do EDS foi possível identificar os constituintes principais indicados em cada área. Na Figura 84(b) é mostrado o espectro da área (1) indicando um carboneto rico em nióbio e titânio. Na imagem a seguir observa-se que o carboneto está deslocado e posicionado sob o MB.

**Figura 84 –** Região de interface da junta brasada, 950 °C por 10 min, (a) Identificação das áreas medidas e (b) espectro da área (1).



Fonte: Autor.

Na Tabela 12 é apresentada a composição química das áreas indicadas.

**Tabela 12 – Composição química (% em peso) das áreas da Figura 84.**

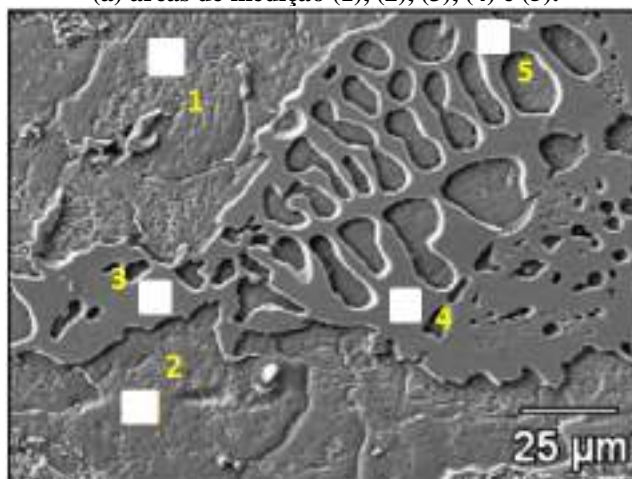
Área	P	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb
1	0,00	10,76	0,87	0,83	1,94	85,60
2	16,11	0,24	10,95	1,40	70,33	0,97
3	16,32	0,15	10,72	1,19	70,51	1,11
4	0,89	0,07	16,69	3,29	79,06	0,00
5	1,01	0,07	15,86	4,96	78,10	0,00
6	15,79	0,28	10,09	1,20	70,49	0,88

Fonte: Autor.

A partir dos teores dos elementos químicos contidos na Tabela 12, verifica-se para as áreas (2), (3) e (6) a presença de fases ricas em fósforo, enquanto nas áreas (4) e (5) indicam regiões pobres em fósforo e a presença do elemento químico ferro que é constituinte do *Inconel 718*.

Na Figura 85 é observada a região com brasagem a 1060 °C com a presença de fases ricas em fósforo, conforme áreas (3), (4) e (5) indicadas.

**Figura 85 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons secundários de amostra brasada a 1060 °C, (a) áreas de medição (1), (2), (3), (4) e (5).**



Fonte: Autor.

Na Tabela 13 são indicadas as composições relativas a cada área da Figura 85. A região com formação dendrítica apresentou alto teor de P e rica em elementos como Nb, Ti e Mo.



Tabela 13 – Composição química (% em peso) relativa às áreas da Figura 85.

Área	Al	P	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	Mo
1	0,35	0,65	0,28	16,67	12,21	67,36	0,82	1,48
2	0,44	0,57	0,25	16,35	12,94	66,94	1,07	1,44
3	0,00	21,13	4,56	17,10	3,23	33,16	20,83	0,00
4	0,00	21,39	1,42	25,45	2,37	39,64	7,33	2,41
5	0,00	21,76	1,24	25,30	1,92	40,57	7,16	2,04

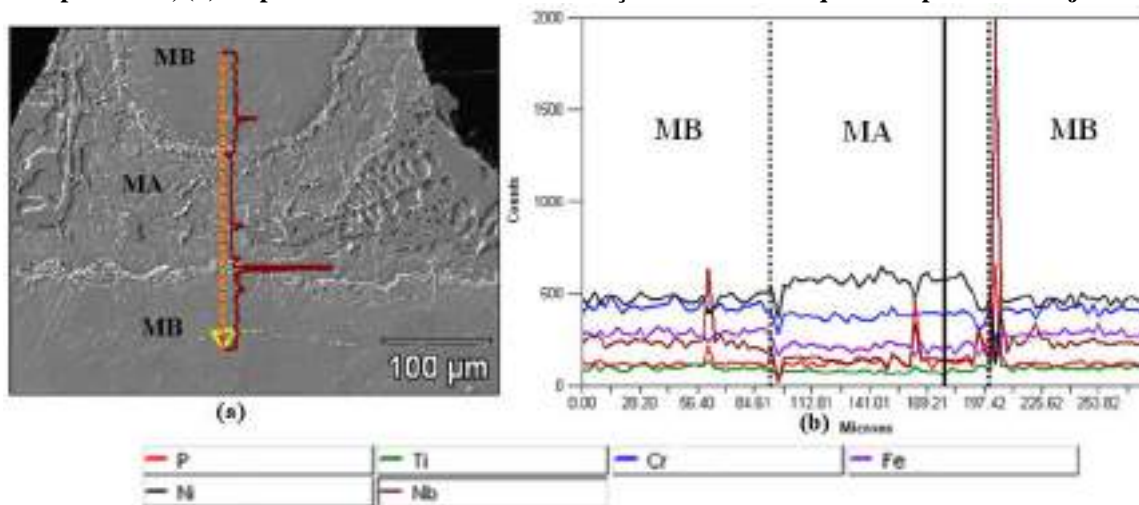
Fonte: Autor.

Na região fora da estrutura dendrítica nas áreas de medição (1) e (2) da Figura 85 apresentou os elementos constituintes do MA, níquel e cromo. Observa-se alto teor de ferro nessa região e pequeno teor de fósforo. O ferro desta região foi transferido a partir da dissolução do MB.

A partir da análise das composições da região do MA é possível observar a formação de uma região de estrutura dendrítica rica em fósforo. O fósforo é utilizado como fundente neste material combina-se com os demais elementos, produzindo compostos que formam fases frágeis intermetálicas na região da junta e nos contornos de grão do MB próximos à interface. As fases frágeis formadas por fosfetos possuem uma menor capacidade de suportar esforços mecânicos e são mais susceptíveis à corrosão (YEH, 1997).

Na Figura 86 é apresentado mapeamento de elementos químicos da região da junta brasada a partir do MB, passando pelo MA até o MB. A brasagem da junta foi realizada em 1060 °C por 10 min.

Figura 86 – Imagem obtida por MEV utilizando mapeamento por elétrons secundários, (a) perfil de mapeamento, (b) mapeamento em linha da distribuição de elementos químicos presentes na junta.



Fonte: Autor.

Os elementos químicos principais mapeados foram: P, Ni, Cr, Fe, Ti e Nb. O mapeamento foi realizado a partir do MB, passando pela região do MA até atingir o MB

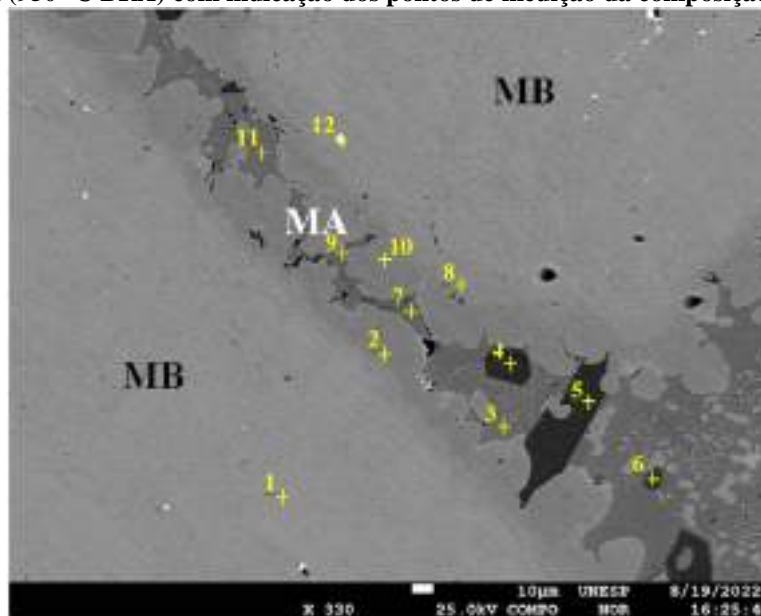
novamente. Na região do MA observa-se um aumento do teor de níquel e uma redução do teor de nióbio. A concentração de cromo, titânio, fósforo manteve-se constante ao longo do mapeamento, com exceção de alguns picos ocorridos. Os elementos fósforo e nióbio apresentaram picos (alta concentração) em algumas regiões, principalmente na interface MA/MB. O ferro, que é constituinte do *Inconel 718*, apresentou redução na região do MA.

## 5.5.2 Análise das Fases Formadas na Junta Brasada

### 5.5.2.1 Análise por WDS

A análise por WDS foi realizada nas amostras brasadas nas condições de 950 °C e 1060 °C por tempo de 10 minutos. Na Figura 87 é apresentada imagem obtida por elétrons retroespalhados a partir de microsonda eletrônica de junta brasada a 950 °C e tempo de 10 minutos. Nesta figura estão indicados os pontos de análise da composição química pontual realizada pela técnica WDS.

**Figura 87 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados da região de mapeamento da junta (950 °C BRA) com indicação dos pontos de medição da composição química.**



Fonte: Autor.

Na Tabela 14 é apresentada a composição química dos pontos medidos pela microsonda eletrônica na Figura 87. Apesar de ser uma técnica de análise quantitativa, a soma dos elementos químicos detectados nos pontos medidos não atinge o valor de 100 %, em razão dos padrões utilizados para calibração do equipamento ser de metais puros e a



medição foi realizada na liga onde há combinação dos elementos químicos, além disso, elementos residuais presentes na liga não foram analisados.

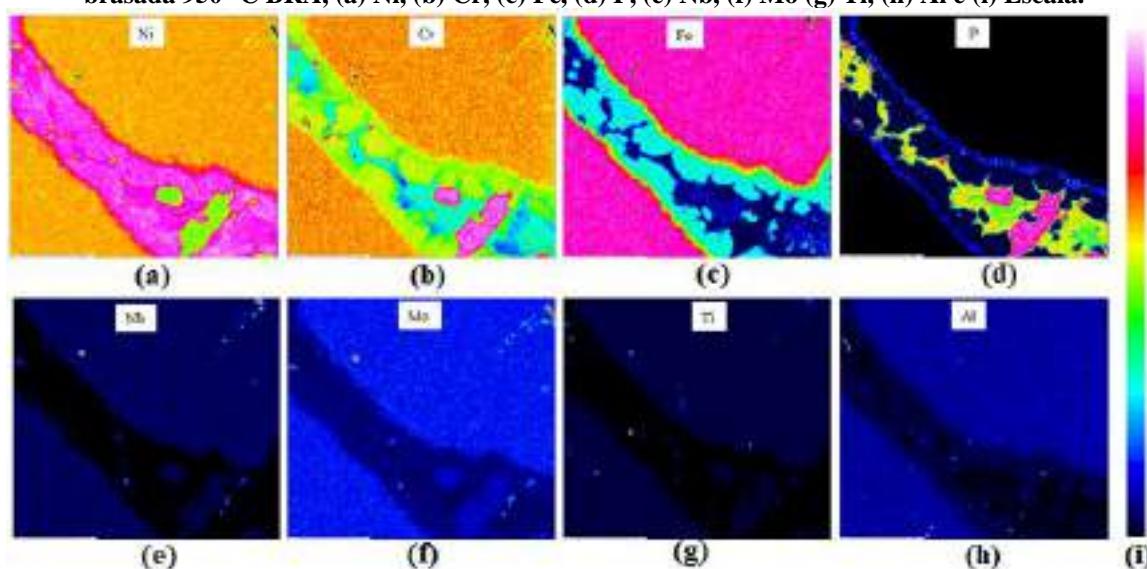
**Tabela 14 – Composição química (% em peso) obtida por microsonda eletrônica dos pontos da Figura 87.**

Composição Química (% em peso)								
Ponto	Ni	Cr	Fe	P	Nb	Mo	Ti	Al
1	52,73	18,94	18,00	0,00	4,47	2,80	0,95	0,44
2	70,26	16,06	9,14	0,76	1,12	1,22	0,25	0,23
3	74,02	8,37	1,32	13,88	0,26	0,13	0,07	0,00
4	41,41	28,06	1,28	19,80	4,02	2,13	0,90	0,00
5	42,80	27,74	1,05	20,05	3,50	1,70	0,71	0,00
6	41,88	27,66	1,23	19,94	3,96	2,10	0,89	0,01
7	75,07	8,43	1,90	12,42	0,28	0,17	0,11	0,03
8	69,60	15,07	9,03	1,67	1,35	1,31	0,36	0,26
9	73,73	12,20	3,58	8,15	0,29	0,35	0,06	0,07
10	75,53	16,10	5,93	0,74	0,25	0,62	0,06	0,13
11	75,87	7,75	1,50	12,92	0,36	0,15	0,10	0,00
12	18,31	7,55	6,72	0,00	57,87	1,18	6,67	0,11

Fonte: Autor.

Na Figura 88 são apresentados os mapas de intensidade dos principais elementos químicos que compõem a junta brasada a 950 °C.

**Figura 88 – Imagens obtidas por WDS do mapa de intensidade em relação à escala a direita da junta brasada 950 °C BRA, (a) Ni, (b) Cr, (c) Fe, (d) P, (e) Nb, (f) Mo (g) Ti, (h) Al e (i) Escala.**

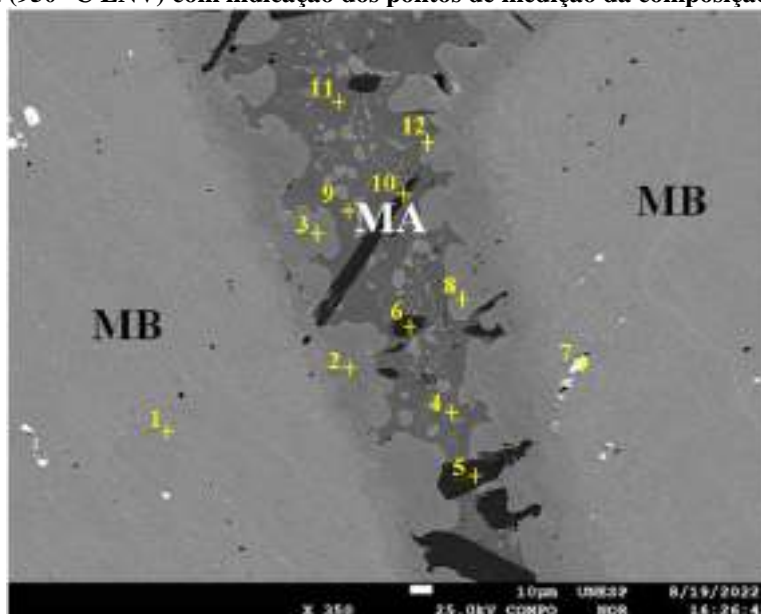


Fonte: Autor.

Na Figura 89 é apresentada a imagem obtida por elétrons retroespalhados a partir da microsonda eletrônica, da junta brasada a 950 °C e envelhecida, da região onde

foram realizados os mapas de intensidade. Na figura, também, estão indicados os pontos de análise da composição química pontual realizada pela técnica WDS.

**Figura 89** – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados da região de mapeamento da junta (950 °C ENV) com indicação dos pontos de medição da composição química.



Fonte: Autor.

Na Tabela 15 é apresentada a composição química dos pontos indicados na Figura 89.

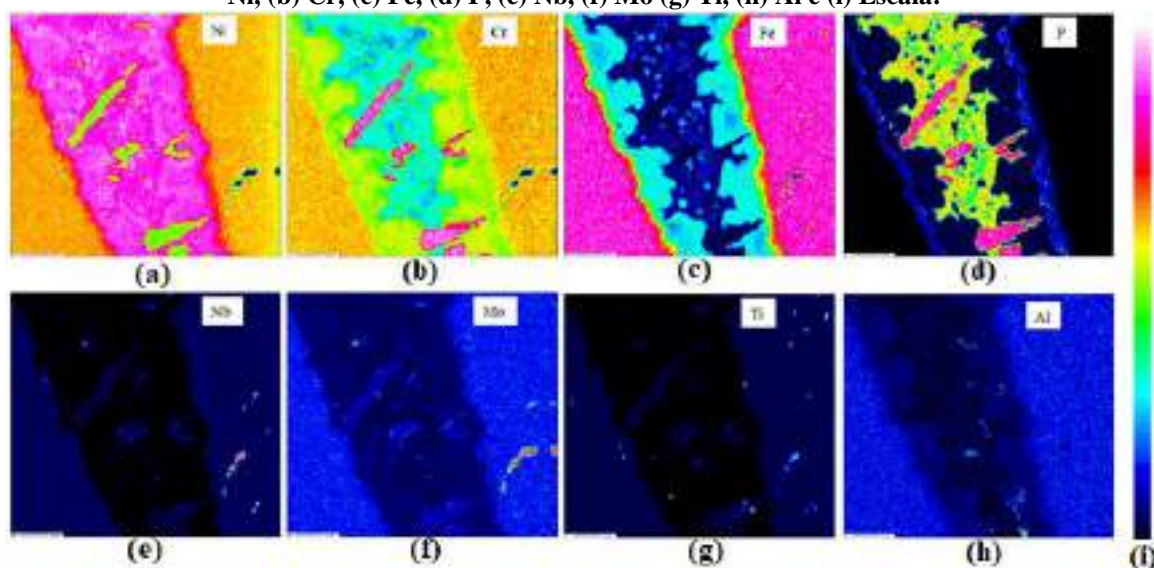
**Tabela 15** – Composição química (% em peso) obtida por microsonda eletrônica dos pontos da Figura 89.

Composição Química (% em peso)								
Ponto	Ni	Cr	Fe	P	Nb	Mo	Ti	Al
1	52,63	18,95	18,05	0,00	4,51	2,73	0,96	0,45
2	59,38	16,20	13,73	2,12	3,78	2,24	0,74	0,34
3	75,23	15,87	6,26	0,72	0,24	0,61	0,05	0,16
4	70,27	9,13	1,22	14,48	2,54	0,22	0,30	0,00
5	41,13	28,68	1,22	19,77	3,58	1,80	1,03	0,12
6	46,03	25,72	1,43	18,10	4,55	1,50	0,78	0,00
7	17,41	7,07	6,52	0,00	59,58	1,08	5,07	0,12
8	75,80	14,85	6,06	0,69	0,36	0,52	0,06	0,14
9	72,30	9,91	1,50	13,92	0,07	0,19	0,04	0,00
10	54,96	20,93	1,25	17,60	1,80	0,97	0,39	0,00
11	71,60	10,50	1,56	13,90	0,14	0,16	0,03	0,00
12	75,15	7,52	1,32	13,68	0,32	0,04	0,09	0,00

Fonte: Autor.

Na Figura 90 são apresentados os mapas de intensidade dos principais elementos químicos que compõem a junta brasada a 950 °C e envelhecida.

**Figura 90 –** Imagens obtidas por WDS do mapa de intensidade da junta envelhecida 950 °C ENV, (a) Ni, (b) Cr, (c) Fe, (d) P, (e) Nb, (f) Mo (g) Ti, (h) Al e (i) Escala.

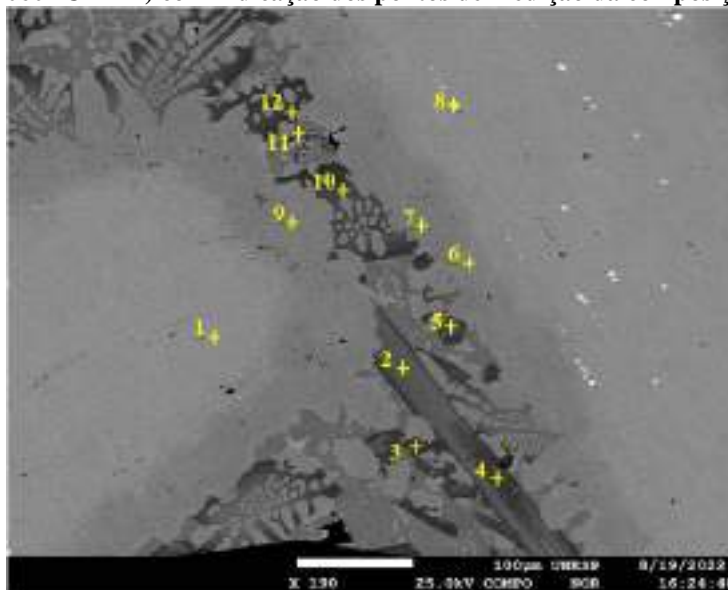


Fonte: Autor.

Pela análise do mapa de intensidade é observada uma segregação de elementos químicos na região brasada de alguns como, por exemplo, o Cr e o P e uma difusão do Fe para a área da região brasada. Verifica-se que o Ni não aparece com distribuição homogênea em toda a região do MA, com algumas áreas com indicações de menores valores. O comportamento em termos de distribuição de elementos químicos na junta envelhecida se manteve o mesmo para a junta brasada.

Na Figura 91 é apresentada a imagem obtida por elétrons retroespalhados por meio de microsonda eletrônica da junta brasada a 1060 °C da região onde foram realizados os mapas de intensidade. Nesta figura, também, estão indicados os pontos de análise da composição química pontual realizada pela técnica WDS.

**Figura 91** – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados da região de mapeamento da junta (1060 °C BRA) com indicação dos pontos de medição da composição química.



Fonte: Autor.

Na Tabela 16 é apresentada a composição química dos pontos indicados na Figura 91 obtida pela técnica WDS.

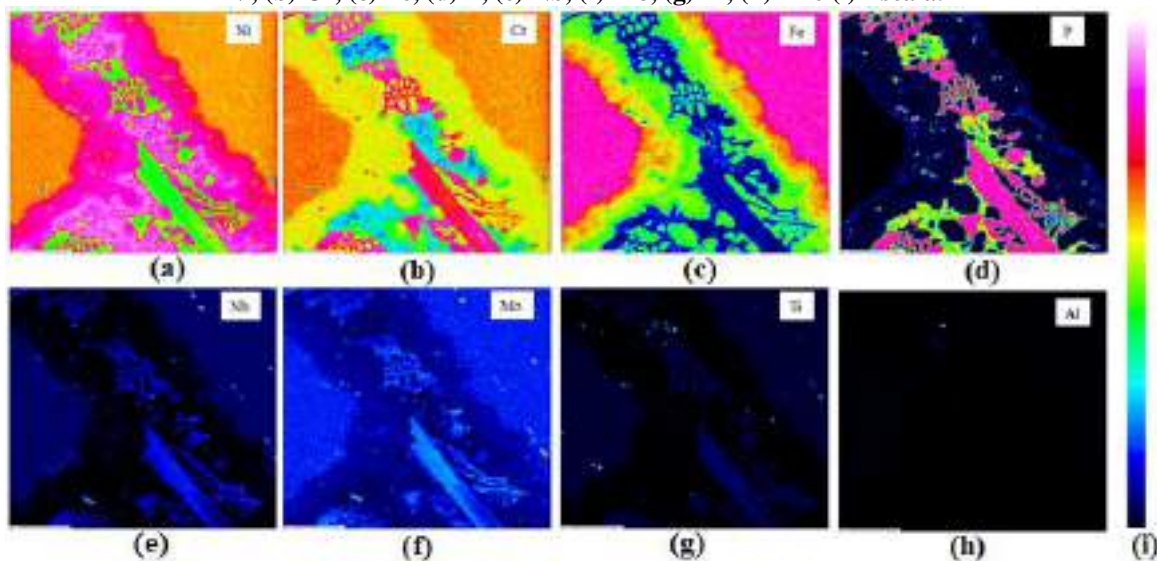
**Tabela 16** – Composição química (% em peso) obtida por microsonda eletrônica dos pontos da Figura 91.

Composição Química (% em peso)								
Ponto	Ni	Cr	Fe	P	Nb	Mo	Ti	Al
1	52,55	18,84	17,91	0,00	4,50	2,91	0,94	0,45
2	35,00	22,30	2,41	18,95	13,20	2,97	2,76	0,00
3	41,70	26,05	1,70	19,15	5,23	1,95	0,99	0,00
4	41,14	25,66	1,67	19,50	6,22	2,14	1,23	0,00
5	37,55	24,96	2,20	19,39	9,08	2,86	1,77	0,00
6	67,64	16,70	11,40	0,44	0,72	1,28	0,18	0,30
7	64,40	16,20	12,70	1,27	1,84	1,77	0,36	0,32
8	9,21	3,92	3,58	0,00	69,00	0,74	7,30	0,07
9	69,70	17,05	9,39	0,60	0,65	1,00	0,17	0,25
10	38,76	24,90	2,13	18,95	8,00	2,58	1,59	0,19
11	73,93	8,14	2,52	12,98	0,25	0,17	0,10	0,01
12	48,40	23,00	3,88	15,37	5,05	2,09	0,95	0,05

Fonte: Autor.

Na Figura 92 são apresentados os mapas de intensidade dos principais elementos químicos que compõem a junta brasada a 1060 °C.

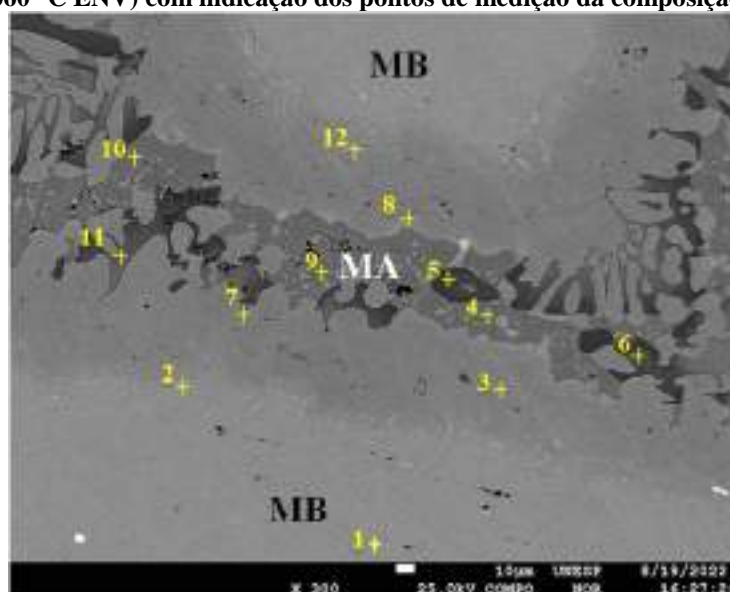
**Figura 92 –** Imagens obtidas por WDS do mapa de intensidade da junta brasada 1060 °C BRA, (a) Ni, (b) Cr, (c) Fe, (d) P, (e) Nb, (f) Mo, (g) Ti, (h) Al e (i) Escala.



Fonte: Autor.

Na Figura 93 é apresentada imagem obtida por elétrons retroespalhados a partir de microsonda eletrônica da junta brasada a 1060 °C e depois envelhecida da região onde foram realizados os mapas de intensidade. Nesta figura, também, estão indicados os pontos de análise da composição química pontual realizada pela técnica WDS.

**Figura 93 –** Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados da região do mapa da junta (1060 °C ENV) com indicação dos pontos de medição da composição química.



Fonte: Autor.

Na Tabela 17 é apresentada a composição química dos pontos da Figura 93.



**Tabela 17 – Composição química (% em peso) obtida por microsonda eletrônica dos pontos da Figura 93.**

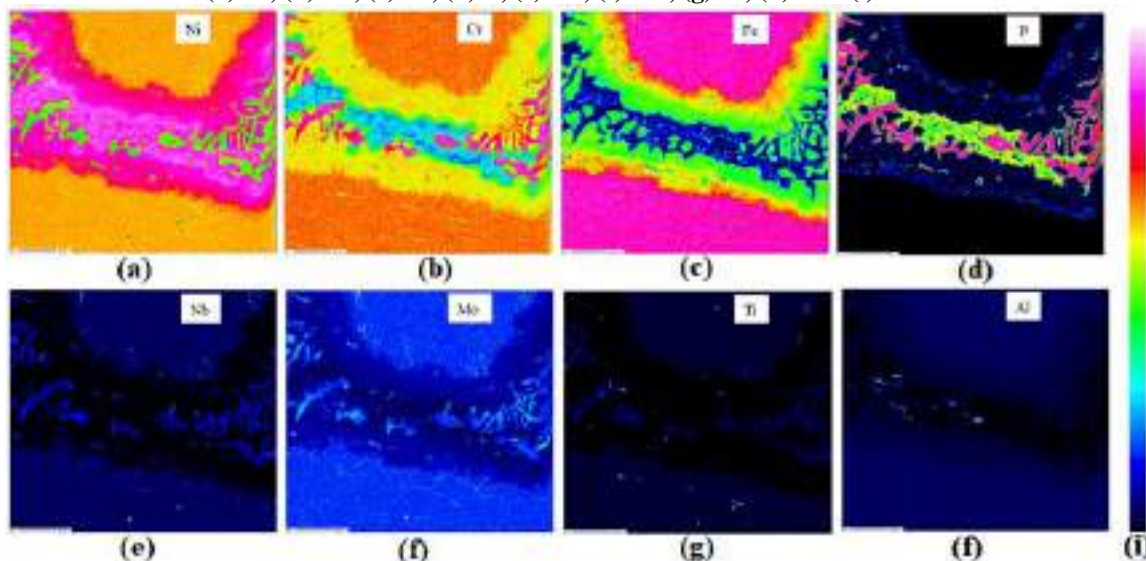
<b>Composição Química (% em peso)</b>								
Ponto	Ni	Cr	Fe	P	Nb	Mo	Ti	Al
1	15,00	6,70	5,73	0,00	64,62	0,98	4,97	0,08
2	52,76	19,00	18,00	0,00	4,38	2,81	0,96	0,45
3	66,14	16,37	12,22	0,63	1,07	1,56	0,35	0,33
4	73,58	7,90	2,03	13,85	0,18	0,16	0,06	0,00
5	50,25	20,91	2,45	17,19	5,22	1,68	0,80	0,00
6	38,56	25,50	2,02	19,65	8,13	2,73	1,50	0,00
7	75,74	11,70	8,26	2,28	0,28	0,50	0,09	0,14
8	71,28	15,60	9,77	0,58	0,45	0,93	0,11	0,23
9	74,70	7,34	2,03	13,37	0,17	0,13	0,08	0,00
10	74,60	8,34	2,88	11,92	0,33	0,24	0,08	0,02
11	48,09	25,33	1,10	18,85	2,40	1,22	0,54	0,00
12	64,43	16,58	13,65	0,40	1,36	1,79	0,31	0,36

**Fonte: Autor.**

A composição química, obtida por WDS, apresentada nas Tabelas 14, 15, 16 e 17 apresentaram valores semelhantes para as regiões analisadas. As fases com alto teor de P indicaram alto teor de Cr com empobrecimento de Ni nesta área. Em outras regiões da junta brasada foi observado alto teor de P e de Ni. Foi observado, também, regiões com presença de Nb em regiões ricas em P. Na região brasada é verificada uma baixa dissolução de P, onde é possível identificar nestas regiões a fase rica em níquel, descrita por YUAN (2009) como sendo uma solução sólida do tipo  $\gamma$ -Ni, a qual é formada durante a solidificação isotérmica num primeiro estágio do processo de brasagem que se mantém durante a solidificação.

Na Figura 94 são apresentados os mapas de intensidade dos principais elementos químicos que compõem a junta brasada a 1060 °C e envelhecida.

**Figura 94 – Imagens obtidas por WDS do mapa de intensidade da junta envelhecida 1060 °C ENV, (a) Ni, (b) Cr, (c) Fe, (d) P, (e) Nb, (f) Mo, (g) Ti, (h) Al e (i) Escala.**



Fonte: Autor.

Nos mapas de intensidade das Figuras 88, 90, 92 e 94 para as condições brasadas e envelhecidas nas duas temperaturas apresentaram o mesmo comportamento. No entanto, na temperatura de 1060 °C na condição brasada e na condição envelhecida é observada uma maior dissolução do MB em relação à temperatura de 950 °C.

A partir destes mapas pode ser observado que, a concentração de Ni está com maior intensidade na região brasada em razão do alto teor e distribuição irregular deste elemento no MA. Pequenas “ilhas” estão mostradas e coincidem com a intensidade maior do P (vide escala ao lado das figuras). O Cr possui uma distribuição heterogênea na região brasada com destaque para formação de “ilhas” com alto teor na região do MA. O Fe tem distribuição uniforme no MB. É observada a presença do Fe na região brasada indicando a difusão deste elemento para a região de interface do MA com MB. Na região central do MA é observado uma porcentagem residual, indicando que o Fe não se difundiu até o centro desta região.

O P apresenta formação de “ilhas” com alta concentração nestas regiões onde ocorre alta concentração de Cr e menores teores de Ni. A reduzida solubilidade do P no Ni e no Cr indicam a formação destas ilhas na região de brasagem. Segundo os autores DAVOINE *et al* (2014) e TANINOUCI *et al* (2021) o fósforo apresenta baixa solubilidade no níquel em torno de 0,32% (porcentagem atômica) a 1000°C o que pode formar fosfetos principalmente com o níquel e cromo. O P também está presente na região de interface MA/MB em menor quantidade, indicando a formação de regiões de solução sólida de Ni-Cr ( $SS_{NiCr}$ ).

Outros elementos em menores teores também apresentam distribuição heterogênea. O Nb tem distribuição irregular no MB com formação de carbonetos em pequenas regiões provenientes do processo de fabricação da liga. É observada, também, a presença de Nb na região da junta brasada e nas “ilhas” formadas de Cr e P. O Mo possui distribuição irregular no MB e formação de carbonetos coincidentes com os de Nb e está presente na região brasada. O Ti apresenta distribuição irregular no MB e, também, apresenta na forma de carbonetos. Na região brasada são observados pontos com alto teor de Ti. O Al, também, apresenta alguns pontos de intensidade na região brasada.

Elementos como o Fe, Nb, Mo, Ti e Al estão presentes na região brasada. Estes elementos fazem parte do MB e não estão presentes na composição química do MA (NiCrP). Estes elementos foram transferidos do MB para a região brasada por meio da dissolução do MB e pelo processo de difusão dos elementos.

Em geral, os mapas de intensidades obtidos por WDS apresentaram similaridades nas quatro condições investigadas (950 °C BRA, 950 °C ENV, 1060 °C BRA e 1060 °C ENV). É observado que as fases intermetálicas ricas em Ni, Cr e P se formam no centro da junta. De acordo com KAY (2018), devido ao processo de solidificação estas fases ricas em fosfetos, de baixo ponto de fusão, sendo as últimas a solidificarem e se concentram na região central da junta brasada.

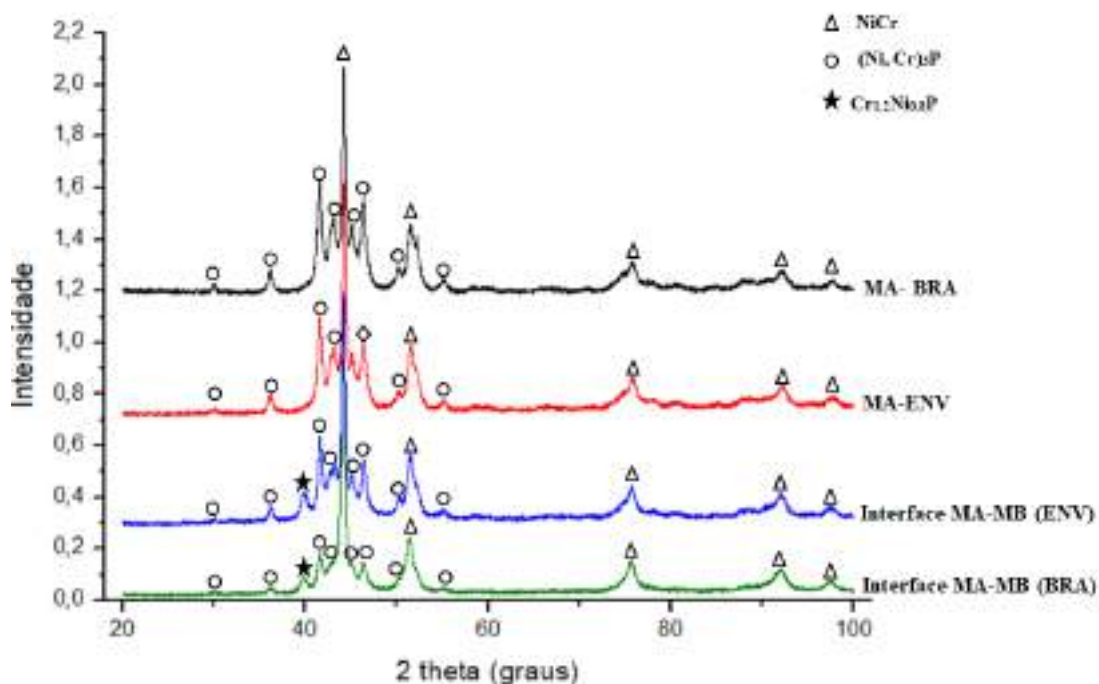
A utilização da microsonda eletrônica por meio da técnica por WDS obteve resultados quantitativos das diferentes regiões da junta brasada e da junta envelhecida. Estes resultados corroboraram aqueles obtidos por outras técnicas como EDS e confirmaram os teores de elementos químicos encontrados nas diferentes regiões da junta brasada. Com auxílio da técnica foi possível verificar a relação das fases de níquel e cromo com o fósforo formando fases intermetálicas ricas em fosfeto.

#### 5.5.2.2 Análise por DRX

Após tentativas de análises por DRX da junta brasada não foram obtidos resultados satisfatórios, em razão da pequena área de análise na técnica por DRX. Assim, se optou pela análise nas seguintes situações de: MA fundido (MA-BRA), do MA fundido e envelhecido (MA-ENV), do MA fundido sobre o MB na condição brasada (Interface MA-MB (BRA)) e do MA fundido sobre o MB na condição envelhecida (Interface MA-MB (ENV)). Na Figura 95 são apresentados os difratogramas obtidos para os materiais analisados.



**Figura 95 – Difratomogramas MA fundido (MA-BRA), do MA fundido e envelhecido (MA-ENV), do MA fundido sobre o MB (Interface MA-MB (BRA)) e do MA fundido sobre o MB envelhecido (Interface MA-MB (ENV)) indicando as fases.**



Fonte: Autor.

O MA brasado era composto de duas fases, sendo uma de fosfeto de níquel e cromo  $(Cr, Ni)_3P$  (ficha JCPDS n° 38-892) e uma solução sólida de níquel e cromo  $(SS_{NiCr})$  (ficha JCPDS n° 65-3244). O MA envelhecido apresentou as mesmas fases encontradas no MA brasado, portanto, não houve alteração de fases no MA quando submetido ao tratamento térmico de envelhecimento por 18 horas.

Quando o MA foi brasado sobre o MB (Interface MA-MB (BRA)) foram identificadas as mesmas fases encontradas para MA-BRA, respectivamente NiCr e  $(Ni,Cr)_3P$ . Estas mesmas fases estão presentes no MA brasado sobre o MB na condição envelhecida (Interface MA-MB (ENV)). Durante o processo de brasagem do MA sobre o MB houve reação da pasta de brasagem com o Inconel, possibilitando a formação de uma nova fase identificada como sendo uma fase ternária do tipo  $Cr_{1.2}Ni_{0.8}P$  (ficha JCPDS n° 51-1367).

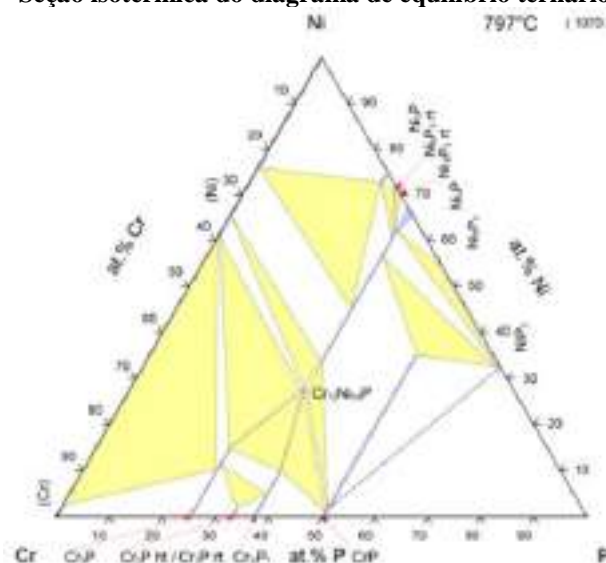
Na análise por WDS da região brasada das Figuras 88, 90, 92 e 94 foram indicadas regiões ricas em Cr e Ni, regiões ricas em Ni e P e regiões contendo as três fases simultaneamente, corroborando com as fases encontradas na Interface MA-MB por DRX. A transformação de fase ocorrida na Interface MA-MB se deve pela mudança de concentração da composição química dos elementos envolvidos facilitados pelos processos de difusão que ocorrem durante o processo de brasagem. A brasagem em temperaturas de

1060 °C e o gradiente de concentração aumenta a cinética das reações e acelera os processos de difusão entre o MA e o MB com a formação de novas fases.

Em trabalhos realizados por TAN *et al* (2022) utilizando MA a base de Ni-Cr-P foram encontradas fases do tipo  $(\text{Ni,Cr})_3\text{P}$  e a solução sólida Ni-Cr, em conformidade com o que foi apresentado neste trabalho. CENTENO (2013) também encontrou fases do tipo  $(\text{Ni,Cr})_3\text{P}$  e a solução sólida rica em Ni-Cr quando realizou a brasagem de aço inoxidável utilizando MA a base de Ni-Cr-P. Li *et al* (2018) também encontrou a solução sólida em Ni-Cr e fases do tipo  $(\text{Ni,Cr})_3\text{P}$ , além de outras fases similares na brasagem de liga a base de níquel com MA composto de Ni-Cr-P em condições semelhantes de tempo e temperatura durante o processo de brasagem.

Na Figura 96 é apresentada a seção isotérmica do diagrama de equilíbrio ternário dos elementos químicos níquel (Ni), cromo (Cr) e fósforo (P) na temperatura de 797 °C. Os diagramas de equilíbrio orientam sobre as possíveis fases que podem ser formadas durante a solidificação dos materiais envolvidos no processo, em condições de equilíbrio. No entanto, a aplicação deste diagrama tem limitações, uma vez que a maioria das solidificações ocorre fora de situações de equilíbrio, podendo causar heterogeneidades ou segregações no material em razão do tempo insuficiente para difusão. As juntas brasadas nas temperaturas de 950 °C e 1060 °C resfriaram dentro do forno a vácuo com pressão menor que  $10^{-3}$  mbar. A taxa média de resfriamento do forno a vácuo foi de 11 °C/min de 950°C até 500 °C e de 12,5 °C/min da temperatura de 1060°C até 500 °C. As condições que foram realizadas o processo de brasagem e de resfriamento não são de equilíbrio, mas num determinado momento da solidificação é possível que se tenham as mesmas fases ou fases similares do diagrama de equilíbrio.

Figura 96 – Seção isotérmica do diagrama de equilíbrio ternário de Ni-Cr-P.



Fonte: Autor.

Desta forma, com base no diagrama de equilíbrio ternário é possível observar a fase ternária do tipo CrNiP e fases como: CrP, Cr<sub>2</sub>P, Cr<sub>3</sub>P, NiP, Ni<sub>2</sub>P, Ni<sub>3</sub>P, NiP<sub>2</sub>, Ni<sub>3</sub>P<sub>4</sub>, dentre outras. Em trabalho similar, utilizando MA a base de NiCrP para brasagem de aço inoxidável duplex, realizado por CENTENO (2013) indicou a presença de solução sólida rica em Ni ( $\gamma$ -Ni), dos fosfetos de níquel (Ni<sub>2</sub>P, Ni<sub>3</sub>P, Ni<sub>5</sub>P<sub>2</sub>, Ni<sub>12</sub>P<sub>5</sub>) e dos fosfetos de cromo (Cr<sub>2</sub>P, Cr<sub>12</sub>P<sub>7</sub>, Cr<sub>3</sub>P) e a fase ternária Cr<sub>1.2</sub>Ni<sub>0.8</sub>P. O mesmo padrão de fases formadas foi encontrado por YUAN *et al* (2009).

Na Tabela 18 é apresentada a relação (Ni/P) e [(Ni+Cr)/P] obtida por meio da composição química nos pontos medidos pela microsonda eletrônica utilizando a técnica WDS.

Tabela 18 – Relação de composição química (% em peso) dos pontos medidos pela técnica WDS.

Condição	Ponto	Ni	Cr	P	(Ni/P)	[(Ni+Cr)/P]
950 - BRA	4	41,41	28,06	19,8	2,09	3,51
	5	42,8	27,74	20,5	2,09	3,44
950 - ENV	5	41,13	28,68	19,77	2,08	3,53
	6	46,03	25,72	18,10	2,54	3,96
1060 - BRA	3	41,70	26,05	19,15	2,18	3,54
	4	41,14	25,66	19,50	2,11	3,43
1060 - ENV	6	38,56	25,50	19,65	1,96	3,26
	11	48,09	25,33	18,85	2,55	3,89

Fonte: Autor.

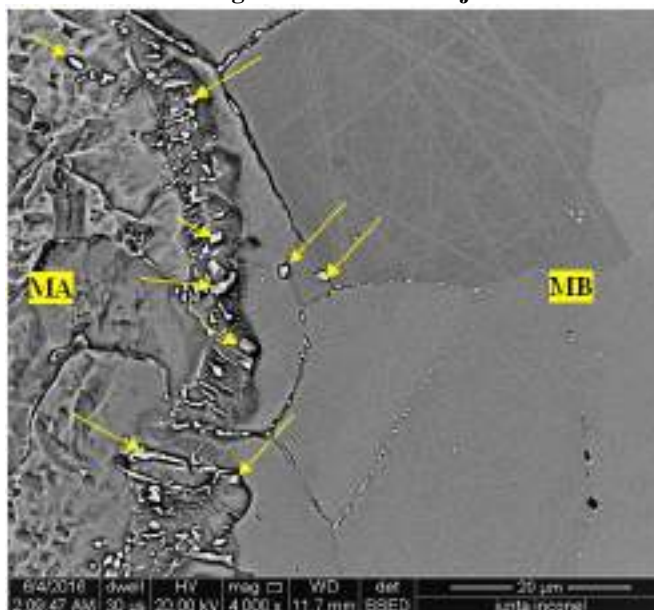
Com base na relação estequiométrica (Ni/P) e [(Ni+Cr)/P] das fases indicadas nos pontos medidos das respectivas condições é possível sugerir a presença de algumas fases utilizando os diagramas de fase Ni-P e Cr-P apresentados na Figura 12. A relação (Ni/P) com valores próximos a 2, composta de Ni e P em 2:1, sugere que as fases sejam do tipo Ni<sub>2</sub>P. Para relações maiores próximas a 2,5, composta de Ni e P em 2,5:1, sugere que as fases sejam do tipo Ni<sub>5</sub>P<sub>2</sub>, Ni<sub>8</sub>P<sub>3</sub>, Ni<sub>3</sub>P ou Ni<sub>12</sub>P<sub>5</sub>. As fases indicadas aqui são uma estimativa, uma vez que são retiradas com base na relação estequiométrica e associadas ao diagrama de equilíbrio não representando o processo de solidificação, que ocorre em outras condições. Esta associação com base na relação estequiométrica foi utilizada por CENTENO (2013) em seu trabalho.

Outras fases podem surgir na região brasada, principalmente na temperatura de 1060°C, devido à maior dissolução do MB pelo MA que transfere outros elementos químicos como Cr, Fe, Nb, Mo, Ti e Al para a região da junta brasada. O aumento do volume de MA líquido, em razão da presença destes elementos favorece a formação de novas fases com a modificação da composição química e da relação estequiométrica.

### 5.5.3 Análise de Precipitados na Junta Brasada

Nas juntas brasadas, as duas condições analisadas apresentaram precipitados nos contornos de grão do MB (*Inconel 718*) e na interface MB/MA. Na Figura 97 é apresentada uma imagem obtida por MEV da interface de uma junta brasada a 950 °C e tempo de 10 minutos com a indicação dos carbonetos por setas.

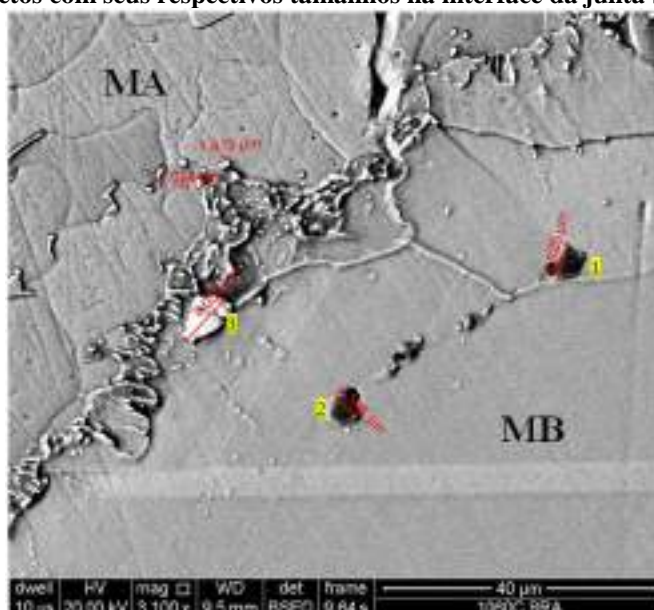
**Figura 97 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados com indicação de carbonetos na região de interface da junta brasada.**



**Fonte: Autor.**

Na Figura 98 é apresentada imagem obtida por MEV da interface MB/MA de uma junta brasada a 1060 °C por 10 minutos. Nesta figura observa-se o mesmo fenômeno mostrado na Figura 97, onde podem ser observados a presença de carbonetos nos contornos de grão do MB (*Inconel 718*) e na interface MB/MA. Foram realizadas análises e medidas do tamanho dos carbonetos e a indicação dos pontos para análise da composição química por EDS.

**Figura 98 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados com indicação de carbonetos com seus respectivos tamanhos na interface da junta brasada.**



**Fonte: Autor.**

Os precipitados na interface MB/MA ou próximos dela possuem tamanho inferior a 10  $\mu\text{m}$ . Estes valores de precipitados estão de acordo com os encontrados por BELAN (2015) que foram na faixa de 4,01  $\mu\text{m}$  a 11,79  $\mu\text{m}$ . Estes precipitados encontra-se com tamanho médio de  $5,0 \pm 1,5 \mu\text{m}$ . Na Tabela 19 é apresentada a composição química dos precipitados identificados nos pontos (1), (2) e (3) da Figura 98.

**Tabela 19 – Composição química (% em peso), obtida por EDS, e tamanho dos precipitados nos pontos indicados.**

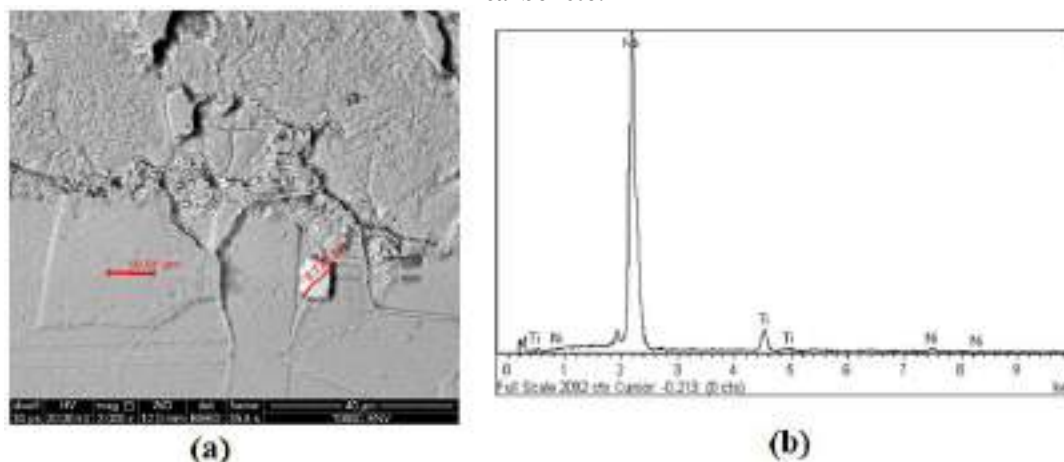
Ponto	Ti	Cr	Ni	Nb	Tamanho ( $\mu\text{m}$ )
1	91,2	1,2	--	7,6	4,925
2	88,2	1,7	2,6	7,5	4,188
3	8,2	1,0	3,8	87,0	8,050

**Fonte: Autor.**

A análise por EDS, nos precipitados encontrados na interface MB/MA, indica que são constituídos por titânio e nióbio como elementos majoritários. A composição química destes precipitados é a mesma encontrada nos carbonetos do MB utilizado antes da brasagem. Estes carbonetos encontram-se distribuídos no MB, em especial, na região do contorno de grão. À medida que ocorre a dissolução do MB durante a brasagem, sobretudo na temperatura de 1060  $^{\circ}\text{C}$ , os carbonetos são transferidos para as regiões próximas da interface MB/MA (conforme Figura 97). A temperatura e o tempo de brasagem não foram suficientes para dissolver estes carbonetos para a matriz. Durante a fabricação da liga é realizado tratamento térmico para dissolução dos carbonetos na matriz, no entanto, nos lotes usados neste trabalho o tratamento térmico realizado não foi suficiente para a dissolução de todos os carbonetos.

Na Figura 99(a) é apresentada a imagem, obtida por MEV, da interface de uma junta brasada a 1060  $^{\circ}\text{C}$  e envelhecida indicando carboneto com tamanho de 8,7  $\mu\text{m}$  e na Figura 99(b) o espectro indicando que o carboneto é uma composição de Nb e Ti.

**Figura 99 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados de carboneto próximo à interface da junta brasada a 1060 °C ENV, (a) carboneto com indicação da medida e (b) espectro do carboneto.**



Fonte: Autor.

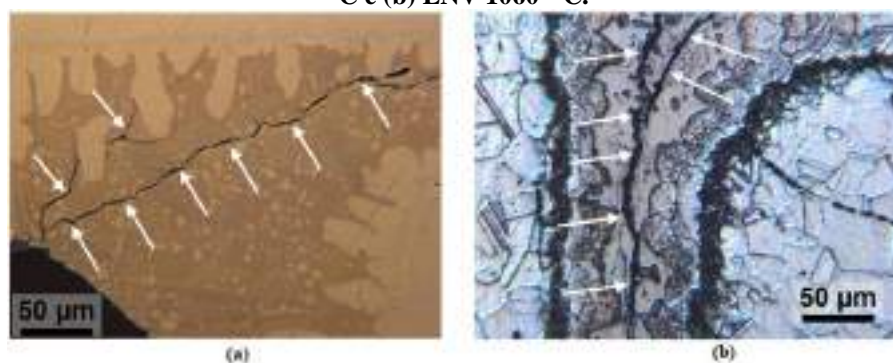
Os precipitados encontrados na região do MB e da interface MB/MA das amostras envelhecidas possuem as mesmas características em termos de tamanho e composição química daqueles encontrados nas amostras que foram brasadas.

#### 5.5.4 Avaliação de Trincas na Junta Brasada

Juntas brasadas submetidas ao ensaio para avaliação da nucleação de trinca (início de falha) indicou a presença de trincas com carga de 4 KN. Após avaliação visual foi constatada a trinca na região, conforme apresentado na Figura 100.

Na Figura 100 são observadas duas imagens obtidas por MO usando o recurso de iluminação para destacar a trinca. Em ambas as imagens são observadas que, as trincas da junta brasada e da junta envelhecida se nuclearam e se propagaram por uma região com a mesma tonalidade, indicando uma propagação por uma região preferencial.

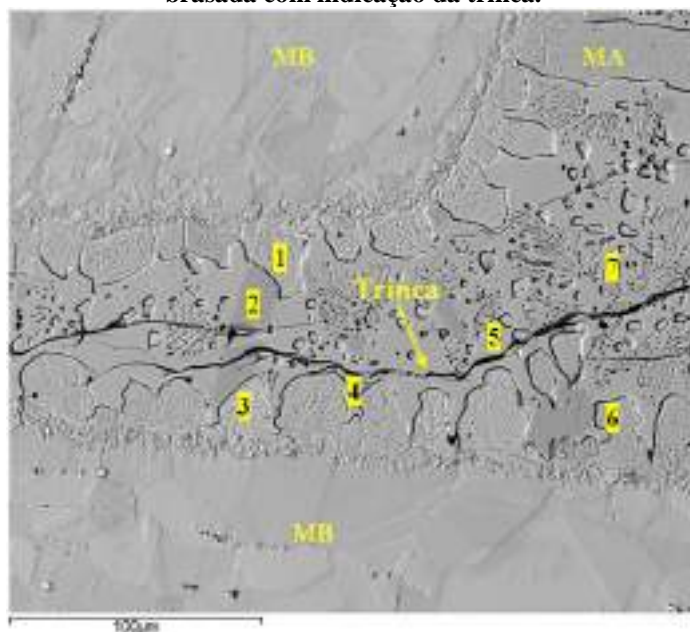
**Figura 100 – Imagem obtida por MO da presença de trinca na região da junta brasada, (a) BRA 950 °C e (b) ENV 1060 ° C.**



Fonte: Autor.

Na Figura 101 é apresentada imagem, obtida por MEV, com indicação dos pontos para realização da composição química por EDS.

**Figura 101 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons retroespalhados da região da junta brasada com indicação da trinca.**

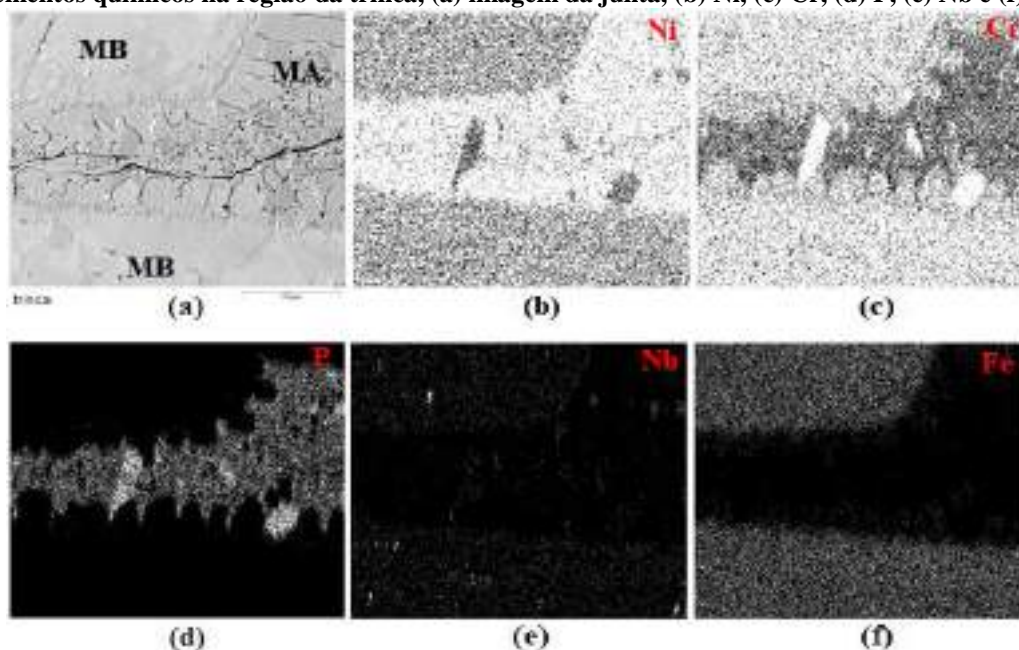


**Fonte: Autor.**

Na Figura 102 é mostrado o mapeamento por elemento químico na região da trinca. Na Figura 102 (d) é possível observar as regiões preferenciais de propagação da trinca que coincidem com as áreas de maior concentração de fósforo.



**Figura 102 – Imagem obtida por MEV utilizando mapeamento por elétrons retroespalhados de elementos químicos na região da trinca, (a) imagem da junta, (b) Ni, (c) Cr, (d) P, (e) Nb e (f) Fe.**



Fonte: Autor.

Na Tabela 20 é apresentada a análise realizada por MEV utilizando a técnica EDS nos pontos indicados na Figura 101.

**Tabela 20 – Composição química (% em peso) medida por EDS nos pontos indicados na Figura 101.**

Ponto	P	Cr	Fe	Ni
1	1,2	17,7	5,3	75,9
2	26,5	29,2	1,0	42,7
3	1,2	17,4	5,9	75,6
4	19,0	10,7	1,3	69,0
5	16,8	9,5	1,3	72,4
6	1,1	17,2	6,2	75,5
7	18,9	10,5	1,3	69,4

Fonte: Autor.

Conforme observado na Figura 101, a trinca se propagou para a região do MA na parte interna da junta, preferencialmente onde ocorre maior concentração do elemento químico fósforo. Esta região, também, é rica em níquel e possui algumas regiões ricas em cromo.

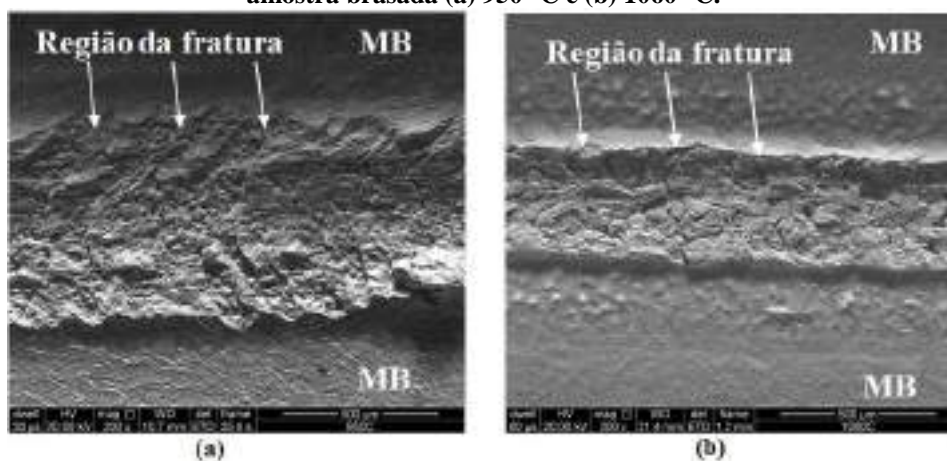
O ensaio de dureza realizado na junta brasada indicou nestas regiões ricas em fósforo e valores de dureza maiores em relação às outras áreas da junta. A formação de fases intermetálicas ricas em fósforo de alta dureza diminui a tenacidade da junta brasada e cria um caminho preferencial para propagação de trincas. Em ensaios mecânicos realizados por ZORC e KOSEC (2000) utilizando juntas brasadas com MA a base de NiCrP foi

encontrado o mesmo resultado, onde a trinca se propagava pelas fases intermetálicas ao longo da linha próxima à solução sólida formada. Ainda de acordo com os autores, a região composta por estas fases intermetálicas é a parte mais frágil da junta. Os autores YEH e CHUANG (1997) também relataram em seu trabalho que estas fases intermetálicas formadas com fósforo diminuem a resistência mecânica da junta brasada. LV *et al* (2021) relataram em seu estudo que, em razão da formação contínua destas fases intermetálicas, as microtrincas formadas crescem de forma rápida ao longo dos compostos frágeis até a ruptura indicadas por facetas na superfície de fratura que representam um modo típico de fratura por clivagem. JAMALOEI *et al* (2017) relatou em seu trabalho com materiais similares, que a região brasada apresentou fases intermetálicas de alta dureza, sendo este local preferencial para a nucleação e o crescimento de trincas.

#### 5.5.5 Avaliação da Região da Fratura

Na Figura 103 é observada a região da fratura das juntas brasadas nas duas temperaturas.

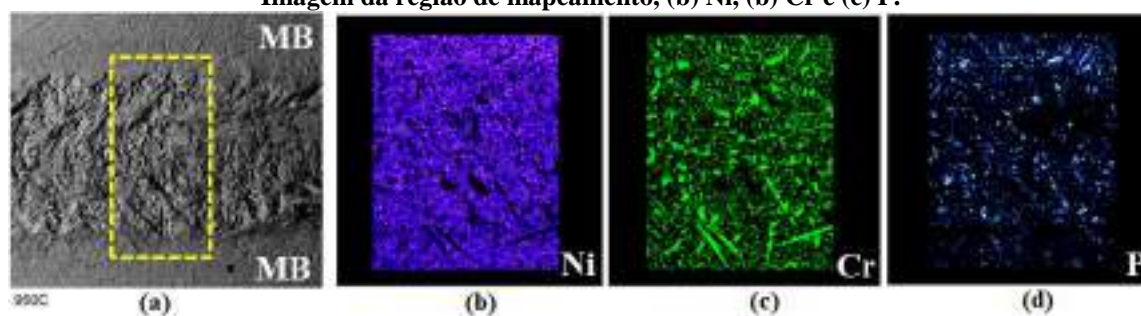
**Figura 103 – Imagem obtida por MEV utilizando elétrons secundários da região da fratura de amostra brasada (a) 950 °C e (b) 1060 °C.**



**Fonte: Autor.**

Na Figura 104 é observado o mapeamento de elementos químicos na região da fratura da junta brasada a 950 °C. Na região da fratura há uma distribuição irregular de níquel e concentração de cromo e fósforo em algumas regiões da área mapeada.

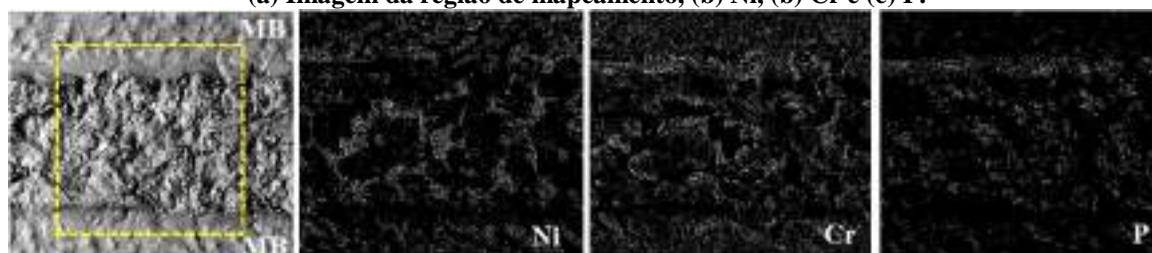
**Figura 104 – Mapeamento de elementos químicos na região da fratura da junta brasada a 950 °C. (a) Imagem da região de mapeamento, (b) Ni, (b) Cr e (c) P.**



Fonte: Autor.

Na Figura 105 é observado o mapeamento de elementos químicos na região da fratura da junta brasada a 1060 °C. Nesta temperatura é observada uma distribuição irregular de níquel, cromo e fósforo. No entanto, não são observados concentrações intensas dos elementos químicos nas regiões.

**Figura 105 – Mapeamento de elementos químicos na região da fratura da junta brasada a 1060 °C, (a) Imagem da região de mapeamento, (b) Ni, (b) Cr e (c) P.**



Fonte: Autor.

Nos mapeamentos da região da fratura é observado para ambas as temperaturas de brasagem um comportamento similar em relação à distribuição irregular dos elementos Ni, Cr e P. No entanto, para a temperatura de 1060 °C parecem indicar regiões com menor intensidade, similares às observadas na temperatura de 950 °C que são indicações de elevada concentração destes elementos. Esta situação pode estar relacionada à diminuição de fases intermetálicas na região brasada e o aumento da solução sólida ricas em Ni e Cr, conforme resultados obtidos por SONG *et al* (2022) e LV *et al* (2021).

## 5.6 Comparação das Propriedades de Juntas Brasadas (BRA) e Envelhecidas (ENV)

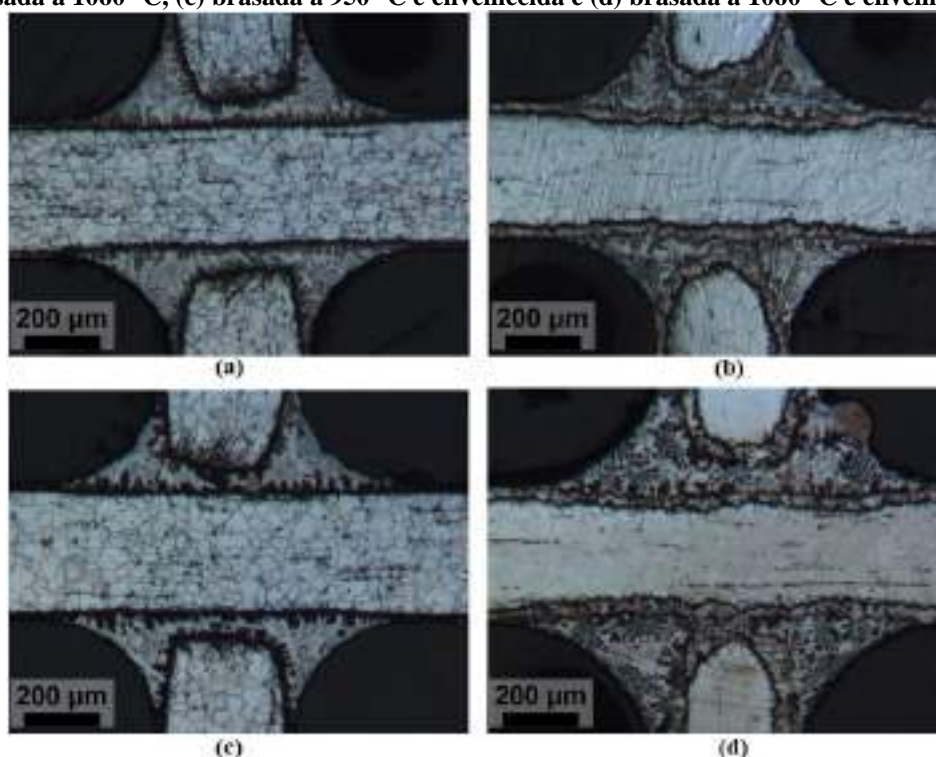
### 5.6.1 Propriedades Microestruturais

O limite de escoamento do MB (tira de *Inconel 718*) na condição solubilizada foi de  $414 \pm 17$  MPa e na condição envelhecida por 18 horas foi  $1025 \pm 59$  MPa. O limite de escoamento do MB envelhecido é cerca de 2,5 vezes maior que o MB solubilizado, indicando que, o tratamento térmico realizado na tira de *Inconel 718* aumenta a resistência mecânica.

O nióbio é o principal elemento endurecedor pela ocorrência da precipitação das fases  $\gamma'$  e  $\gamma''$ . O aumento da temperatura facilita a dissolução do nióbio dos carbonetos e das fases Laves para a matriz novamente, o que posteriormente, aumenta a precipitação de elementos endurecedores (REED, 2006 e KUO, 2009).

Na Figura 106 são observadas imagens obtidas por MO das seções transversais das juntas nas condições, brasada e brasada-envelhecida a  $950^\circ\text{C}$  e brasada e brasada-envelhecida a  $1060^\circ\text{C}$ .

**Figura 106 – Imagens obtidas por MO da seção transversal das juntas, (a) brasada a  $950^\circ\text{C}$ , (b) brasada a  $1060^\circ\text{C}$ , (c) brasada a  $950^\circ\text{C}$  e envelhecida e (d) brasada a  $1060^\circ\text{C}$  e envelhecida.**



Fonte: Autor.

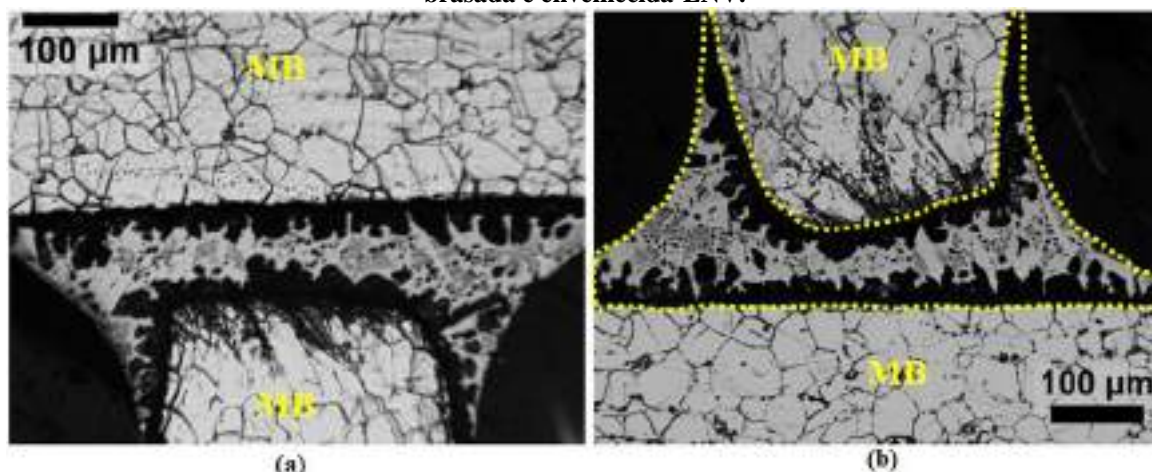


Após análises das imagens é possível observar que não ocorrem diferenças significativas na geometria das juntas brasadas e envelhecidas na mesma temperatura, vide Figura 106(a) brasada a 950 °C e Figura 106(c) brasada a 950 °C e envelhecida ou entre a Figura 106(b) brasada a 1060 °C e Figura 106(d) brasada a 1060 °C e envelhecida. Quando se comparam temperaturas diferentes pode ser observada uma maior dissolução do MB na temperatura de 1060 °C e uma geometria de junta diferente.

O tamanho de grão nas diferentes regiões do MB da junta não apresentou diferenças significativas entre a junta brasada e a junta brasada e envelhecida por tratamento térmico.

Na Figura 107 são apresentadas imagens obtidas por MO de juntas brasadas e de juntas envelhecidas. Nas imagens são observadas que a quantidade de fases intermetálicas (região de coloração clara) na junta brasada a 950 °C (vide Figura 107(a)) e nas juntas brasadas e envelhecidas (vide Figura 107(b)) não teve alteração significativa para as amostras analisadas. A região da junta brasada é composta de uma solução sólida de NiCr ( $SS_{NiCr}$ ) e de fases intermetálicas formadas, principalmente, pelo elemento químico fósforo.

**Figura 107 – Imagens obtidas por MO de brasagem a 950 °C, (a) junta brasada - BRA e (b) junta brasada e envelhecida-ENV.**



Fonte: Autor.

Na Tabela 21 são apresentados os resultados da diluição das fases na região que compõe a junta brasada (área interna no interior das linhas delineadas), como exemplo, na Figura 107(b).

**Tabela 21 – Resultado da porcentagem de fases constituintes da região brasada.**

Condição	Temperatura (° C)	% Fases intermetálicas e com teor intermediário de P	% SS <sub>NiCr</sub>
BRA	950	41	59
	1060	22	78
ENV	950	41	59
	1060	25	75

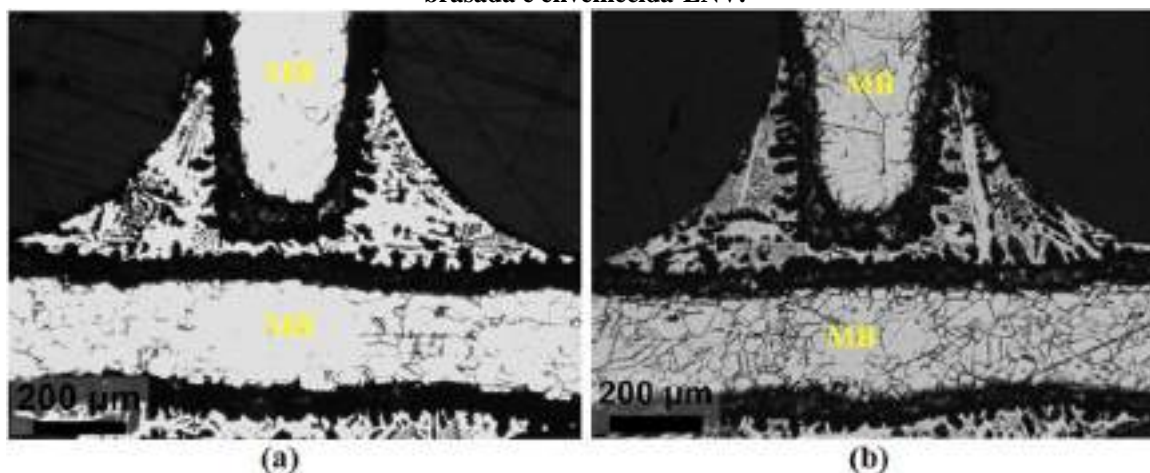
**Fonte: Autor.**

A partir da análise dos resultados da Tabela 21 é possível observar que não apresentam diferenças significativas na quantificação das fases da condição brasada para a condição envelhecida. A porcentagem de fases intermetálicas que compunham a junta na condição brasada se manteve após o tratamento térmico de envelhecimento para ambas as temperaturas.

A maior diferença na porcentagem das fases é quando se comparam as duas temperaturas. Na temperatura de 1060 °C, tanto na junta brasada quanto na junta envelhecida, a quantidade percentual das fases intermetálicas (ricas em fósforo) é menor que as fases da solução sólida. A maior dissolução do MB em temperaturas maiores muda a composição de fases da região brasada. Com a dissolução, os elementos químicos (Ni, Cr, Fe e outros) do MB são transferidos para a região brasada, o que diminui a porcentagem das fases intermetálicas (ricas em fósforo). Estas afirmações são corroboradas pelo trabalho realizado por TILLMANN *et al* (2019) e LV *et al* (2021) onde é mostrado que a região rica em solução sólida aumentou quando a temperatura foi elevada. Assim, a região rica em fases intermetálicas foi diluída com a dissolução do MB. Uma região brasada com maior quantidade de fases ricas em solução sólida melhora as propriedades mecânicas da junta.

Na Figura 108(a) é observada imagem, obtida por MO, da junta brasada a 1060 °C e na Figura 108(b) a imagem da estrutura na junta brasada a 1060 °C e depois envelhecida.

**Figura 108 – Imagens obtidas por MO de brasagem a 1060 °C, (a) junta brasada - BRA e (b) junta brasada e envelhecida-ENV.**



**Fonte: Autor.**

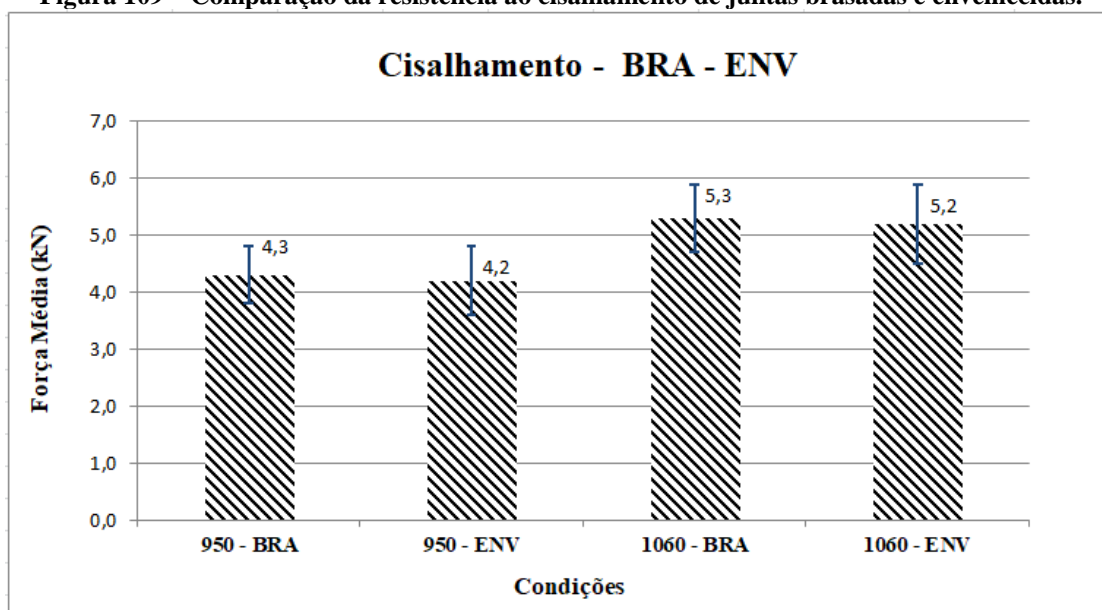
Como observado na imagem, o tratamento térmico de envelhecimento não alterou a porcentagem de fases que compõem a região brasada. O tratamento térmico de envelhecimento realizado em temperatura da ordem de 700 °C associado ao tempo de 18 horas não é suficiente para promover a refusão do MA e alterar a composição de fases na junta.

Com relação aos carbonetos na interface MB com a região brasada, não foi verificado diferença significativa entre as juntas brasadas e juntas envelhecidas. Os carbonetos apresentados nesta região estão presentes no MB e as diferentes temperaturas de brasagem e o envelhecimento não afetou seu tamanho e sua composição, conforme apresentado na Tabela 19.

### 5.6.2 Propriedades Mecânicas

Na Figura 109 é apresentado gráfico de comparação da resistência da junta ao cisalhamento nas diferentes condições estudadas.

Figura 109 – Comparação da resistência ao cisalhamento de juntas brasadas e envelhecidas.

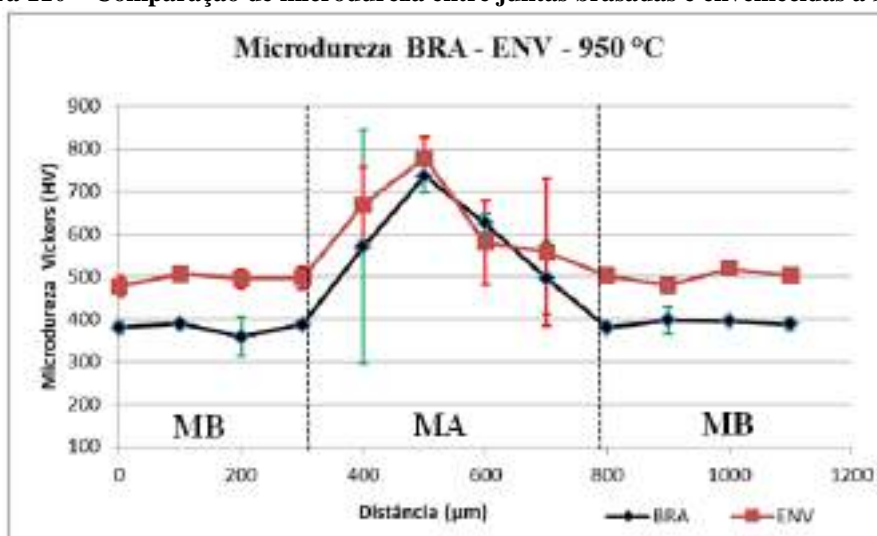


Fonte: Autor.

As juntas brasadas nas diferentes temperaturas e as envelhecidas não apresentaram diferença significativa quanto à resistência ao cisalhamento. O desvio padrão apresentado nas diferentes juntas estão com valores próximos. Isso indica que o tratamento térmico de envelhecimento aumenta a resistência do MB, mas não afeta a resistência ao cisalhamento da junta.

Na Figura 110 é apresentado o gráfico com a comparação das durezas de juntas brasadas e envelhecidas a 950 °C.

Figura 110 – Comparação de microdureza entre juntas brasadas e envelhecidas a 950°C.



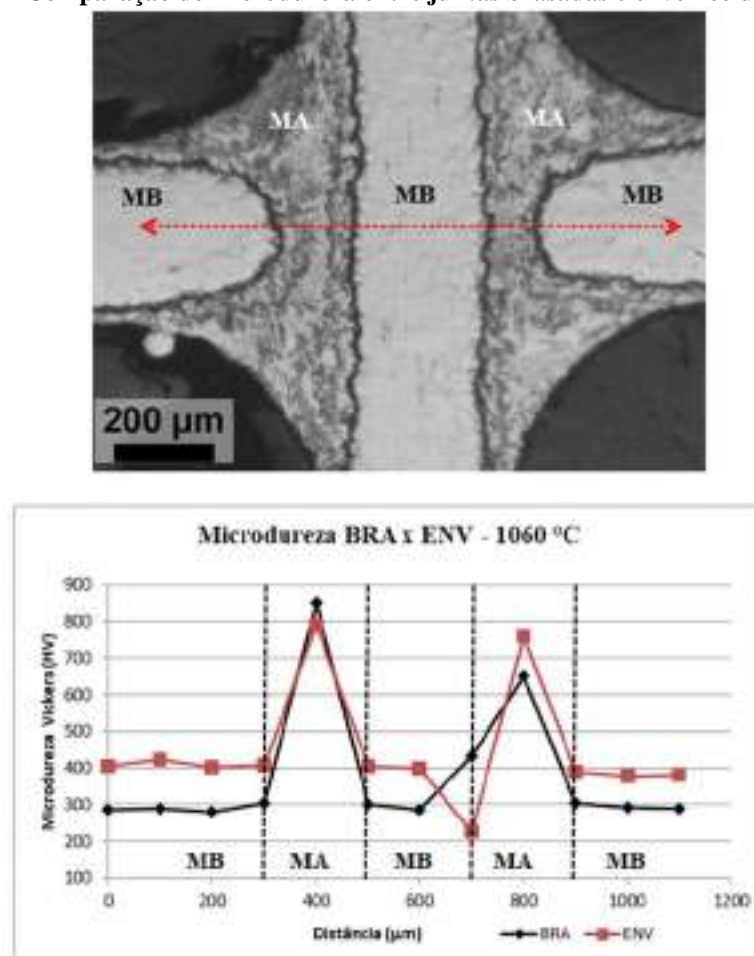
Fonte: Autor.



Como observado na Figura 110, o MB apresentou dureza cerca 100 HV maior após o tratamento térmico de envelhecimento situando-se na faixa de 500 HV. A região brasada apresentou uma variação similar tanto para as amostras brasadas, quanto as envelhecidas indicando que, as fases claras de alta dureza se mantiveram após o tratamento térmico de envelhecimento.

Na Figura 111 é apresentado o gráfico com a comparação das durezas de juntas brasadas e envelhecidas a 1060 °C.

**Figura 111 – Comparação de microdureza entre juntas brasadas e envelhecidas a 1060°C.**



**Fonte: Autor.**

Os resultados de dureza apresentados na Figura 111 são similares aos obtidos na Figura 110. O MB apresentou dureza cerca de 100 HV maior na condição da junta envelhecida, em relação à condição apenas brasada. As regiões da junta brasada apresentaram uma mesma tendência, tanto para as amostras brasadas, quanto as envelhecidas indicando que, as fases claras de alta dureza se mantiveram após o tratamento térmico de envelhecimento. Portanto, o envelhecimento aumenta a dureza do MB, mas não

altera as condições da região brasada. As mesmas propriedades existentes na região brasada se mantiveram após o envelhecimento.

As condições de ensaios testadas neste trabalho propiciaram obter resultados em relação à microestrutura e as propriedades mecânicas, que não estão disponíveis em literatura aberta para materiais com esta geometria. Foi possível verificar a influência da temperatura, tempo e condições de resfriamento, constatar uma distribuição irregular dos elementos de liga que influenciaram as propriedades da junta brasada, como também da junta submetida ao tratamento térmico de envelhecimento.

## 6 CONCLUSÃO

As principais conclusões obtidas neste trabalho estão mencionadas na sequência.

O MB como recebido e brasado era composto, predominantemente, de uma fase matriz recristalizada, contendo maclas de recozimento e apresentou uma solução sólida de Ni, Cr e Fe com carbonetos de Nb, Mo e Ti oriundos do processo de fabricação da liga. Na condição envelhecida apresentou as fases endurecedoras do tipo  $\gamma'$  e  $\gamma''$ .

O MA, em forma de pasta de brasagem, apresentou composição química de acordo com a norma AWS A5.8 especificada.

No tratamento térmico realizado nas tiras observou-se um processo de difusão de elementos químicos em direção à superfície da tira com revestimento de níquel.

O ensaio de molhabilidade em tiras revestidas com níquel apresentou melhores resultados, quando comparado com as tiras sem revestimento de níquel. A tira revestida com Ni apresentou molhabilidade cerca de 3 vezes maior que a tira sem revestimento de Ni.

A folga da junta foi adequada para obter a brasagem por capilaridade e sem descontinuidades ao longo do cordão brasado.

A quantidade de 100 mg de MA usada e as condições de brasagem, tais como, temperatura, tempo e pressão, respectivamente, 1060 °C, 10 minutos e  $10^{-3}$  mbar foram adequadas para obter juntas brasadas e sem descontinuidades.

O ensaio de cisalhamento não apresentou diferenças significativas nas diferentes condições de brasagem e de resfriamento. As amostras brasadas em temperaturas maiores (1060 °C) apresentaram melhores resultados, se comparadas com as brasadas em temperaturas menores (950 °C). O resultado do ensaio de cisalhamento das juntas envelhecidas foi de  $5,2 \pm 0,7$  KN, semelhante ao das tiras brasadas, indicando que o tratamento térmico de envelhecimento não melhora significativamente as condições metalúrgicas da região brasada.

O ensaio de microdureza indicou diferenças entre as regiões que apresentam as fases intermetálicas ricas em fósforo de elevada dureza na junta com valores de  $952 \pm 52$  HV (BRA - 950 °C),  $980 \pm 168$  HV (ENV - 950 °C),  $980 \pm 241$  HV (BRA - 1060 °C) e

995 ± 64 HV (ENV - 1060 °C), enquanto as regiões com solução sólida de níquel-cromo ( $SS_{NiCr}$ ) as durezas foram 300 ± 34 HV (BRA - 950 °C), 328 ± 33 HV (ENV - 950 °C), 280 ± 32 HV (BRA - 1060 °C) e 298 ± 15 HV (ENV - 1060 °C). Este comportamento foi observado tanto para as juntas brasada e envelhecida. Manteve-se um padrão de dureza nas fases intermetálicas e para solução sólida de níquel-cromo para ambas as condições estudadas. O MB das juntas teve aumento de dureza após o envelhecimento, sendo de 389 ± 19 HV nas juntas brasadas e 524 ± 20 HV nas juntas envelhecidas.

O tamanho de grão das juntas brasadas nas temperaturas de 950 °C e 1060 °C e das juntas envelhecidas variou de 6 a 7 ASTM. Apresentou pequena diferença em relação à tira antes da brasagem que foi de 7 ASTM. Nas juntas brasadas a 1060 °C e nas envelhecidas foi observado o aumento do TG fora da região da junta.

A análise por MEV/EDS indicou carbonetos com composições diferentes, em especial, titânio, nióbio e molibdênio. Foi possível também observar que a região do MA é formada por solução sólida de níquel-cromo e de fases intermetálicas (regiões ricas em fósforo) o que corrobora com os resultados de ensaios de dureza Vickers.

O tamanho médio de carbonetos encontrados na interface da região brasada com o MB foi inferior a 10 (dez) μm.

O tratamento térmico de envelhecimento aumentou 2,5 vezes o limite de escoamento do MB passando para 1025 MPa.

O tratamento térmico de envelhecimento não alterou a porcentagem de fases presentes, que continuaram nas mesmas proporções e com a mesma dureza das juntas submetidas apenas à brasagem.

A análise por WDS indicou a presença de nióbio, ferro, titânio e molibdênio na região da junta brasada. A técnica também corroborou os resultados obtidos por EDS nas diversas regiões da junta brasada e da junta envelhecida.

A análise por DRX no MA (pasta de brasagem) indicou que o MA brasado é composto de duas fases, sendo uma de fosfeto de níquel e cromo ( $(Ni, Cr)_3P$ ) e uma solução sólida de níquel e cromo ( $SS_{NiCr}$ ). O MA envelhecido apresentou as mesmas fases do MA brasado indicando que o tratamento térmico de envelhecimento não altera as fases formadas na região. Na Interface MA-MB (BRA) e na interface MA-MB (ENV) foram identificadas as mesmas fases encontradas para o MA-BRA, respectivamente  $SS_{NiCr}$  e  $(Ni, Cr)_3P$ . Foi também identificada uma nova fase como sendo ternária do tipo  $Cr_{1.2}Ni_{0.8}P$ .

O ensaio de fadiga realizado em juntas brasadas a 1060 °C e em juntas envelhecidas apresentaram uma tendência de aumento do número de ciclos com a

diminuição da amplitude de tensão. O número de ciclo apresentou uma dispersão alta em função da microestrutura heterogênea com fases intermetálicas de alta dureza.

As juntas brasadas na temperatura de 1060 °C, tempo de 10 minutos e massa de 100 mg apresentaram melhor desempenho mecânico, em razão de microestrutura mais homogênea. O aumento da temperatura proporcionou maior dissolução do MB, com a consequente diluição das fases intermetálicas na região brasada. Esta situação proporcionou aumento da resistência da junta ao cisalhamento, embora a dureza das fases intermetálicas se manteve alta.

## REFERÊNCIAS

1. AHN, B.; Recent Advances in Brazing Fillers for Joining of Dissimilar Materials. Metals. 2021.
2. AKSAN N. Target phenomena in nuclear thermal-hydraulics, Paul Scherrer Institut, Villingen, Switzerland, 2021.
3. ALGHUNAIM, A., KIRDPONPATTARA, S., ZHANG, N.; Techniques for determining contact angle and wettability of powders; The University of Akron, Akron, USA, 2015.
4. AMATO, I., BAUDROCCO, F., RAVIZZA, M.; Spreading and aggressive effects by nickel-base brazing filler metals on the alloy 718; Welding Journal, Research Suppl., p. 341 – 345, Italy, 1972.
5. AMIRI D., KAMYABI-GOL A., SAJJADI S. A. Standard heat treatment effects on TLP bonded IN-738LC superalloy using BNi-9 filler: An approach to make an ideal joint, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Volume 32, Issue 1, p. 192-205, 2022.
6. ANEZIRIS, C., G., HOMOLA, F.; High temperature wettability of refractories in contact with melts, Handbook, German Ceram. Soc., Technical Ceramic Materials, Kriegesmann, Cap. 5.4.2.1, p. 1-32, 2005.
7. ANKE K., PFAFF E., BROECKMANN C. Effect of Aging on Microstructure and Mechanical Strength of Reactive Air Brazed BSCF/AISI 314-Joints. Advanced Engineering Materials. 16, p. 1430-1436, 2014.
8. ANTONIO, D.A., HOWSON, D., D., T., ROTHAMAN, M., F.; Heat treating of superalloys. Materials Park: ASM International; ASM Handbook, Vol. 4, 1991.
9. ARAÚJO, V.H.L.; Efeito da soldagem por feixe de elétrons e tratamento térmico pós-soldagem em características mecânicas e microestruturais de tiras de *Inconel 718* aplicadas em componentes nucleares. 2009. 135f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2009.
10. ASM, 2003: Brazing Fundamentals; Chapter 2; ASM International.
11. ASM: Diffusion Brazing, Chapter 6: Principles of Brazing, 2005.
12. AWS A5.8: Specification for Filler Metals for Brazing and Braze Welding, 2019.
13. ASTM B637: Standard Specification for Precipitation-Hardening and Cold Worked Nickel Alloy Bars, Forgings, and Forging Stock for Moderate or High Temperature Services, 2018.
14. AZADIAN, S.; WEI, L.Y.; WARREN, R.; Delta Phase precipitation in *Inconel 718*. Materials Characterization, v. 53. p. 7-16, 2004.

15. BATTENBOUGH, A.J., OSMANDA, A.M., STAINES, A.M.; Surface preparation for high vacuum brazing; Pontardawe, UK, 2011.
16. BAUMGARTNER, J., TILLMANN, W., BOBZIN, K., OTE, M., WIESNER, S., SIEVERS, N.; Fatigue of brazed joints made of X5CrNi18-10 and Cu110 and derivation of reliable assessment approaches. *Weld World* 64, p. 707–719, 2020.
17. BELAN, J.; “High frequency fatigue test of IN 718 alloy – microstructure and fractography evaluation.” *Metalurgija* 54. p. 59-62, 2015.
18. BELAUD, V., VALETTE, S., STREMSDOERFER, G., BIGERELLE, M., BENAYOUN, S., Wettability versus roughness: Multi-scales approach; Ecole Centrale de Lyon; Lyon, France, 2014.
19. BIOLIN SCIENTIFIC; Influence of surface roughness on contact angle and wettability; Finland, 2015.
20. BITTENCOURT, M.S.Q.; Soldagem TIG de tubos de aço inox AISI 316 para varetas combustíveis; Dissertação de mestrado; Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, Brasil, 1985.
21. BRANDON D.; KAPLAN W. D. *Microstructural Characterization of Materials*. 2. ed. Wiltshire: John Wiley & Sons, Ltd, 2008.
22. BRAZING HANDBOOK, Fourth Edition; American Welding Society; Miami, Florida, USA, 1991.
23. BUSCHINELLI, A., J., A., NASCIMENTO, R., M., MARTINELLI, A., E.: Review article: recent advances in metal-ceramic brazing, *Cerâmica* 49. p. 178-198, 2003.
24. BYUN, T.S.; FARREL, K.; Tensile properties of *Inconel 718* after low temperature neutron irradiation. *Journal of Nuclear Materials*, V. 318, p. 292-299, 2003.
25. CAHN, R.W.; HAASEN, P.; *Physical Metallurgy*. 4 th ed. North-Holland, 1996.
26. CAHN, R., W.; Wetting properties of metal/metal systems, Chapter 5; Book: Pergamon Materials Series; 1999.
27. CALLISTER, W. D., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. John Wiley & Sons, Inc., 2002.
28. CALLISTER, W. D., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. Editora LTC, 7ª edição, 2008.
29. CANDIOTO, K., CALIARE, F., REIS, D., COUTO, A., NUNES, C. Characterization of the Superalloy Inconel 718 After Double Aging Heat Treatment. *Advanced Structured Materials*. 70. p. 293-300, 2015.
30. CAWLEY, D. J.; Introduction to Ceramic-metal Joining, Metal-Ceramic Joining, Eds.: P. Kumar, V. A. Greenhut - The Minerals, Metals & Materials Society . p. 3. 1991.

31. CENTENO, D. M. A. CARVALHO JR, C. BRANDI, S.D. Brazeability of UNS S 32101 and UNS S2304 lean duplex stainless steels. Proceedings of the 9th International Conference. Miami: ASM International, p. 814-822, 2013.
32. CHAN, C.M. Polymer Surface Modification and Characterization. Munich, Hanser/Gardner Publications INC, 285 p. 1994.
33. CHATURVEDI, M.C., HAN, Y.; "Strengthening Mechanisms in Inconel 718 Superalloy", Metal Science, v. 17, p.145-149, 1983.
34. CHIDAMBARAM, P., R., MEIER, A., EDWARDS, G. R.; The nature of interfacial phenomena at copper-titanium/alumina and copper-oxygen/alumina interfaces, Mater. Sci. Eng. A 206, 2, p. 249-258, 1996.
35. CHIDAMBARAM, P., R., EDWARDS, G. R., D. OLSON, L.; Metallurgical and Materials Transactions B. Vol 23, 215, 1992.
36. CHIDAMBARAM, P., R., EDWARDS, G., R., OLSON, D., L.; A thermodynamic criterion to predict wettability at metal alumina interfaces, Metal. Trans. B 23B. p. 215-222, 1992.
37. CHRISTENSEN, J. F.S. and ROERBO, K.: Nickel brazing below 1025 C of untreated Inconel 718. Use of a getter makes nickel brazing of Inconel 718 and X-750 below 1025 C (1875 F) as easy as nickel brazing of stainless steels in vacuum. 1974.
38. CHUANG, T.H., YEH, M.S.; Effects of Applied Pressure on the Brazing of Superplastic *Inconel 718* Superalloy; Department of Mechanical Engineering, Chung-Hua Polytechnic, Taiwan, Republic of China, 1996.
39. CENEN, Site disponível em: <<http://www.cnen.gov.br/ensino/energ-nuc.asp>>. Acesso em 07/01/2020.
40. CTMSP, arquivo interno, Centro Tecnológico da Marinha, São Paulo, 2021.
41. CUNHA, A. P., MOGAJI, T. S., SOUZA, R. R., and CARDOSO, E. M. (June 12, 2020). "A Method for Measuring Contact Angle and the Influence of Surface-Fluid Parameters on the Boiling Heat Transfer Performance." ASME. J. Heat Transfer. September, 2020.
42. DA SILVA, M. S., SOUZA, D., LIMA, E.H., BIANCHI, K. E.: Analysis of fatigue-related aspects of FCAW and GMAW butt-welded joints in a structural steel. Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering, v. 42, n. 1, p. 67, 2019.
43. DAVOINE, C., PORTEMONT, G., HOREZAN, N., LANGRAND, B., MARCADON, V. Cellular materials made of stacked tubes: influence of the manufacturing process on the dynamic behavior of the constitutive material. part I: microstructure. ODAS, KOLN, Germany, 2014.
44. DEVANATHAN, R., WEBER, W. J. Simulation of collision cascades and thermal spikes in ceramic. Nucl. Instrum. and Methods Phys. Res. B 268: p. 2857-2862, 2010.



45. DEZELLUS, O., EUSTATHOPOULOS, N.; Fundamental issues of reactive wetting by liquid metals. *Journal of Materials Science*, Springer Verlag, 45 (16), p. 4256-4264, 2010.
46. DIETER, G.E., *Mechanical Metallurgy*, SI Metric Edition, MacGraw-Hill Book Company, London, p.184-240, 1988.
47. DONACHIE, M. J.; DONACHIE, S. J., *Superalloys: A Technical Guide*, ASM International, Second Edition, USA, 2002.
48. DORN, Lutz. *Grundlagen der Löttechnik. In: Hartlöten - Grundlagen und Anwendungen*. Sindelfingen: Expert Verlag, p. 15-40, 1985.
49. DRACH, G.: Application of vacuum brazing as a metal joining technique, *Vacuum*, Volume 24. p. 95-99, 1974.
50. DUNCAN, R., N.: The metallurgical structure of electroless nickel deposits: effect on coating properties. *Plat Surf Finish* 83: p. 65–69, 1996.
51. EGRY, I., RICCI, E., NOVAKOVIC, R., OZAWA, S.; *Surface tension of liquid metals and alloys – Recent Developments*; German Aerospace Center, Germany, 2010.
52. ELETRONUCLEAR, Site disponível em:  
<<http://www.eletronuclear.gov.br/Not%C3%ADcias/NoticiaDetalhes.aspx?NoticiaID=321>>. Consulta realizada na internet em 07/01/2019.
53. FERREIRA, L.M.V. *Revestimentos Hidrofóbicos*. Dissertação de Mestrado, FCT/Universidade Nova de Lisboa. Lisboa, Portugal, 2013.
54. FROST, Brian R.T.; *Nuclear Fuel Elements*. Pergamon Press, 1982.
55. GARCIA H., RITA, A., ARTURO M., ALABARRAN G. A., EVERARDO, G. G., ACEVEDO J., CASTRO – ROMAN M., VAZQUEZ F.J.; Aging Thermal Treatment in the Inconel 725 Brazed Incorporating Tungsten Nanoparticles. *Journal of Nanomaterials*, p. 42, 2016.
56. GATTU V. K., HAN S., CHEN X., PARK H. S., EBERT W. L., INDACOCHEA J. E. Impact of added Inconel and stainless steel on zirconium-based alloys for nuclear waste applications, *Corrosion Engineering, Science and Technology*, 57:4, p. 311-321, 2022.
57. GHAFEROKHI A.I., KASIRI-ASGARANI M., AMINI, K., REZA E.K., RAFIEI M. Evolution of microstructure and mechanical properties on dissimilar transient liquid phase (TLP) bonding of GTD-111 and IN-718 by BNi-9 (AWS A5.8/A5.8M) interlayer. *Weld World* 65, p. 329–343, 2021.
58. GOODHEW, P.J. and HUMPHREYS, F.J. Quantitative analysis of bulk specimens, in *Electron Microscopy and Analysis*., Taylor & Francis: London. p. 190, 1997.
59. GORDON E. Additional types of nuclear reactors, Furman University, 2021.
60. GUERIN, Y., WAS, G. S., ZINKLE, S. J. Materials Challenges for Advanced Nuclear Energy Systems. *MRS Bulletin* 34 [1]: p. 10-14, 2009.

61. HADIAN, A. M: Joining of silicon nitride-to-silicon nitride and to molybdenum for high-temperature applications; Ph.D. Thesis, McGill University, Montreal, Canada, 1993.
62. HEDIN, E.: Influence of Gap Clearance on Brazing Joint Strength for Ni and Fe Based Filler Metals; Hoganas, Sweden, 2018.
63. HOFER M., HECKER F., BUCK M. and STARFLINGER, J.; Start-up, operation and thermal-hydraulic analysis of a self-propelling supercritical CO<sub>2</sub> heat removal system coupled to a pressurized water reactor EPJ Nuclear Sci. Technol. 8, 34, 2022.
64. HOU Z., WANG W., NIU D., YE Z., YANG J., CHEN S., HUANG J. Molybdenum-fiber strengthened brazing of carbon/carbon composite and nickel-based superalloy, Materials & Design, Volume 222, 2022.
65. HUANG, C.-D.; HWANG, J.-R.; HUANG, J.-Y. Optimization of Vacuum Brazing Process Parameters in Ti-6Al-4V Alloy. Metals 12, 974, 2022.
66. HUMPSTON, G., JACOBSON D. M.: Principles of Soldering and Brazing, Materials Park, Ohio: ASM international, 1993.
67. JAHANZEB, N.; Erosion during Brazing in Stainless Steel grade 304; Master Thesis, Hoganas, Sweden, August, 2012.
68. JALILIAN F, JAHAZI M, DREW RAL: Microstructure evolution during transient liquid phase bonding of alloy 617. Metallogr. Microstruct. Anal 2: p. 170–182, 2013.
69. JAMALOEI, A. D., KHORRAM, A., JAFARI, A.: Characterization of microstructure and mechanical properties of dissimilar TLP bonding between IN718/IN600 with BNi-2 interlayer J Manuf. Process, 29, p. 447-457, 2017.
70. JANG J., VAN D., LEE S.H.; Precipitation kinetics of secondary phases induced by heat accumulation in the deposit of Inconel 718, Additive Manufacturing, Volume 55, n. pag. 2022.
71. JIANHONG. H.; TANG. X.Y.; FUKUYAMA. S.; Boundary in  $\gamma''$  Precipitates in Inconel 718 Nickel-Base Superalloy, Acta Metall. Mater. Vol. 43 n-12, p. 4403-4409, 1995.
72. JIN, Y. G., BAEK, S. J., KIM, D. S., YOO, B. O., AHN, S. B., CHUN, Y. B., KIM, J.I., KIM, Y. H., LEE, J.J.; A Study on Structural Strength of Irradiated Spacer Grid for PWR Fuel, Transactions of the Korean Nuclear Society Autumn Meeting, Pyeongchang, Korea, October 30-31, 2014.
73. KAO, C.-S.; TSAY, L.-W.; WANG, S.-B.; SHIUE, R.-K. Vacuum Brazing Ti-15-3 with a TiNiNb Braze Alloy. Metals 9, p. 1085, 2019.
74. KAY, B.: Centerline eutectics in Ni-brazing; 2018. Consulta realizada na internet em 15/07/21 no link a seguir: Centerline Eutectics in Ni-brazing (kaybrazing.com).
75. KAY, D.; DIFUSION BONDING/BRAZING, 2019. Artigo sobre difusão na brasagem. Consulta realizada na internet em 03/05/2022 pelo link a seguir: Diffusion Bonding/Brazing | Industrial Heating.

76. KUNZ J., SCHIFFER R., SONG, K. N.; Fuel Assembly Mechanical Design Manual, Siemens/KWU Work-Report U6 312/ 87/e326, 1987.
77. KOGI, S., KAJIURA, T., HANADA, Y., MIYAZAWA, Y.; Wetting and spreading behavior of molten brazing filler metallic alloys on metallic substrate, Volume 61, International Symposium on Interfacial Joining and Surface Technology, Japan, 2014.
78. KUO, C., M.; YANG, Y., T.; BOR, H., Y.; WEI, C.,N; TAI, C., C.; Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy; Materials Science and Engineering; p. 289 -294, Taiwan, 2009.
79. LAMARSH, J.R.; BARATTA, A.J.; Introduction to Nuclear Engineering; 3ª Edição, New Jersey, 1982.
80. LANKIEWICZ, K., BARANOWSKI, T., BABUL, T., KOWALSKI, S.; The study of the impact of surface preparation methods of Inconel 625 and 718 nickel-base alloys on wettability by BNi-2 and BNi-3 brazing filler metals; Institute of precision mechanics, Duchnicka, Warsaw, Poland; 2015.
81. LEE, S.; KIM, H.; PARK, S.; CHOI, Y.S. Fatigue Variability of Alloy 625 Thin-Tube Brazed Specimens. *Metals*, 11, 1162, 2021.
82. LEINENBACH, C., SCHINDLER, H.-J.; Mechanics of fatigue crack growth in a bonding interface. *Eng. Fract. Mech.*, 89, p. 52-64, 2012.
83. LI, G., , P., SHI, H., YU, Z.: Microstructure and properties of Cr18-Ni8 steel joints brazed with BNi7+3%Cu composite solder, *Vacuum*, Volume 148, p. 303-311, 2018.
84. LI Y., CHEN C., YI R., OUYANG Y. Review: Special brazing and soldering. *Journal of Manufacturing Processes*. 60. p. 608-635, 2021.
85. LIMA, E., H.: Avaliação do desempenho em fadiga de juntas de topo soldadas por processos PAW e GMAW no aço 22MnB5 + NbMo. 99 p. Dissertação de mestrado - Universidade Federal do Rio Grande – FURG. Rio Grande – RS, 2020.
86. LIU, S.; SHOHJI, I.; KOBAYASHI, T.; OSANAI, K.; ANDO, T.; HIROHASHI, J.; WAKE, T.; INOUE, K.; YAMAMOTO, H. Microstructure and Properties of SUS304 Stainless Steel Joints Brazed with Electrodeposited Ni-Cr-P Alloy Coatings. *Materials*, 14, 4216, 2021.
87. LIU, C. ZHAO, F., LIU, D., YANG, B., LI, J., ZHANG, X., YE, B., LV, H. Research on non-uniform control rod for PWR, *Progress in Nuclear Energy*, Volume 133, 2021.
88. LOMNYTSKA Y.F., ZAKHARETS L.I., and KONDRATYUK G.D., Reaction of niobium and phosphorus with vanadium or chromium, *Inorg. Mater.*, Vol. 24, p 505-509, 1988.
89. LUGSCHEIDER, E., SCHITTNY, TH., HALMOY, E.; Metallurgical aspects of additive-aided wide-clearance brazing with nickel based filler metals; Aachen University of Technology, Germany, 1989.

90. LUGSCHEIDER, E., PARTZ, K.D., High temperature brazing of stainless steel with nickel-based filler metals BNi-2, BNi-5, BNi-7. *Welding Journal*, p. 160 s-164s, 1983.
91. LUZ, A. P., RIBEIRO, S.; Wetting behavior of silicon nitride ceramics by Ti-Cu alloys, *Ceram. Int.* 2006.
92. LV, Y., HAN, K. & WANG, T. Effect of brazing temperature on the interfacial microstructure and mechanical properties of GH3039 joint brazed with electroless Ni-P filler metal. *Weld World* 65, p. 2221–2229, 2021.
93. MANKINS, W. L. Nickel and Nickel alloys. *ASM HANDBOOK Properties and selection: Nonferrous and special purpose materials*, v. 2, p. 1362-1404, 1990.
94. MARTORANO, K. M: Molhamento e espalhamento de estanho e da liga 60%Sn-40%Pb sobre chapas de cobre e ligas cobre-estanho, D. Eng. Thesis, EPUSP, 2001.
95. MEDEIROS, J., P.; Tensão Superficial: Sua natureza e efeitos; Escola Superior de Biotecnologia; Universidade Católica Portuguesa, Lisboa, Portugal, 1999.
96. MEYERS, M. A. Princípios de Metalurgia Mecânica, Ed. Edgard Blucher, 1982.
97. MISHCHENKO, A.; SCOTTI, A. Tensões Residuais em Soldagem a Arco: Uma Visão Holística. *Soldagem & Inspeção*, v. 23, n. 1, p. 93–112, 2018.
98. MIYAZAWA, Y., ARIGA, T.: A Study of the Brazeability of Nickel-Based Brazing Filler Metal Foil for Joining Nickel Base Metal to Mild Steel Base Metal, *Welding Research Supplement*, p. 294-300, 1993.
99. NAALCHAIAN M., KASIRI-ASGARANI M., SHAMANIAN M., BAKHTIARI R., BAKHSHESHI-RAD HR., BERTO F., D. O. Phase Formation during Heating of Amorphous Nickel-Based BNi-3 for Joining of Dissimilar Cobalt-Based Superalloys. *Materials* 14(16):4600, 2021.
100. NAIDICH, Y. V., GRIGORENKO, N. F. and PEREVERTAILO, V. M. J. *Cryst. Growth*, 53, 261, 1981.
101. NYLÉN, M. 2002, *Materials Science Forum*, p. 396-402, 1985.
102. NUREG-0800 - Chapter 4, Section 4.3, Revision 3, Nuclear Design, March, 2007. Consulta realizada na internet em 20/09/2022. Disponível no link: <https://www.nrc.gov/docs/ML0707/ML070740003.pdf>.
103. OKUMURA, T. & TANIGUCHI, C. *Engenharia de Soldagem e Aplicações*, Ed. LTC, 1982.
104. OKIMOTO; Brasagem; Departamento de Engenharia Mecânica; Universidade Federal do Paraná, 2003; Disponível em: [http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/TM254/Prof\\_Okimoto/Aula3.pdf](http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/TM254/Prof_Okimoto/Aula3.pdf) consulta realizada em 22/02/2020.
105. OLANDER, Donald R.; *Fundamental Aspects of Nuclear Reactor Fuel Elements*. Technical Information Center; Department of Nuclear Engineering, Virginia, USA, 1976.

106. OLIVEIRA, E., M.; Comportamento microestrutural da liga Inconel 718 em aplicações por soldagem TIG; Dissertação de mestrado em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ; Rio de Janeiro, 2011.
107. ORYSHCHYN, S.V., and KUZ'MA Y.B., Cr(W)-Ni-P ternary systems, *Inorg. Mater.*, Vol. 20, p. 360-365, 1984.
108. OTTO, J., L., PENYAZ, M., ANKE, S., K., KNYAZEVA, M., IVANNIKOV, A., KALIN, B., WALTHER, F.; Effect of phase formation due to holding time of vacuum brazed AISI 304L/NiCrSiB joints on corrosion fatigue properties, *Journal of Materials Research and Technology*, Volume 9, Pages 10550-10558, Issue 5, 2020.
109. OXFORD Instruments. Wavelength Dispersive X-ray Microanalysis. England: Oxford, 12 p. 2002.
110. PADILHA, A. F. e GUEDES, L. C. Aços inoxidáveis austeníticos: microestrutura e propriedades. São Paulo: Hemus, 1994.
111. PADILHA, A.F.; AMBROZIO FILHO, F. Técnicas de análise microestrutural. São Paulo: Hemus, 190 p. 1985.
112. PASK, J. A., TOMSIA, A. P: Surfaces and Interfaces in Ceramic and Ceramic-Metal Systems, *Mater. Sci. Res.* 14. 411, 1986.
113. PRAJAK J. and KANNACHAI K. Effects of brazing parameters on the microstructure and tensile shear force of copper sheets using amorphous filler metal. *MATEC Web of Conferences*. 2018.
114. PEASLEE, R. L.: *Brazing footprints: Case Studies in High-temperature Brazing*, Wall Colmonoy Corporation, 2003.
115. PERROTTA, J. A.; *Curso de Introdução à Engenharia do Núcleo de Reatores*; São Paulo, 1999.
116. PERROTTA, J. A.; *Proposta de um núcleo de reator PWR avançado com características adequadas para o conceito de segurança passiva*; Tese de Doutorado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 1999.
117. QUÉRÉ, D.; *Wetting and Roughness*; Laboratoire de Physique et Mécanique des Milieux Hétérogènes, Paris, France, 2008.
118. RAN Q., TAN Y. Improving Mechanical Properties of GH4169 Alloys by Reversing the Deformation and Aging Sequence. *Advanced Engineering Materials*, 23, 2021.
119. REED-HILL, ROBERT E. *Princípios de Metalurgia Física*. 2. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 776 p, 1982.
120. REED, R.C.; *The Superalloys Fundamentals and Applications*, Cambridge University Press, Cambridge, UK, 2006.

121. REZENDE, R. P., DAS NEVES, M. D. M. Microstructural Characterization of Joints of Inconel 718 Brazed on Vacuum Furnace. MATERIALS SCIENCE FORUM (ONLINE), v. 1012, p. 354-359, 2020.
122. SERRUYS, Y., RUAULT, M. O., TROCELLIER, P., HENRY, S., KAITASOV, O., TROUSLARD, Ph. Multiple ion beam irradiation and implantation: JANNUS project. Nucl. Instrum. and Methods Phys. Res. B 240: p. 124-127, 2005.
123. SAKAMOTO, A., FUJIWARA, C., HATTORI, T., SAKAI, S. Optimizing processing variables in high-temperature brazing with nickel-based filler metal. Welding Journal, 68: p. 63-71, 1989.
124. SAKAMOTO, A. Study of furnace atmosphere for vacuum-inert gas partial-pressure brazing: the introduction of high-purity argon into a vacuum effectively suppresses the partial of CO and retards the surface reactions on stainless steels. 1991.
125. SCHWARTZ, M. Brazing-For the engineering technologist (Manufacturing Processes and Materials). 1995.
126. SHI, H., YU, Z., CHO, JR: A study on the microstructure and properties of brazing joint for Cr18-Ni8 steel using a BNi7+9%Cu mixed filler metal. Vacuum 151: p. 226-232, 2018.
127. SILVEIRA R., GUIMARÃES A., MELO C., RIBEIRO R., ARAUJO L., ALMEIDA L., DILLE J. Efeito da adição de ítrio na precipitação da fase delta na superliga de níquel 718. p. 1059-1067, 2019.
128. SLAUGHTER, G.,M., CANONICO, D.,A.; Welding and Brazing filler metals; Metals and Ceramics Division, Oak National Laboratory, Oak Ridge , Tennessee, USA, 1969.
129. SMITH, G. D., PATEL, S. J., “The Role of Niobium in Wrought Superalloys”, In: International Symposium Niobium, Orlando, Florida, 2001.
130. SOBCZAK, N., SINGH, M., ASTHANA, R.; High-temperature wettability measurements in metal/ceramic systems - some methodological issues, Current Opinion Solid State Mater. Sci. 9, 241-253, 2006.
131. SONG, K., SOO-SUNG K., SANG H. L. and SOOBUM L. “Laser Welding Unit for Intersection Line Welding of Spacer Grid Inner Straps and its Application.” Journal of Laser Micro Nano engineering 4: 11-17, 2009.
132. SONG, K., SOOBUM L., SHIM M. K., JAE-JUN LEE and GYUNG-JIN P. New Spacer Grid to Enhance Mechanical/Structural Performance. Journal of Nuclear Science and Technology, 47: p. 295 – 303, 2010.
133. SPECIAL METALS. Consulta realizada na internet em 17/05/21 no link a seguir: <https://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/alloys/inconel/inconel-alloy-718.pdf>, 2007.
134. SUN, Y., WANG, Z. The effect of melting point depressant elements B, Si, and P in Ni-based brazing filler metals on the formation of brazed joints. Weld World, 2023.

135. RYABCHENKOV, A.V. and VELEMITSINA, V.I., ‘Uprochenie i Zashchita ot Korozii Detalei Metodod Khimicheskovo Nikeleriovanya’, (‘Hardening \nd Corrosion Protection of Details By Electroless Nickel Plating’) (Mashinostroenie, Moskow) p. 50, 1965.
136. SCHMETTERER C., VIZDAL J., and IPSEER H., A new investigation of the system Ni-P, *Intermetallics*, Vol. 17, p 826-834, 2009.
137. SONG, N., SHI, H., ZHANG, P.: Microstructure and Properties of Vacuum-Brazed Joints of 3D-Structured Ni718 High-Temperature Alloy Prepared by Selective Laser Melting. *J. of Materi Eng and Perform* 31, p. 7921–7934, 2022.
138. SOLOMON, H. D. A statistical analysis of brazed joint fatigue behavior. *Welding journal*, v. 180, n. 6, p. 148-156, 2001.
139. SUNDARAM, C.V.; MANNAN S.L.; Nuclear fuels and development of nuclear fuel elements; Indira Gandhi Centre for Atomic Research, Kalpakkam, India; 1989.
140. TAN, J., WAN, M., HAN, W., ZHAO, R., KANG, H., QU, P., LIANG, S.: Investigation of microstructure evolution and strength mechanism of the Cu coated BNi-7 core-shell structure filler metal, *Intermetallics*, Volume 141, China, 2022.
141. TANINOUCHE, Yk., OKABE, T.H. Solubilities of Nickel, Iron, and Chromium in Liquid Magnesium in the Presence of Austenitic Stainless Steel. *Metall Mater Trans B* 52, 611–624, 2021.
142. THESKA F., STANOJEVIC A., OBERWINKLER B., RINGER S.P., PRIMIG S. On conventional versus direct ageing of Alloy 718. *Acta Materialia*, Volume 156, Pages 116-124, 2018.
143. TILLMANN, W., HENNING, T. & BORETIUS, M.: Effect of the dwell time on the microstructure and tensile strength of vacuum-brazed tool steels using BNi-2 filler metal. *Weld World* 63, p. 1477–1488, 2019.
144. TUNG, S. K., LIM, L., LAI, M. O.: Solidification phenomena in nickel base brazes containing boron and silicon. *Scripta Materialia*, 34: p. 763-769, 1996.
145. U.S. NUCLEAR REGULATORY COMMISSION (U.S. NRC). Fuel system design. In: Standard review plan for the review of safety analysis reports for nuclear power plants: LWR edition. [United States]: U.S. NRC, NUREG-0800, 2007. Sec. 4.2. Disponível em: <<https://www.nrc.gov/docs/ML0707/ML070740002.pdf>>. Consulta realizada na internet em 12/11/2022.
146. VALLE, Lena de Castro Menezes. Efeitos da solubilização e do envelhecimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas da superliga Inconel 718. 2010. 107f. Dissertação (Mestrado) Programa de Pós-graduação em Engenharia 43 Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro, 2010.
147. VENKATRAMAN M., and NEUMANN J.P., Cr-P (Chromium-Phosphorus), *Binary Alloy Phase Diagrams*, II Ed., Ed. T.B. Massalski, Vol. 2, p. 1307-1309, 1990.

148. VIANCO P., HOSKING F.M., STEPHENS J.J., WALKER C.A. NEILSEN M., GLASS S.J., MONROE S.L. Aging of braze joints: Interface reactions in base metal/filler metal couples, Part II - High-temperature Au-Ni-Ti braze alloy. *Welding Journal* (Miami, Fla). 81. p. 256S - 264S, 2002.
149. Wallcolmonoy, Estados Unidos, 2010; disponível em: <http://www.sxxljs.com/uploads/soft/141218/1-14121Q50935.pdf>, consulta em 26/02/2020.
150. WAKIMOTO, T., KATOH, K., UEDA, Y., IGUCHI, M.; Measurement of dynamic surface tension for liquid metal by capillary jet method; Department of mechanical and physical and physical engineering; Osaka City University; Osaka, Japan, 2016.
151. WANG X., WANG D., JIANG Y., LI S. Simplified Modelling Method for Spacer Grid of NHR200-II Fuel Assembly[J]. *Nuclear Power Engineering*, 42(4): 105-111, 2021.
152. WEINSTEIN, M., LEE, L., JOHNSON, L., BATTENBOUGH, A., OSMADA, A.M.; Properties of selected nickel and iron based brazing filler metals; Technical paper; Wallcolmonoy, USA, 2015.
153. WELDING HANDBOOK, 8th ed., 3 vols. American Welding Society, 1987.
154. WENZL, H., FATTAH, A. and UELHAFF, W. J. *Cryst. Growth*, 36, 319. 1976.
155. WOLF, F.G., SANTOS, L.O.E., PHILIPPI, P.C.; Formação e dinâmica da interface líquido-vapor simulada pelo método Lattice-Boltzmann; Laboratório de Meios Porosos e Propriedades Termofísicas, Departamento de Engenharia Mecânica, UFSC, Florianópolis, Brasil, 2006.
156. WU, X., CHANDEL, R.S. & Li, H. Evaluation of transient liquid phase bonding between nickel-based superalloys. *Journal of Materials Science* 36, p. 1539–1546, 2001.
157. WU, M., CHANG, L., ZHANG, L., HE, X., QU, X.: Effects of roughness on the wettability of high temperature wetting system; University of Science and Technology Beijing, Beijing, China, 2016.
158. WU, J.; XUE, S.; LUO, Q.: Development of a Novel Low-Silver Cu-P Brazing Filler Metal Bearing Sn. *Crystals*, 12, 66, 2022.
159. YANG F., DONG L., HU X., ZHOU X., ZONGHAN X., FENG F. Effect of solution treatment temperature upon the microstructure and mechanical properties of hot rolled Inconel 625 alloy. *Journal of Materials Science*. 55. 1-14, 2020.
160. YEH, M.S., CHUANG, T.H.: Effects of Applied Pressure on The Brazing of Superplastic Inconel 718 Superalloy. *Metallurgical and Material Transactions A*. p. 1367-1376. 1997.
161. YEH MS, CHUANG TH: Transient liquid phase metallic bonding of an Inconel 718SPF superalloy. *Weld J* 76(12): p. 517s–521s, 1997.
162. YUAN, Y., LEE, T.R.; Contact angle and Wetting Properties; Department of Chemistry, University of Houston; Houston, USA, 2013.



163. YUAN, X., KANG, C. Y., KIM, M. B., Microstructure and XRD analysis of brazing joint for duplex stainless steel using a Ni-Si-B filler metal. *Materials Characterization*. 60: p. 923-931, 2009.
164. ZERBST, U., MADIA, M., SCHORK, B., HENSEL, P., NGOULA, D., BECHMANN, C. *Fatigue and Fracture of Weldments*. [s.l.] Springer International Publishing, 2019.
165. ZHANG, X.P., SHI, Y.W. A dissolution model of base metal in liquid brazing filler metal during high temperature brazing, *Scripta Materialia* 50, 1003–1006, 2004.
166. ZHANG S., ZENG L., ZHAO D., SI T., XU Y., WU Y., GUO Z., FU Z., WANG W., SUN W. Comparison study of microstructure and mechanical properties of standard and direct-aging heat treated superalloy Inconel 706, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 839, 2022.
167. ZORC, B; KOSEC, L.; Comparison of brazed joints made with BNi-1 and BNi-7 nickel-base brazing alloys. *Rev. Metal Madrid*, , p. 100-107, 2000.
168. WANG, W., ZHENG, X., XU, W., ZHAO, P., MA, Z., BI, Q. and ZHU, X.: *ACS Omega*, 7 (26), 22714-22724, 2022.
169. WAY, M., WILLINGHAM, J., GOODALL, R.: *Brazing filler metals* Department of Materials Science and Engineering, The University of Sheffield, Sheffield, UK, *International Materials Reviews* , May, 2019.
170. ZAGÁNY, M., BAUMLI, P, KAPTAY: The influence of the phosphorous content and heat treatment on the nano-micro-structure, thickness and micro-hardness of electroless Ni-P coatings on steel. *Appl Surf Sci* 423: p. 160–169. 2017.
171. ZERBST, U., MADIA, M., SCHORK, B., HENSEL, P., NGOULA, D., BECHMANN, C. *Fatigue and Fracture of Weldments*. [s.l.] Springer International Publishing, 2019.

## SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

- 1) Correlacionar os carregamentos atuantes na Grade Espaçadora durante a operação do reator com as propriedades mecânicas estudadas neste trabalho;
- 2) Aprimorar o ensaio de cisalhamento e fadiga em juntas normatizadas a fim de obter resultados para comparação com os encontrados neste trabalho.

---

---

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**  
**Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino**  
**Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000**  
**Fone/Fax(0XX11) 3133-8908**  
**SÃO PAULO – São Paulo – Brasil**  
**<http://www.ipen.br>**

**O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações.**

---

---

---