UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

LEANDRO BORDALO SCHMIDT MARQUES

Soldagem a laser de chapa de nióbio: caracterização mecânica e microestrutural

Lorena 2022

# LEANDRO BORDALO SCHMIDT MARQUES

# Soldagem a laser de chapa de nióbio: caracterização mecânica e microestrutural

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

Orientador: Prof. Dr. Carlos Ângelo Nunes

Coorientadora: Prof.<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria Ismênia Sodero Toledo Faria

Versão Original

Lorena

2022

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

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

Marques, Leandro Bordalo Schmidt Soldagem a laser de chapa de nióbio: caracterização mecânica e microestrutural / Leandro Bordalo Schmidt Marques; orientador Carlos Ângelo Nunes - Versão Original. - Lorena, 2022. 112 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais na Área de Materiais Convencionais e Avançados) - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. 2022

1. Soldagem de chapa de nióbio. 2. Soldagem do nióbio. 3. Soldagem a laser. 4. Nióbio puro. 5. Parâmetros de soldagem. I. Título. II. Nunes, Carlos Ângelo, orient.

Dedico este trabalho à minha família e a todas as pessoas que me apoiaram, tornando possível a sua conclusão.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por esta oportunidade e à minha querida esposa e filhos por todo apoio que me deram. Foram horas de estudo que sacrificaram o tempo em família para levar ao fim e ao cabo este desafio.

Agradeço a minha mãe, Sr<sup>a</sup> Luiza Maria Bordalo Schmidt Marques, que nos momentos críticos socorreu-nos nos cuidados com as crianças.

Agradeço aos amigos e familiares que rezaram por mim.

Agradeço aos professores doutores Carlos Ângelo e Maria Ismênia Sodero Toledo Faria pela orientação, suporte e paciência comigo nesta jornada.

Agradeço a todos os professores doutores das bancas de qualificação e defesa da presente dissertação.

Agradeço aos colegas de laboratório, alunos de iniciação científica e a todas as pessoas que me ajudaram neste trabalho, incluindo os técnicos e colegas de mestrado.

Agradeço ao Instituto de Estudos Avançados (IEAv) do departamento de Ciência e Tecnologia Aeronáutica (CTA) e à IPG Photonics por disponibilizarem os equipamentos para a execução das soldagens.

Agradeço, finalmente, ao demais professores e a este renomado Programa de Pós-graduação de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena - USP, pelo acolhimento, ensinamentos, assim como pela estrutura que me foi disponibilizada para a conclusão desta dissertação.

#### RESUMO

MARQUES, L. B. S. **Soldagem a laser de chapa de nióbio: caracterização mecânica e microestrutural.** 2022. 112 p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2022.

O nióbio compõe o grupo dos metais refratários e possui como principal característica uma boa resistência mecânica e à corrosão, associado a um relativo baixo peso específico, se comparado ao tântalo, por exemplo. O nióbio puro na forma de chapas finas é usado em aplicações industriais específicas como para a fabricação de cavidades supercondutoras e na indústria nuclear. Chapas de nióbio puro também podem ser usadas na fabricação ou reparos de revestimento interno de equipamentos para indústria química. Porém, há desafios para a soldagem do nióbio especialmente com relação à absorção de contaminantes presentes no ambiente (oxigênio, nitrogênio, hidrogênio e carbono). Estes elementos promovem o endurecimento e a fragilização do material, razão pela gual deve se utilizar gás de proteção ou soldar a vácuo. Cita-se que os processos comumente utilizados são GTAW (Gas tungsten arc welding), também conhecido como TIG (tungsten inert gas) e EBW (electron beam welding), ou seja, soldagem por feixe de elétrons, que se dá a vácuo. A soldagem a Laser do nióbio é uma alternativa a outros processos de soldagem e uniões de peças. O Laser apresenta alta concentração de energia, maior velocidade de soldagem, baixo aporte térmico, maior precisão e controle, sendo possível sua automatização, sem retrabalho pós soldagem e com ganho de produtividade. Neste trabalho foi realizada caracterização mecânica e microestrutural de chapas de nióbio puro com 2,3 mm de espessura, soldadas a Laser, definindo-se os parâmetros de soldagem mais adequados à chapa, adotando-se o método de soldagem a Laser em cheio (bead-on plate). Foram controladas a potência, a velocidade de soldagem e a vazão do gás de proteção, para o qual se usou o argônio de alta pureza. Na sequência, foram realizadas análises dos defeitos encontrados e da seção transversal dos corpos de prova, medições de microdureza Vickers, ensaios de tração e dobramento para a caracterização da melhor condição de soldagem. A solda com melhor resultado, foi a realizada com 1800 W, velocidade de soldagem de 10 mm/s e vazão de argônio de 10 L/min. Verificou-se, porém, importante redução da resistência à tração, limite de escoamento, alongamento e ductilidade nos cordões de solda. Testes de tração revelaram comportamento distintos, dúctil e frágil, dependendo da condição analisada. A melhor condição manteve o comportamento dúctil e resistência à tração e limite de escoamento superiores ao requerido para a chapa laminada (metal base).

Palavras-chave: Soldagem de chapa de nióbio. Soldagem do nióbio. Soldagem a laser. Nióbio puro. Parâmetros de soldagem.

# ABSTRACT

MARQUES, L. B. S. Laser welding of the niobium sheet: mechanical e microstrutural characterization. 2022. 112 p. Dissertation (Master of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2022.

Niobium makes up the group of refractory metals and its main characteristic is good mechanical and corrosion resistance, associated with a relatively low specific weight when compared to tantalum, for example. Pure niobium in the form of thin sheets is used in specific industrial applications such as the manufacture of superconducting cavities and in the nuclear industry. Pure niobium sheets can also be used to manufacture or repair the inner wall of chemical industry equipment. However, there are challenges for welding niobium especially with regard to the absorption of contaminants present in the environment (oxygen, nitrogen, hydrogen and carbon). These elements promote the hardening and weakening of the material. That is why shielding gas or vacuum welding must be used. It is mentioned that the commonly used processes are GTAW (Gas tungsten arc welding), also known as TIG (tungsten inert gas) and EBW (electron beam welding). Laser welding of niobium is an alternative to other welding processes. The Laser has a high concentration of energy, higher welding speed, low heat input, greater precision and control, making it possible to automate it, without post-welding rework and with productivity gains. In this work, mechanical and microstructural characterization of 2.3 mm thick sheets of pure niobium, laser welded, was carried out, defining the most suitable welding parameters for the sheet, adopting the bead-on plate laser welding. The power, welding speed and flow rate of the shielding gas, for which high-purity argon was used, were controlled. Subsequently, the defects found, dimensional of the weld beads, penetration were evaluated through the cross-section of the specimens. Measurements of Vickers hardness, tensile and bending tests were carried out to characterize the best welding condition. The weld with the greater result was performed with 1800 W, welding speed of 10 mm/s and argon flow rate of 10 L/min. There was, however, an important decrease in tensile strength, yield strength, elongation and ductility in the weld beads. Tensile tests revealed different behavior, ductile and brittle, depending on the condition analyzed. The best condition kept the ductile behavior and tensile strength higher than required for the sheet (base metal).

Keywords: Welding of the niobium sheets. Welding of niobium. Laser welding. Pure niobium. Welding parameters.

# LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – ( a) Estrutura da junta soldada; (b) Distribuição da microdureza da junta
soldada de nióbio produzido por EBW21
Figura 2 – Desenho esquemático da soldagem a Laser por condução25
Figura 3 – Desenho esquemático da soldagem da soldagem a Laser por Keyhole. (a)
arranjo geral; (b) vista lateral
Figura 4 – (a) desenho esquemático da forma da cavidade; (b) seção típica da poça de
Tusao durante a soldagem a Laser por Keynole
Figura 5 – Chapa de niobio puro tabricada na Escola de Engenharia de Lorena com
dimensoes de 15 mm x 68mm x 2,3 mm, utilizada para as primeiras soldas
Figura 6 – Etapas da fase experimental, indicando o roteiro para as atividades em
Tabol alono
rigura 7 – Representação esquematica do conjunto de materiais e equipamentos para a
Figura 8 – Desenho esquemático de: (a) disposição e identificação dos cordões de solda
em chana de nióbio puro: (b) Retirada dos corpos de prova (embutimento) para
realização de microscopia ótica e microdurezas
Figura 9 – Desenho esquemático de: (a) disposição e identificação dos cordões de solda
em chapa de nióbio puro; (b) Retirada dos corpos de prova (embutimento) para
realização de microscopia ótica
Figura 10 – Sequências do processo de soldagem no IEAv-CTA. (a) fixação da chapa de
nióbio na mesa CNC; (b) soldagem a laser na chapa de Nb; (c) Peça final acabada 38
Figura 11 – Sequências do processo de soldagem com equipamento YLS-6000, da
marca IPG Photonics. (a) fixação da chapa de nióbio na mesa CNC; (b) soldagem a laser
na chapa de Nb; (c) Peça final acabada
Figura 12 – Corte das chapas para constituição dos corpos de prova a serem embutidos.
Figura 13 – Desenho esquemático de um cordão de solda em uma chapa de nióbio, com
a regiao de interesse em destaque, para retirada de amostra (analise se da sobre a
Seção transversal AA)
Figura 14 – Registo fotografico de seção transversal da chapa de ND puro, apos
Figure 15 Medições para razão do aspecto - socio transversal do chapa do Nh puro
após embutimento e polimento (amostra tínica)
Figura 16 - Desenho esquemático representando as medições de microdureza Vickers
na seção transversal dos cordões de solda para: (a) soldas de penetração total e (b)
soldas de penetração parcial
Figura 17 – Máguina de corte por eletroerosão, Robocut, modelo Fanuc 0iD,
Figura 18 – Imagens do equipamento e realização do ensaio de tração
Figura 19 – Amostra típica para ensaio de tração: (a) Amostra Subsize: (b) Subsize. com
entalhe
Figura 20 – Amostra típica para ensaio de dobramento de face e de raiz
Figura 21 – Arranjo do equipamento para dobramento de face e de raiz
Figura 22 – Solda 1 - P1800V50Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção
transversal
Figura 23 – Solda 2- P2000V50Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção
transversal51
Figura 24 – P2000V40Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal52

Figura 25 –	Solda 4- P2000V30Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção	~
transversal.	Solda E. DOOD()/2000. (a) vista superior (b) vista inferior (c) assão	3
Figura 20 -	Solda 5- P2000V20Q8: (a) vista superior. (b) vista interior; (c) seção	л
Liauro 27	Solda 6. P2000\/20010: (a) vista superior. (b) vista inferior: (a) socão	4
transversal	Solida 0- F2000 V20Q 10. (a) visia superior. (b) visia interior, (c) seção	5
Figura 28 -	Solda 7 - P2000\/2006: (a) vista superior (b) vista inferior: (c) seção	J
transversal.		6
Figura 29 –	Solda 8 - P2000V20Q4: (a) vista superior. (b) vista inferior: (c) seção	Ū
transversal.		7
Figura 30 –	Solda 9 - P2000V20Q0: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção	
transversal.		8
Figura 31 –	Solda 10 – P1900V20Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção	
transversal.		9
Figura 32 -	Solda 11 – P1800V20Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção	
transversal.		0
Figura 33 –	Solda 12 – P1700V20Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção	
transversal.		1
Figura 34 –	Solda 13 – P1600V20Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção	
transversal.		2
Figura 35 –	Microdurezas Vickers (HV): Média e desvio padrão das medições por solda e	;
dureza méc	la da chapa de nióbio puro (metal base) $6^{4}$	4
Figura 36 –	Dureza media, vazao de gas, aporte termico e penetração parcial ou total por	r
Solda	Calda 4 D4000//COO9 Microdymana nadizada any linkas karizantais as	5
Figura 37 –	Solda 1 – P1800V50Q8 – Microdurezas realizadas em linnas norizontais ao	6
Eigura 38	$_{y}$ ao transversal. grafico de lifinas e escala de coles	0
longo da se	cão transversal: gráfico de linhas e escala de cores	7
Figura 30 -	Solda 3 – P2000\/4008 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao	'
longo da se	cão transversal: gráfico de linhas e escala de cores	8
Figura 40 –	Solda 4 – P2000V30Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao	Ū
longo da se	ção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.	9
Figura 41 –	Solda 5 – P2000V20Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao	
longo da se	ção transversal: gráfico de linhas e escala de cores	0
Figura 42 –	Solda 6 - P2000V20Q10 - Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao	
longo da se	ção transversal: gráfico de linhas e escala de cores	1
Figura 43 –	Solda 7 – P2000V20Q6 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao	
longo da se	ção transversal: gráfico de linhas e escala de cores72	2
Figura 44 –	Solda 8 – P2000V20Q4 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao	
longo da se	ção transversal: gráfico de linhas e escala de cores	3
Figura 45 –	Solda 9 – P2000V20Q0 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao	
longo da se	ção transversal: gráfico de linhas e escala de cores	4
Figura 46 –	Solda 10 – P1900V20Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao	
longo da se	ção transversal: gráfico de linhas e escala de cores	5
⊢igura 47 –	Solda 11 – P1800V20Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao	~
iongo da se	çao transversal: gratico de linhas e escala de cores.	6
rigura 48 –	Solda $12 - P1/00V20Q8 - Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao$	-
iongo da se	çao transversal: grafico de linhas é escala de corés	1

Figura 49 – Solda 13 – P1600V20Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao
longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores78
Figura 50 – Aporte térmico por solda realizada com o equipamento YLS-6000:81
Figura 51 – Solda 1 - P1800V20Q10: seção transversal82
Figura 52 – Solda 2 - P1800V15Q10: seção transversal83
Figura 53 – Solda 3 - P1800V10Q10: seção transversal
Figura 54 – Solda 4 – P2000V20Q10: seção transversal85
Figura 55 – Solda 5 – P2000V20Q8: seção transversal86
Figura 56 – Solda 6 – P2000V20Q6: seção transversal87
Figura 57 – Solda 7 – P2500V20Q10: seção transversal
Figura 58 – Solda 8 – P2500V20Q8: seção transversal
Figura 59 – Solda 9 – P2500V20Q6: seção transversal90
Figura 60 – Solda 10 – P2400V20Q10: seção transversal91
Figura 61 – Solda 11 – P2300V20Q10: seção transversal92
Figura 62 – Solda 12 – P2200V20Q10: seção transversal93
Figura 63 – Solda 13 – P2100V20Q10: seção transversal94
Figura 64 – Solda 14 – P2000V20Q10: seção transversal95
Figura 65 – Solda 15 – P1900V20Q10: seção transversal96
Figura 66 – Solda 16 – P1800V20Q10: seção transversal
Figura 67 – Solda 17 – P3000V20Q10: seção transversal
Figura 68 – Chapas soldadas nas condições finais para a realização dos ensaios
mecânicos
Figura 69 – Seção transversal da solda P1800V10Q10, realizada com equipamento YLS
6000, para retirada das amostras para ensaios de tração e dobramento
Figura 70 – Seção transversal da solda P2100V20Q10, realizada com equipamento YLS
6000, para retirada das amostras para ensaios de tração e dobramento
Figura /1 – Ensaio de tração em corpos de prova do metal base versus solda
P2100V20Q10
Figura 72 – Ensaio de tração em corpos de prova (subsize) do metal base versus solda
F2100V20Q10
entalhe
Figura 74 – Ensaio de tração em corpos de prova da solda P2100V20Q10. com e sem
entalhe
Figura 75 – Ensaios de dobramento de face e raiz da solda P1800V10Q10106
Figura 76 – Ensaios de dobramento de face e raiz da solda P2100V20Q10107

# LISTA DE TABELAS

# SUMÁRIO

1	INT	<b>TRODUÇÃO</b> 15			
2	OB	<b>3JETIVO</b> 16			
	2.1	Objetivos específicos	16		
3	RE	/ISÃO BIBLIOGRÁFICA	17		
	3.1	Geral	17		
	3.1.	1 Aplicação de nióbio puro em supercondutores	20		
	3.1.	2 Método de inspeção do nióbio puro em supercondutores	22		
	3.2	A soldagem a Laser	22		
	3.2.	1 Método de soldagem a Laser por condução	24		
	3.2.	2 Método de soldagem a Laser por Keyhole	25		
	3.2.	3 Vantagens e desvantagens do processo de soldagem a Laser	27		
	3.3	Preparação da superfície: o polimento do Nióbio puro	29		
4	MA	TERIAIS E MÉTODOS	30		
	4.1	Material em estudo – nióbio	30		
	4.2	Planejamento das atividades experimentais	31		
	4.2.1	Soldagem da primeira chapa de nióbio – Fase 01			
	4.2.	2 Soldagem da segunda chapa de nióbio – Fase 02	36		
	4.3	Execução da soldagem			
	4.4	Caracterização Macroscópica	39		
	4.5	Preparação metalográfica e caracterização microestrutural			
	4.6	Caracterização microestrutural com microscópico ótico.	41		
	4.7	Medições dimensionais dos cordões de solda	41		
	4.8	Medições de microdureza Vickers	42		
	4.9	Ensaios Mecânicos	43		
5	RE	SULTADOS E DISCUSSÃO	48		
	5.1	Amostras soldadas com equipamento YLR-2000 – Fase 01	48		
	5.2	Amostras soldadas com equipamento YLS-6000 – Fase 02	79		
	5.3	Soldagem dos corpos de prova finais e ensaios mecânicos (Fase 3)	99		
6	CO	NCLUSÕES	108		
R	EFER	ÈNCIAS	110		

# 1 INTRODUÇÃO

O presente trabalho de mestrado em Engenharia de Materiais tem como objetivo realizar a caracterização mecânica e microestrutural de juntas soldadas a Laser de chapas de nióbio, definindo-se os parâmetros de soldagem mais adequados a chapas finas, utilizando a soldagem a Laser em cheio (*bead-on-plate*), na qual uma soldagem autógena é realizada. O trabalho inclui a preparação de amostras (corte, lixamento, polimento), coleta de imagens em microscópio, ensaios de tração e microdureza, para determinação dos melhores parâmetros de soldagem (potência, velocidade de soldagem e vazão do gás de proteção).

A relevância do presente trabalho se dá tanto pelo material em estudo quanto pelo processo de soldagem. O Nióbio é um material que possui várias aplicações importantes, sob a forma de liga, para diversas indústrias como a aeroespacial, química e nuclear, e na forma pura, para a produção de supercondutores.

A soldagem a Laser do nióbio puro pode vir a ser uma alternativa a outros processos de soldagem e uniões de peças. O Laser apresenta alta concentração de energia, maior velocidade de soldagem, baixo aporte térmico, maior precisão e controle, sendo possível sua automatização, sem retrabalho pós soldagem e com ganho de produtividade. As características desse processo sugerem aplicação adequada a chapas finas, cujo aumento do aporte térmico pode gerar deformações na peça acabada.

## 2 OBJETIVO

O trabalho tem como objetivo realizar avaliação mecânica e microestrutural da soldagem a Laser em cheio (*bead on plate*) de chapa fina do nióbio puro (R04210), de modo a contribuir com a definição dos parâmetros de soldagem mais adequados a este processo. Inclui avaliar a penetração e largura dos cordões de solda, tamanhos de grão, caracterizando a zona fundida e termicamente afetada, dureza e resistência a tração, assim como a ocorrência defeitos, para cada condição de soldagem realizada, variando-se a potência, a velocidade de soldagem e vazão do gás de proteção.

# 2.1 Objetivos específicos

- Avaliar a influência da potência do Laser, da velocidade de avanço e da vazão de gás de proteção na microestrutura de chapa de nióbio soldada a Laser;
- Avaliar a influência da potência do Laser, da velocidade de avanço e da vazão de gás de proteção sobre o perfil de microdureza das sessões transversais de cordões de solda em chapa de nióbio soldada a Laser.
- Avaliar a influência da potência do Laser, da velocidade de avanço e da vazão de gás de proteção sobre a resistência à tração de cordões de solda em chapa de nióbio soldada a Laser.

# **3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

## 3.1 Geral

O Brasil possui 98% das reservas lavráveis de nióbio e é o maior produtor de nióbio do mundo, atendendo a 93% da demanda mundial. O consumo do Nióbio tem apresentado crescimento no país, atingindo um aumento de 40,2 % em 2015 de acordo com os dados do Sumário Mineral 2016 (ANM, 2016).

Segundo Fernandes (ANM,2016), as aplicações se dão em aços microligados, na construção civil, na indústria mecânica, aeroespacial, naval, automobilística, tubulações de óleo e gás, plataformas de petróleo, dentre outras. Em diversas aplicações o nióbio pode ser substituído pelo vanádio, tântalo, tungstênio e molibdênio.

O nióbio compõe o grupo dos metais refratários com o tântalo, o tungstênio, o molibdênio e o rênio. Possui características mais próximas as do tântalo, apesar de sua menor densidade e ponto de fusão, apresentando excelente resistência à corrosão. Materiais refratários tipicamente se fundem acima de 2000°C e apresentam boa resistência mecânica quando submetidos a temperaturas de operação elevadas (AWS, 2015). Porém, há desafios, especialmente com relação à absorção de contaminantes presentes no ambiente (oxigênio, nitrogênio, hidrogênio e carbono), o que resulta em maiores cuidados para a sua soldagem. Estes elementos promovem o endurecimento e a fragilização do material, razão pela qual deve se utilizar gás de proteção ou soldar a vácuo. Cita-se que os processos comumente utilizados são GTAW (*Gas tungsten arc welding*), também conhecido como TIG (*tungsten inert gas*) e EBW (*electron beam welding*), ou seja, soldagem por feixe de elétrons, que se dá a vácuo. Não obstante, outros processos menos comuns são possíveis, como soldagem por ponto, sendo necessária preocupação com relação a contaminação pelo cobre (AWS, 2015).

A avaliação do processo de soldagem a Laser proposta no presente trabalho visa encontrar uma alternativa por meio da análise dos parâmetros mais adequados à soldagem do nióbio puro sob a forma de chapa laminada e com baixa espessura. O processo de soldagem a Laser tem como vantagens alta velocidade de soldagem, baixo aporte térmico, energia concentrada, menor zona termicamente afetada e pode ser realizado com o uso do gás de proteção (sem a necessidade de vácuo). Sendo assim, o trabalho propõe a avaliação desses parâmetros de forma a viabilizar o seu emprego.

Para a soldagem a Laser do nióbio deve-se considerar o uso do gás de proteção e a sua pureza ou realizá-la a vácuo. A interação do oxigênio, nitrogênio e hidrogênio presentes no meio ambiente com o metal fundido durante a soldagem leva a um aumento da dureza e queda da tenacidade e ductilidade (BADGUJAR, 2017). Além disso, as superfícies a serem soldadas devem ser limpas previamente para estarem isentas de contaminantes.

O nióbio, comparativamente, possui custo de aquisição menor que o tântalo, e propriedades muitas vezes próximas e compatíveis em determinadas aplicações. Isto sugere que o nióbio possa vir a substituí-lo em aplicações industriais, por exemplo, ainda que parcialmente, para maior custo-benefício, na fabricação ou reparos de equipamentos para a indústria química.

Uma das grandes vantagens do nióbio é o seu relativo baixo peso específico. Se associado a maior resistência mecânica e à corrosão e a resistência à fluência, o nióbio pode ter aplicações interessantes na indústria. Isto, porém, normalmente, é alcançado com a aplicação do nióbio na forma de liga, onde tais propriedades conjugadas contribuem em boa medida para maior eficiência energética de máquinas térmicas e segurança operacional de componentes estruturais.

Lingotes comerciais de nióbio puro são produzidos a vácuo por forno de feixe de elétrons ou por forno a arco, ou combinação desses métodos, conforme a norma ASTM B391 (2018). Assim, o nióbio pode ser encontrado comercialmente na forma puro ou de ligas, em cabos (ASTM B 392-18, 2018), tiras e chapas (ASTM B 393-18, 2018), ou de tubos com e sem costura (ASTM B 394-18, 2018).

Golberg (1972) expõe que o nióbio e suas ligas foram estudados e aprimorados ao segmento nuclear como materiais estruturais e barreira contra corrosão (*cladding*). Muitas ligas foram desenvolvidas para trabalharem por longo tempo em condições de serviço submetidas a temperaturas elevadas. Um problema remanescente ao nióbio, porém, é a sua susceptibilidade a interagir com gases ativos e alguns refrigerantes de alta pureza (soluções com a presença de metais alcalinos, neste caso: K, Li e Na, entre 1150 e 1230°C), como os usados em sistemas de troca térmica em ciclos Rankine (para conversão de calor em trabalho), o que resulta em efeito deletério sobre as suas propriedades mesmo quando em baixas pressões. Conclui-se que práticas de projeto devem ser adotadas para prevenir perda de propriedades desejadas ao nióbio. Por isto, ligas de tântalo e tungstênio, que promovem maior ganho de resistência mecânica e à corrosão, são utilizadas. Já o nióbio puro não pode ser usado acima de 300°C em contato com o ar atmosférico por longos períodos sem deterioração de suas propriedades. Nestes casos, faz-se necessário protegê-lo contra oxidação com o uso de revestimentos.

Ainda segundo Goldberg (1972), para obter maior resistência a corrosão o teor de oxigênio presente deve ser controlado durante a fabricação. A presença do oxigênio reduz a resistência a corrosão em soluções alcalinas. Entretanto, pequenas quantidades de Zr ou Hf adicionadas ao nióbio são capazes de formar óxidos estáveis que eliminam esses ataques no contorno de grão ou na matriz das ligas de nióbio. Assim, Wilcox (1968), resume que se deve: (i) limitar o teor de oxigênio na fabricação dos lingotes (abaixo de 300 ppm); (ii) limitar ou remover contaminantes; (iii) Conduzir tratamentos térmicos sob vácuo abaixo de 10<sup>-5</sup> torr; (iv) soldar em um ambiente inerte (ou com vácuo) com teor de contaminantes atmosféricos abaixo de 20ppm.

No que se refere aos elementos de liga, cita-se que a adição do Zircônio (usualmente entre 0,5 e 2%) promove um aumento eficaz da resistência mecânica. Ele é também um elemento que reduz a natureza reativa do Nióbio, principalmente com o oxigênio e o carbono, e essencial quando a liga estiver em contato com uma solução alcalina (VAN ECHO, 1963). A Liga Nb-1Zr, por exemplo, foi testada em loop com solução alcalina a 1093°C por 5000h (SEMMEL, 1968) e apresentou maior resistência mecânica e à corrosão, razão pela qual é considerada para tubulações, vasos de pressão e reação, corpo de válvulas e forjados. Se maiores resistências ou temperaturas estão envolvidas, outras ligas de nióbio ou de tântalo devem ser consideradas. Badjugar *et al.* (2017) também destacam que o zircônio e o carbono são elementos adicionados ao nióbio e resultam, respectivamente, em endurecimento por solução de ligas de nióbio em temperaturas elevadas.

#### 3.1.1 Aplicação de nióbio puro em supercondutores

O nióbio puro é utilizado como supercondutor. Nesta aplicação a pureza e acabamentos superficiais, assim como também a eliminação de defeitos, são primordiais para que o material apresente performance adequada. Em dada aplicação usualmente realiza-se a soldagem por feixe de elétrons. Cita-se que a tecnologia mais comum de fabricação de *"SRF Cavities"* (Cavidades Supercondutoras de Radio Frequência) se dá por meio da estampagem e posterior soldagem de chapas finas de nióbio de alta pureza, de 1 a 3 mm de espessura (WEINGARTEN, 1996).

Segundo Weingarten (1996), em experimentos realizados no CERN (Conseil Européen pour la Recherche Nucléaire) com nióbio de grau comercial (de 1980), pontos quentes promoveram perda avançada de rádio frequência. Esses pontos foram localizados pelo mapeamento de temperatura e foram removidos e inspecionados em microscópio eletrônico. Para campos elétricos abaixo de 8MV/m, pontos quentes foram claramente associados a "defeitos" de superfície, quais sejam: cordões de solda, pontos de solda, resíduos químicos e inclusões.

Cita-se que as inclusões condutoras (não supercondutoras), óxidos, hidretos (os quais podem gerar pontos quentes no material durante a sua operação), assim como fluxos magnéticos aprisionados, contribuem para aumentar a resistência residual de supercondutores (GONNELA, 2016). Assim, mais uma vez faz-se importante controlar a contaminação e o acabamento superficial da peça nesta aplicação.

Demyanov e Kaniukov (2015) analisaram as propriedades supercondutoras, microdureza e aporte térmico para o nióbio ultra puro em juntas soldadas por feixe de elétrons (em chapas de 2,8mm de espessura). Eles reforçam que a baixa qualidade do cordão de solda pode motivar aquecimento local e a perda do estado de supercondutividade. Analisaram a chapa (i) conforme recebida (teores de impurezas metálicas e voláteis [N,O,C] menores que, respectivamente, 100 ppm e 20 ppm), (ii) com tratamento térmico e (iii) após a soldagem. Nesta última condição, constatou-se o aumento do tamanho do grão original que se situava entre 30 e 50 µm, atingindo na ZAC (zona afetada pelo calor) valores entre 100 e 200 µm e no metal fundido de até 1000 µm. No entanto, os valores de microdureza Vickers encontrados (conforme ISO 6507-1) não revelaram variações significativas, permanecendo praticamente os mesmos dentro e fora da região soldada (Figura 1).



Figura 1 – ( a) Estrutura da junta soldada; (b) Distribuição da microdureza da junta soldada de nióbio produzido por EBW.

Fonte: Demyanov e Kaniukov (2015).

O aumento do tamanho de grão, porém, levou a uma redução da resistência elétrica em temperaturas entre 40 e 300K, devido à redução do espalhamento de elétrons nos contornos de grão (maior tamanho de grão, menor número de contornos, e assim, menor número de "defeitos" e menor espalhamento). Em temperaturas menores que 40K, por razões que fogem ao escopo do presente trabalho, em região de transição à supercondutividade, as variações positivas de resistência não foram significativas.

#### 3.1.2 Método de inspeção do nióbio puro em supercondutores

O ensaio não destrutivo de correntes parasitas (*Eddy Current Scanning - ECS*) é adequado à detecção de defeitos subsuperficiais em metais condutores. Consiste na indução de correntes parasitas na peça a ser testada, através de bobinas indutora e receptoras para induzir e medir a variação da corrente, mapeando os defeitos que promovem estas variações. Esta técnica foi desenvolvida e é utilizada para a inspeção de chapas de nióbio de alta pureza de cavidades supercondutoras de rádio frequência (Superconducting Radio Frequency Cavities – SRF Cavities), apresentando melhor sensibilidade a detecção de defeitos e inclusões quando comparado a outros ensaios (SINGER, 1998). A varredura dos defeitos se dá a uma profundidade de até 0,5 mm, por exemplo, utilizando-se uma frequência em torno de 100kHz. Cita-se que Boffo (2007) também utilizou com sucesso um escâner de correntes parasitas em chapa para a mesma aplicação (SRF Cavities), tendo correlacionado a maioria dos defeitos com os sinais encontrados, o que validou o ensaio para aplicá-lo no controle de qualidade no processo de fabricação.

Singer (1998) conclui, após comparar o ensaio por correntes parasitas a outros ensaios não destrutivos (dentre eles ultrassom, radiografia e microdureza) em mais de 700 amostras, que este método foi o mais adequado para chapas finas de nióbio de alta pureza, confirmando sua aplicação no controle de qualidade das mesmas, sendo o método mais rápido, sensível a diferentes tipos de defeitos e o de melhor resolução.

## 3.2 A soldagem a Laser

A natureza do Laser (light amplification by stimulated emission) consiste em uma luz monocromática, coerente (com fótons em mesma fase), com radiação direcional, que apresenta baixa divergência e alto brilho.

O método de soldagem a Laser consiste na fusão localizada de um material, por um feixe de luz concentrado de alta potência que incide sobre a peça. Não requer um meio condutor elétrico (como para a soldagem a arco) e pode ser utilizado em diversos materiais (metálicos, polímeros e cerâmicos). A soldagem pode se dar com ou sem gás de proteção, de forma contínua ou pulsada atendendo a diversas aplicações, posições de soldagem e configurações de junta.

Os equipamentos tradicionalmente utilizados na indústria, para altas (acima de 20kW) e baixas potências de soldagem (abaixo de 5 kW), são aqueles que adotam, respectivamente, o CO<sub>2</sub> e o Nd:YAG como meios ativos de para se produzir o feixe Laser. Uma vez excitado e amplificado, este feixe é direcionado por jogos de espelho e/ou por fibra ótica (no caso do Nd:YAG), sendo focado por lentes e convergindo sobre a peça, atingindo sua máxima densidade de potência no ponto focal. Cita-se que para a realização de soldagem de chapas finas usualmente situa-se o ponto focal na superfície da peça (ION, 2005). Em chapas grossas, porém, pode-se adotar o ponto focal ligeiramente abaixo, com o objetivo de se aumentar a penetração na peça, aumentar a razão de coerência (relação entre profundidade e largura do cordão) ou obter maior eficiência.

Devido a sua intensidade, o feixe Laser pode mesmo levar à vaporização do material, formando sobre a poça de fusão vapores metálicos e/ou plasma que influenciam a absorção da energia do feixe pela peça. Esse plasma pode absorver, irradiar ou espalhar parte da energia do Laser incidente. Poderá diminuir ou aumentar a eficiência da soldagem a depender do local onde for formado. Se formado acima da peça, por exemplo, a energia irradiada ou espalhada irá atenuar o feixe Laser e reduzir a penetração da solda. Por outro lado, dentro da peça (dentro do *Keyhole*), este efeito contribui para aumentar a penetração e a eficiência do processo de soldagem. Cita-se que a formação do plasma é intensificada quando são maiores a potência e o comprimento de onda do feixe Laser, razão pela qual o CO<sub>2</sub> (com comprimento de onda [ $\lambda$ ] de 10,6 µm) comparativamente ao Nd:YAG ( $\lambda$ =1,06 µm) apresenta maior tendência à formação do plasma. Pelo seu menor comprimento de onda, o Laser de Nd:YAG é melhor absorvido por materiais metálicos e menos absorvido por vapores e/ou plasma (KANNATEY-ASIBU, 2009).

Abaixo, os parâmetros que influenciam no processo de soldagem a Laser:

1. Potência do feixe e velocidade de soldagem;

- Característica do feixe (modo ou perfil, estabilidade, polarização e se pulsado ou contínuo);
- 3. Gás de proteção;
- 4. Distância do ponto focal em relação à superfície da peça;
- 5. Configuração a junta.

A Soldagem a Laser pode se dar com ou sem o gás de proteção. O uso do gás de proteção se dá em geral para evitar o contato da poça de fusão com os elementos presentes no ar atmosférico. A supressão do plasma e a proteção conjunto de lentes focais também podem ocorrer com o uso do gás. O argônio e o hélio são os gases mais usuais. O nitrogênio também pode ser utilizado tomando-se cuidado para evitar fragilização em alguns casos, devido à formação de nitretos (KANNATEY-ASIBU, 2009).

Os parâmetros de soldagem são determinados de acordo com a propriedades do material. Altas potencias de soldagem são requeridas para materiais com alta condutividade térmica, alto ponto de fusão e baixa absortividade. Cita-se que para a seleção do processo de soldagem vários fatores devem ser levados em consideração: a espessura da chapa, as posições de soldagem, o custo total para sua produção, compatibilidade entre processo e material, produtividade, possibilidade de ser automatizado, as propriedades da solda, o conhecimento e habilidades necessários e o impacto ao meio ambiente (ION, 2005).

A soldagem a Laser de materiais metálicos divide-se em dois métodos principais, quais sejam: os métodos de soldagem por condução e o por *Keyhole*, os quais são abordados a seguir.

## 3.2.1 Método de soldagem a Laser por condução

A soldagem por condução ocorre a níveis de densidades de potência menores, quer dizer, abaixo de 10<sup>6</sup>W/cm<sup>2</sup>, sendo mínima a vaporização do metal. O Laser atinge a superfície da peça e o calor por condução aquece a região ao redor, promovendo a fusão do metal. A penetração é controlada pela condução

térmica a partir do ponto de contato do Laser com a superfície da peça (KANNATEY-ASIBU, 2009).

As soldas por condução apresentam menor relação de penetração/largura, conhecida também como razão de aspecto, resultado de uma poça e ZAC mais largas (Figura 2).



Figura 2 – Desenho esquemático da soldagem a Laser por condução.

A soldagem por condução é estável, apresenta baixo aporte e menor custo. Atende a um gama de juntas de chapas, tiras, fios etc, sendo ideal para pequenos componentes. O cordão apresenta em geral bom acabamento. Sua baixa energia resulta em pequena distorção. O curto ciclo térmico não favorece a segregação de elementos fragilizantes (como enxofre e fósforo, nos aços) e em contrapartida, tende a apresentar uma fina microestrutura (ION, 2005).

#### 3.2.2 Método de soldagem a Laser por Keyhole

A soldagem por keyhole (Figura 3) ocorre a níveis de densidades de potência maiores, acima de 10<sup>6</sup>W/cm<sup>2</sup>. Parte do material é vaporizado e forma-se uma cavidade estreita e profunda, o *Keyhole*, o qual fica circundado pelo material fundido e é preenchido por vapor metálico e/ou plasma (Figura 4). As pressões estática e dinâmica do material fundido, assim como da tensão superficial na interface metal fundido com a cavidade tendem a colapsá-la. A estabilidade do

Fonte: Kannatey-Asibu, 2009.

Laser é atingida quando essas forças estão em equilíbrio com a pressão de vapor exercida no interior do Keyhole.



Figura 3 – Desenho esquemático da soldagem da soldagem a Laser por Keyhole. (a) arranjo geral; (b) vista lateral.

Fonte: Kannatey-Asibu, 2009.

O objetivo da soldagem a Laser por keyhole é realizar a união de materiais o mais rápido possível, atendendo aos critérios especificados. Este processo forma cordões de solda estreitos com alta razão de aspecto (relação entre profundidade e largura). Em soldas de penetração total, a ZAC é estreita e paralela ao cordão (ION, 2005).



Figura 4 – (a) desenho esquemático da forma da cavidade; (b) seção típica da poça de fusão durante a soldagem a Laser por keyhole.

Fonte: Kannatey-Asibu, 2009.

## 3.2.3 Vantagens e desvantagens do processo de soldagem a Laser

Destacam-se como vantagens do processo a Laser (WAINER, 1992; BRANDI, 2004; MARQUES, 2007; KANNATEY-ASIBU, 2009; MODENESI, 2012):

- Cordões de solda com elevada relação profundidade largura (3:1 a 10:1);
- A densidade de potência da soldagem a Laser é similar a empregada pela soldagem por feixe de elétrons (sem, porém, a necessidade de realização de vácuo) e superior à de processos de fusão a arco;
- A alta densidade de energia possibilita a realização do processo em passe único a depender da espessura;

- O aporte é menor que o dos processos convencionais (baixa energia de soldagem);
- Estreita zona afetada pelo calor;
- Deformação mínima da peça;
- Elevadas velocidades de soldagem;
- O processo é relativamente limpo e não gera resíduos;
- O feixe Laser não se deflete em razão da presença de campos eletromagnéticos;
- A soldagem pode ser realizada em todas as posições;
- Pode ser automatizada para permitir grande produtividade;
- Pode ser realizada a distância da peça;
- Acessa regiões restritas a outros processos de soldagem;
- Não requer contato elétrico com a peça.
- Não necessita vácuo, embora o mesmo seja recomendado para metais reativos;
- Não gera raio X;
- Permite a soldagem de metais dissimilares;
- Substitui a soldagem por pontos sem risco de contaminação pelo cobre.

Como desvantagens ao processo a Laser pode-se destacar (WAINER, 1992; BRANDI, 2004; MARQUES, 2007; KANNATEY-ASIBU, 2009; MODENESI, 2012):

- Elevado investimento inicial e de manutenção do equipamento;
- Mão de obra especializada;
- Baixa eficiência;
- Dificuldade para mudar o foco;
- Requer grande precisão das juntas para a realização da soldagem;
- Taxas de resfriamento elevadas, que podem levar a endurecimento de aços liga e de alto teor de carbono;
- Limitação de espessura para soldagem até 24mm;
- Dificuldades para soldagem de materiais com alta refletividade e condutividade térmica;

#### 3.3 Preparação da superfície: o polimento do Nióbio puro

Uma etapa crucial é a preparação da superfície de amostras a serem analisar no microscópio. A preparação e ataque químico requerem alguns cuidados. Na superfície de chapas planas de nióbio formam-se várias camadas de óxidos de nióbio estáveis, NbO, NbO2, NbO5. Estas camadas juntas possuem uma espessura de aproximadamente 4,5 a 4,7 nm, sendo a camada de NbO5 a mais externa dessa superfície (CALOTA; MAXIMOVA; ZIEME, 2008). A presença dessas camadas sobre a superfície do metal impede que os riscos profundos do processo inicial sejam removidos. Um método eficaz para a preparação de uma superfície lisa e espelhada inicia-se com o lixamento e em seguida pelo polimento mecânicoquímico em duas etapas.

A primeira etapa consiste na utilização de uma suspensão contendo partículas de até 1µm para polir a rugosidade inicial até um nível submicrométrico, (no caso da sílica coloidal, utilizada nesse trabalho, o tamanho varia de 50 a 100nm) e a segunda etapa é feita com um polimento contendo partículas menores (CALOTA; MAXIMOVA; ZIEME, 2008). A suspenção, na segunda etapa, compõe uma solução de 2% de hidróxido de amônio, 2% de peroxido de hidrogênio (30% m.m) e 110ml de água destilada (LINS, 2002).

Cita-se também que a norma ASTM E 407 (2015) reúne alguns ataques possíveis para o nióbio puro.

# 4 MATERIAIS E MÉTODOS

# 4.1 Material em estudo - nióbio

O material a ser investigado é o nióbio puro, sob a forma de chapa fina, de 2,3 mm de espessura, laminada a frio e recozida. Trata-se de material similar à chapa Tipo 2 – R04210, especificada pela ASTM B393-18 (2018), tendo sido fabricada na Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo e com largura entre 65 e 68 mm.

Figura 5 – Chapa de nióbio puro fabricada na Escola de Engenharia de Lorena com dimensões de 151mm x 68mm x 2,3 mm, utilizada para as primeiras soldas.



Fonte: Arquivo pessoal

Cita-se que as propriedades mecânicas para a chapa de nióbio puro, com base na norma ASTM B393-18 (2018), são: resistência a tração mínima de 125 Mpa, tensão limite de escoamento mínima de 73Mpa e alongamento mínimo de 20%.

A Tabela 1 apresenta os requisitos à composição da chapa a ser utilizada no presente trabalho.

Elemento	Tipo 2 – R04210 (Nióbio puro comercial) Percentual em massa (%)	
Carbono	0,01	
Nitrogênio	0,01	
Oxigênio	0,025	
Hidrogênio	0,0015	
Zircônio	0,02	
Tântalo	0,3	
Ferro	0,01	
Sílica	0,005	
Tungstênio	0,05	
Níquel	0,005	
Molibdênio	0,020	
Háfnio	0,02	
Titânio	0,03	
Alumínio (quando especificado)	0,005	

Tabela 1 – Requisitos à composição do nióbio, não ligado, do Tipo 2 – R04210.

Fonte: (ASTM B393-18, 2018)

Além da chapa da Figura 5, a qual foi utilizada para a realização dos primeiros cordões de solda, outras três chapas com 2,3mm de espessura e 65mm de largura (e comprimentos de 233mm, 237mm e 340 mm) foram utilizadas para complementar a etapa de soldagem, com a definição dos melhores parâmetros, e possibilitar a realização dos ensaios mecânicos.

## 4.2 Planejamento das atividades experimentais

A seguir é apresentado um roteiro geral contemplando todas as etapas experimentais, as quais visam cumprir com os objetivos gerais e específicos apresentados no item 3.



Figura 6 – Etapas da fase experimental, indicando o roteiro para as atividades em laboratório.

Fonte: Próprio autor (2022)

Para a etapa de qualificação, denominada *Fase 1*, o trabalho experimental englobou, em resumo: a soldagem do nióbio puro em condições variadas, avaliação macroscópica da soldagem, preparação metalográfica (corte, embutimento, polimento, ataque químico), avaliação macroscópica e em microscópio ótico, assim como também a medição de microdureza (Vickers) ao longo da área da seção transversal. Foram selecionadas as melhores condições de soldagem sobre conclusões parciais, com o objetivo de as mesmas serem repetidas na execução dos corpos de prova dos ensaios mecânicos de tração e dobramento e assim se chegar as considerações finais.

No entanto, ocorreu a quebra do equipamento de soldagem utilizado na fase 1, o qual ficou sem condições de reparo. Por esta razão, buscou-se outro equipamento para a progressão dos estudos incluindo-se uma etapa intermediária, denominada *Fase 02*, para serem ajustados os parâmetros ao uso do novo equipamento de soldagem e assim avançar com a execução dos corpos de prova finais e respectivos ensaios mecânicos (*Fase 03*).

#### 4.2.1 Soldagem da primeira chapa de nióbio – Fase 01

Na Fase 01, uma chapa de nióbio puro foi soldada a Laser em cheio (*bead on plate*) no Laboratório Multiusuário de Desenvolvimento e Aplicações de Lasers e Óptica (DedALO), do Instituto de Estudos Avançados (IEAv – CTA). Como já citado, trata-se de uma soldagem autógena, ou seja, que é realizada sem metal de adição.

O equipamento a Laser utilizado foi o de modelo YLR-2000, da marca IPG Photonics, transmitido por uma fibra ótica de vidro dopada com itérbio (Yb-fibra), com potência nominal máxima de 2,0 kW, comprimento de onda de 1080 µm, dotado de software que controla a potência do feixe, a vazão do gás de proteção (bico de ação lateral) e a velocidade de movimentação da mesa CNC. Esta velocidade corresponde à velocidade de soldagem, uma vez que o feixe é fixo e perpendicular a peça. Cita-se que os diâmetros do laser no foco (*spot size*) e da fibra correspondem a 0,1 mm.





Fonte: (Goia, 2010)

Assim, definiu-se previamente os parâmetros de soldagem de 13 (treze) cordões realizados, a fim de serem avaliadas as melhores condições adotadas,

variando-se a potência do feixe, a velocidade de soldagem e a vazão do gás de proteção, conforme detalhado na Tabela 2.

Cordão de Solda	TAG amostra	Potência [W]	Vazão de gás [L/min]	Velocidade de soldagem [mm/s]
1	P1800V50Q8	1800	8	50
2	P2000V50Q8	2000	8	50
3	P2000V40Q8	2000	8	40
4	P2000V30Q8	2000	8	30
5	P2000V20Q8	2000	8	20
6	P2000V20Q10	2000	10	20
7	P2000V20Q6	2000	6	20
8	P2000V20Q4	2000	4	20
9	P2000V20Q0	2000	0	20
10	P1900V20Q8	1900	8	20
11	P1800V20Q8	1800	8	20
12	P1700V20Q8	1700	8	20
13	P1600V20Q8	1600	8	20

Tabela 2 – Parâmetros da soldagem a Laser em cheio sobre chapa de nióbio puro – Fase 1.

Fonte: Próprio autor (2020)

A disposição de cada cordão na chapa foi definida conforme desenho esquemático apresentado na Figura 8.
Figura 8 – Desenho esquemático de: (a) disposição e identificação dos cordões de solda em chapa de nióbio puro; (b) Retirada dos corpos de prova (embutimento) para realização de microscopia ótica e microdurezas



Fonte: Próprio autor (2020)

A nomenclatura (TAG da solda) adotada para identificação de cada solda está relacionada aos parâmetros de soldagem como indicado na legenda da Figura 8(a). Ou seja, a Solda 7, por exemplo, identificada como P2000V20Q6 informa que esta foi executada com potência nominal de 2000W, velocidade de soldagem de 20mm/s e vazão de gás de 6 litros/min.

Cita-se que a potência nominal de soldagem P foi variada entre 1600 e 2000W, a velocidade de soldagem V entre 20 e 50mm/s e a vazão de gás de proteção (argônio) Q entre zero (sem proteção) e 10 litros/min.

A Figura 8(a) também mostra em vermelho a região de interesse para cada cordão (região localizada no centro da chapa, afastada das bordas da peça). Isto visa assegurar as melhores condições do processo de soldagem e mitigar a possibilidade de influência decorrente de instabilidade do feixe na sua abertura e/ou extinção, ou seja, tanto no começo como ao final da soldagem de cada cordão.

#### 4.2.2 Soldagem da segunda chapa de nióbio – Fase 02

Na Fase 02, uma nova chapa de nióbio puro foi soldada, com dimensões de 233mm de comprimento por 65mm de largura e 2,3 mm de espessura. Pelas razões já expostas, foi adotado novo equipamento de soldagem a Laser. Este foi o de modelo YLS-6000, da marca IPG Photonics, transmitido por uma fibra ótica de vidro dopada com itérbio (Yb-fibra), com potência nominal máxima de 6,0 kW, comprimento de onda de 1080µm, dotado de software para o controle da potência do feixe, da vazão do gás de proteção (bico tipo tocha, concêntrico ao feixe) e da velocidade de soldagem. Foram mantidos os diâmetros do laser no foco (*spot size*) e da fibra, os quais são iguais a 0,1 mm.

A Tabela 3 detalha os parâmetros de soldagem considerados para a Fase 2.

Cordão de solda	TAG amostra	Potência (P) [W]	Velocidade de soldagem (V) [mm/s]	Vazão de gás (Q) [litros/min]				
1	P1800V20Q10	1800	20	10				
2	P1800V15Q10	1800	15	10				
3	P1800V10Q10	1800	10	10				
4	P2000V20Q10	2000	20	10				
5	P2000V20Q8	2000	20	8				
6	P2000V20Q6	2000	20	6				
7	P2500V20Q10	2500	20	10				
8	P2500V20Q8	2500	20	8				
9	P2500V20Q6	2500	20	6				
10	P2400V20Q10	2400	20	10				
11	P2300V20Q10	2300	20	10				
12	P2200V20Q10	2200	20	10				
13	P2100V20Q10	2100	20	10				
14	P2000V20Q10	2000	20	10				
15	P1900V20Q10	1900	20	10				
16	P1800V20Q10	1800	20	10				
17	P3000V20Q10	3000	20	10				

Tabela 3 – Parâmetros da soldagem a Laser em cheio sobre chapa de nióbio puro – Fase 2.

Fonte: Próprio autor (2020)

Cita-se que a potência nominal de soldagem P foi variada entre 1800 e 3000W, a velocidade de soldagem V entre 10 e 20mm/s e a vazão de gás de

proteção (argônio) Q entre 6 e 10 litros/min, considerando experiência prévia da Fase 1.

A disposição de cada cordão na chapa foi definida conforme desenho esquemático apresentado na Figura 9.

Figura 9 – Desenho esquemático de: (a) disposição e identificação dos cordões de solda em chapa de nióbio puro; (b) Retirada dos corpos de prova (embutimento) para realização de microscopia ótica.



Fonte: Próprio autor (2022)

# 4.3 Execução da soldagem

Os parâmetros de soldagem foram inseridos no sistema de comando do equipamento, que os manteve constantes durante a execução da solda. Cita-se ter sido utilizado o argônio de alta pureza (PA) para a proteção gasosa da poça de fusão. A Figura 10 e a Figura 11 apresentam algumas fotos da realização da soldagem da chapa de nióbio puro utilizada na Fase 01 e Fase 02 no presente trabalho.

Figura 10 – Sequências do processo de soldagem no IEAv-CTA. (a) fixação da chapa de nióbio na mesa CNC; (b) soldagem a laser na chapa de Nb; (c) Peça final acabada.

Fonte: Próprio autor (2020)

Figura 11 – Sequências do processo de soldagem com equipamento YLS-6000, da marca IPG Photonics. (a) fixação da chapa de nióbio na mesa CNC; (b) soldagem a laser na chapa de Nb; (c) Peça final acabada.



Fonte: Próprio autor (2021)

### 4.4 Caracterização Macroscópica

Os cordões de solda paralelos entre si, contidos na chapa de Nb, foram inicialmente analisados sob aspecto macroscópicos, no estereomicroscópio ZEISS Stereo Discovery v12, com ampliação de 25x, para que a penetração da solda fosse avaliada em cada condição pré-definida. Avaliando-se tanto a vista superior (face da solda) como a inferior (raiz da solda).

#### 4.5 Preparação metalográfica e caracterização microestrutural

As chapas de nióbio contendo os cordões de solda foram cortadas para confecção das amostras, utilizando-se o equipamento da Buehler, modelo Isomet 1000 Saw (Figura 12).

Figura 12 – Corte das chapas para constituição dos corpos de prova a serem embutidos.



Fonte: Próprio autor (2020)

Análises se deram sobre a seção transversal (AA), indicada na Figura 13, pertencente a região central do cordão de solda, descartando-se o primeiro e último quarto de cada cordão. Esta seção passou por preparação metalográfica, foi analisada por microscopia ótica e submetida a medição de microdurezas.



Figura 13 – Desenho esquemático de um cordão de solda em uma chapa de nióbio, com a região de interesse em destaque, para retirada de amostra (análise se dá sobre a seção transversal AA).

Fonte: Próprio autor (2020)

Assim, após o corte, foi realizado o embutimento a quente (Figura 14), com carga entre 15 e 20 kN aplicada durante 12 minutos, sendo em seguida resfriadas à água (equipamento Panambra – Termopress 2).

Realizou-se a etapa lixamento, alternando-se de forma cruzada (90°), na Politriz rotativa 2V Arotec, refrigerando-se com a água e utilizando-se de lixas d'água de granulometria (*mesh*) de 400, 600, 800, 1200 e 2400. A etapa de polimento se deu com o uso de um feltro OP-Chem da Struers, adicionando-se solução de sílica coloidal (OPU), com nano abrasivo entre 50 e 100 nm, intercalado com peróxido de hidrogênio (pequeno volume), sem a adição de hidróxido de amônio e água destilada, conforme recomendado pela literatura, e observou-se que essa adequação resultou em efeito positivo, eliminando-se os riscos profundos que estavam sob as camadas de óxidos.

Posteriormente, conforme recomendado pela ASTM E 407 (2015), fez-se ataque químico com solução ácida constituída de 30 ml de ácido fluorídrico (HF), 15 ml de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) e 30 ml de ácido clorídrico (HCI), mantendo-se a amostra em imersão por 3 segundos, seguido de lavagem em água corrente e secagem com ar frio comprimido.

Figura 14 – Registo fotográfico de seção transversal da chapa de Nb puro, após embutimento e polimento (amostra típica).



Fonte: Próprio autor (2020)

### 4.6 Caracterização microestrutural com microscópico ótico.

As amostras foram caracterizadas por microscopia ótica (MO), obtendo-se imagens com ampliação de 50x antes do ataque e com ampliação de 50,100 e 200x após o ataque. Para esta etapa foi utilizado o equipamento Leica DM IRM, disponível na EEL/USP.

#### 4.7 Medições dimensionais dos cordões de solda.

Com as imagens da microscopia óptica, realizou-se a caracterização dimensional dos cordões de solda com o uso da ferramenta de medição de imagens no WEB PLOT DIGITIZER (2021), obtendo-se as razões de aspecto conforme Figura 15.

Figura 15 – Medições para razão de aspecto - seção transversal da chapa de Nb puro, após embutimento e polimento (amostra típica).



Fonte: Próprio autor (2022)

## 4.8 Medições de microdureza Vickers

A fim de se verificar o perfil de dureza nas regiões da ZAC, ZF e metal-base, na Fase 1, realizou-se ensaios de microdureza vickers, com indentador piramidal de diamante, em um equipamento Micromet 5820, seguindo a norma ASTM E384-17(2017). Foram definidas 5 linhas de indentações perpendiculares ao cordão de solda de cada amostra (próximo a raiz, a face e ao centro da seção transversal do cordão de solda), com a finalidade de avaliar a dureza nos dois eixos da seção transversal, conforme apresentado na figura a seguir: Figura 16 – Desenho esquemático representando as medições de microdureza Vickers na seção transversal dos cordões de solda para: (a) soldas de penetração total e (b) soldas de penetração parcial.



Fonte: Próprio autor (2020)

Cada indentação foi realizada em sequência na mesma linha respeitando-se o espaçamento maior que 3 vezes a maior diagonal da marca deixada pelo durômetro. Cita-se que o afastamento de 0,004 pol foi suficiente, tendo sido aplicado uma carga de 25g por 10 segundos para cada ponto de medição.

### 4.9 Ensaios Mecânicos

Os ensaios a seguir foram realizados nas amostras com duas das condições de soldagem selecionadas a partir dos cordões realizados com o equipamento YLS-6000, na Fase 02, e em uma chapa sem solda, procedendo-se conforme segue:

 a) Soldagem de corpo de provas para os ensaios mecânicos:
Para os ensaios de tração e de dobramentos de face e de raiz, duas chapas de nióbio puro (dimensões de 65 mm de largura por 340 e 237 mm de comprimento, respectivamente, e com 2,3mm de espessura) foram soldadas longitudinalmente, cada qual numa das duas condições de soldagem selecionadas na fase 2, centralizando-se os cordões de solda ao longo das respectivas chapas.

b) Corte dos corpos de prova para os ensaios mecânicos:

Os cortes dos corpos de prova de tração e dobramento foram realizados por eletroerosão com o equipamento marca Robocut, modelo Fanuc 0iD (Figura 17). Amostras foram retiradas paralelamente em cada chapa soldada, sendo 3 para cada ensaio, quais sejam: tração, com e sem entalhe, e dobramento de face e de raiz. Além disso, foram cortadas outras 3 amostras para ensaio de tração de chapa sem solda a fim de avaliar o comportamento dos limites de escoamento e de resistência à tração após a soldagem.

Figura 17 – Máquina de corte por eletroerosão, Robocut, modelo Fanuc 0iD.



Fonte: Próprio autor (2022)

### c) Ensaio de tração:

Ensaios de tração foram realizados num sistema universal de ensaios mecânicos EMIC modelo DL 10000/700 (eletromecânico) com capacidade máxima de carga de 100 KN, equipamento localizado no laboratório de propriedades mecânicas do núcleo de ensaios de materiais e análise de falhas (NEMAF) do SSM-EESC/USP (Figura 18).

Figura 18 – Imagens do equipamento e realização do ensaio de tração.



Fonte: Próprio autor (2022)

As amostras foram preparadas com e sem entalhe e ensaiadas seguindo a norma ASTM E8/E8M-11 (2011), tendo dimensões de 65 por 6,5 mm (condição "subsize"). Limitou-se o seu comprimento ao tamanho de chapa disponível (com 65mm de largura), sendo retiradas na direção perpendicular ao cordão de solda para as condições de soldagem prédefinidas e para o metal base (chapa não soldada).



Figura 19 – Amostra típica para ensaio de tração: (a) Amostra Subsize; (b) Subsize, com entalhe.

Fonte: Próprio autor (2022)

d) Ensaio de dobramento:

Ensaios de dobramento foram realizados num sistema universal de ensaios mecânicos EMIC modelo DL 3000 (eletromecânico) com capacidade máxima de carga de 30 KN, equipamento localizado no laboratório de ensaios mecânicos da EEL. Amostras foram preparadas e ensaiadas com referência ao ensaio de curvamento guiado da norma ASTM E290 (2021) e ASTM E190 (2014), para realizar o dobramento lateral transversal da face ou raiz. Elas foram cortadas perpendicularmente ao cordão de solda como mostra a Figura 20. Utilizou-se três amostras para dobramento de face, assim como três para dobramento de raiz, para cada uma das duas condições finais de soldagem selecionadas.



Figura 20 – Amostra típica para ensaio de dobramento de face e de raiz.

Cita-se que o ensaio de dobramento tem como objetivo a qualificação do procedimento de soldagem e visa observar na superfície tracionada (face ou raiz da solda) a ocorrência de trincas ou outras irregularidades superficiais. Se o material fratura, a solda é reprovada no teste. Quando a fratura não ocorre, o critério é o número de trincas ou irregularidades observáveis em exame visual (a olho nu) e sob os critérios das normas para o produto (ASTM E290). Seguindo-se o arranjo indicado na norma (Figura 21), utilizou-se para a chapa de 2,3 mm de espessura (t) um raio de cutelo de 4,5 mm (r) e distância entre suportes de 15,9 mm (C), e com velocidade de deslocamento do cutelo de 10 mm/min.

Figura 21 – Arranjo do equipamento para dobramento de face e de raiz.



Fonte: (adaptado de ASTM E290, 2014)

Fonte: Próprio autor (2022)

### 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 5.1 Amostras soldadas com equipamento YLR-2000 – Fase 01

O objetivo dessa seção é apresentar e discutir os resultados para as treze soldas realizadas na Fase 01, com o equipamento YLR 2000, no que se refere à (ao):

- a) Análise visual, macroscópica e microscópica, da face e raiz e presença de defeitos (respingos, porosidade, mordeduras, falta de penetração, penetração excessiva, concavidade etc);
- b) Medição dimensional (largura e profundidade) e cálculo da razão de aspecto;
- c) Perfis das 5 linhas de microdurezas Vickes realizadas na seção transversal, quais sejam: (i) próximo às superfícies da face (a 0,004pol); (ii) em 1/4 da penetração; (iii) na metade da penetração; (iv) a 3/4 da penetração da solda; e (v) próximo da raiz (0,004pol). Cita-se que dimensões citadas de 1/4, metade e 3/4 podem ser consideradas em relação a espessuras nas soldas de penetração total (quando a espessura é igual a penetração).

De modo a organizar os resultados da Fase 01 e sua forma de apresentação, primeiramente serão mostrados os dados em conjunto abrangendo todas as condições para após detalhá-los caso a caso com as imagens.

A Tabela 4 apresenta o que foi observado em análise visual com lupa, no estereomicroscópico (com ampliação de 25 vezes) e no microscópio ótico (com ampliação de 50 vezes).

Tabela 4 – Resumo das observações de análise visual nas soldas em chapa de nióbio puro, realizadas no equipamento YLR-2000, com parâmetros variados (macro e microscopia).

SOLDA	TAG SOLDA	OBSERVAÇÕES DA FACE (ESTEREOSCÓPICO 25X E ANÁLISE VISUAL COM LUPA)	OBSERVAÇÕES DA RAIZ (ESTEREOSCÓPICO 25X E ANÁLISE VISUAL COM LUPA)	OBSERVAÇÕES DA SEÇÃO TRANSVERSAL (MO 50X)
SOLDA 1	P1800V50Q8	- Largura homogênea - Aspecto normal - Alguns respingos	- Falta de penetração - Porosidade superficial - Escurecimento da raiz	- Falta de penetração (menor penetração de todas as 13 condições) - Póros agrupados no centro do cordão - Grãos grosseiros na zona fundida
SOLDA 2	P2000V50Q8	- Largura homogênea - Aspecto normal - Alguns respingos	- Falta de penetração - Porosidade superficial - Aspecto irregular - Pontos escuros circulares (possível presença de óxidos)	- Falta de penetração - Póros agrupados no centro do cordão - Grãos grosseiros na zona fundida
SOLDA 3	P2000V40Q8	- Largura homogênea - Aspecto normal	- Aparente falta de penetração (em trechos da solda) - Porosidade Superficial - Aspecto irregular - Pontos escuros circulares (possível presença de óxidos)	- Penetração total - Póros agrupados no centro do cordão - Grãos grosseiros na zona fundida
SOLDA 4	P2000V30Q8	- Largura não homogênea (regiões de estreitamento do cordão) - Aspecto irregular - Mordeduras	- Largura não homogênea - Aspecto irregular - Penetração total - Penetração excessiva (alguns pontos) - Pontos escuros circulares (possível presença de óxidos)	- Penetração total - Penetração excessiva (alguns pontos) - Grãos grosseiros na zona fundida
SOLDA 5	P2000V20Q8	- Largura homogênea - Aspecto regular - Coloração alterada (escurecimento)	- Penetração total - Largura homogênea - Aspecto regular - Concavidade (raiz)	- Penetração total - Concavidade (raiz)
SOLDA 6	P2000V20Q10	- Largura não homogênea (estreitamento) - Coloração alterada (escurecimento)	- Penetração total - Aspecto regular - Largura homogênea	- Penetração total - Pequenas mordeduras (raiz) - Grãos grosseiros na zona fundida
SOLDA 7	P2000V20Q6	- Largura homogênea - Coloração alterada (escurecimento)	- Penetração total - Aspecto regular - Largura homogênea	- Penetração total - Concavidade (raiz) - Grãos grosseiros na zona fundida
SOLDA 8	P2000V20Q4	- Largura homogênea - Coloração alterada (escurecimento)	- Penetração total - Aspecto irregular - Largura não homogênea	- Penetração total - Concavidade (raiz) - Grãos grosseiros na zona fundida
SOLDA 9	P2000V20Q0	- Largura homogênea - Coloração alterada - Fases distintas	- Penetração total - Aspecto irregular - Largura não homogênea	- Penetração total - Concavidade (raiz) - Grãos grosseiros na zona fundida
SOLDA 10	P1900V20Q8	Largura homogênea	- Penetração total - Aspecto regular - Largura homogênea	- Penetração excessiva (sangria) - Mordeduras (face) - Grãos grosseiros na zona fundida
SOLDA 11	P1800V20Q8	Largura homogênea	- Largura homogênea - Aspecto regular	- Penetração total - Grãos grosseiros na zona fundida
SOLDA 12	P1700V20Q8	Largura homogênea	- Aspecto regular - Largura homogênea	- Penetração total - Grãos grosseiros na zona fundida
SOLDA 13	P1600V20Q8	Largura homogênea	- Aspecto regular - coloração alterada (escurecimento)	- Penetração total - Grãos grosseiros na zona fundida

Fonte: Próprio autor (2020)

Na solda 1 (P1800V50Q8), Figura 22, com potência de 1800 W, velocidade de 50 mm/s e vazão de 8 litros/minuto, em (a), na região da face, constatou-se uma solda de largura homogênea, com aspecto normal, porém detectou-se a presença de respingos. Em (b), na superfície oposta, onde seria a raiz da solda, observou-se

falta de penetração, porosidade e escurecimento da chapa de nióbio. Em (c), na seção transversal, constatou-se a falta de penetração (a menor dentre todas as demais soldas realizadas), porosidade agrupada principalmente no centro do cordão de solda, e como resultado da solidificação, crescimento dos grãos a partir da região da ZAC até o centro superior da solda, resultando em grãos grosseiros na zona fundida.



Figura 22 - Solda 1 - P1800V50Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.

Fonte: Próprio autor (2020)

Na solda 2 (P2000V50Q8), Figura 23, com potência de 2000 W, velocidade de 50 mm/s e vazão de 8 litros/minuto, em (a), na região da face, constatou-se uma solda de largura homogênea, com aspecto normal, porém detectou-se a presença

de respingos. Em (b), na superfície oposta, onde seria a raiz da solda, observou-se também falta de penetração, aspecto irregular da raiz, porosidade e escurecimento da chapa de nióbio em pontos circulares. Em (c), na seção transversal, constatouse a falta de penetração, porosidade agrupada principalmente no centro do cordão de solda, e grãos grosseiros na zona fundida.



Figura 23 – Solda 2- P2000V50Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.

Na solda 3 (P2000V40Q8), Figura 24, com potência de 2000 W, velocidade de 40 mm/s e vazão de 8 litros/minuto, em (a), na região da face, constatou-se uma solda de largura homogênea, com aspecto normal, porém detectou-se a presença

Fonte: Próprio autor (2020)

de respingos. Em (b), na superfície oposta, na raiz da solda, observou-se regiões com aparente falta de penetração, aspecto irregular da raiz (ora lisa, ora revelando a sua fusão e solidificação), porosidade e escurecimento da chapa de nióbio em pontos circulares. Em (c), na seção transversal, constatou-se a penetração total, porosidade agrupada principalmente no centro do cordão de solda, e grãos grosseiros na zona fundida.

Figura 24 – P2000V40Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.



Fonte: Próprio autor (2020)

Na solda 4 (P2000V30Q8), Figura 25, com potência de 2000 W, velocidade de 30 mm/s e vazão de 8 litros/minuto, em (a), na região da face, constatou-se uma solda de largura não homogênea, com aspecto irregular e regiões de estreitamento e mordeduras. Em (b), na superfície oposta, na raiz da solda, observou-se regiões

penetração total, mas com aspecto irregular da raiz (ora lisa e não revelando a sua fusão e solidificação com penetração excessiva em alguns pontos), e pontos escuros e circulares (indicando possível presença de óxidos). Em (c), na seção transversal, constatou-se a penetração total (e penetração excessiva) e grãos grosseiros na zona fundida.



Figura 25 – Solda 4- P2000V30Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.

Na solda 5 (P2000V20Q8), Figura 26, com potência de 2000 W, velocidade de 20 mm/s e vazão de 8 litros/minuto, em (a), na região da face, constatou-se uma solda de largura homogênea, com aspecto regular, mas com a coloração alterada

Fonte: Próprio autor (2020)

(escurecida). Em (b), na superfície oposta, na raiz da solda, observou-se penetração total, largura homogênea, e concavidade ao longo de toda extensão da raiz. Em (c), na seção transversal, constatou-se a penetração total e concavidade (na raiz).



Figura 26 – Solda 5- P2000V20Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.

Fonte: Próprio autor (2020)

Na solda 6 (P2000V20Q10), Figura 27, com potência de 2000 W, velocidade de 20 mm/s e vazão de 10 litros/minuto, em (a), na região da face, constatou-se uma solda de largura não homogênea, com aspecto irregular e com a coloração alterada (escurecida). Em (b), na superfície oposta, na raiz da solda, observou-se penetração total, largura homogênea e aspecto regular. Em (c), na seção transversal, constatou-se a penetração total, pequenas mordeduras de raiz e grãos grosseiros na zona fundida.



Figura 27 – Solda 6- P2000V20Q10: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.

Fonte: Próprio autor (2020)

Na solda 7 (P2000V20Q6), Figura 28, com potência de 2000 W, velocidade de 20 mm/s e vazão de 6 litros/minuto, em (a), na região da face, constatou-se uma solda de largura homogênea, com a coloração alterada (escurecida). Em (b), na superfície oposta, na raiz da solda, observou-se penetração total, largura homogênea e aspecto regular. Em (c), na seção transversal, constatou-se a penetração total, concavidade na raiz e grãos grosseiros na zona fundida.



Figura 28 – Solda 7 - P2000V20Q6: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.

Fonte: Próprio autor (2020)

Na solda 8 (P2000V20Q4), Figura 29, com potência de 2000 W, velocidade de 20 mm/s e vazão de 4 litros/minuto, em (a), na região da face, constatou-se uma solda de largura homogênea, com a coloração alterada (muito escurecida). Em (b), na superfície oposta, na raiz da solda, observou-se penetração total, largura não homogênea e aspecto irregular. Em (c), na seção transversal, constatou-se a penetração total, concavidade na raiz e grãos grosseiros na zona fundida.



Figura 29 – Solda 8 - P2000V20Q4: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.

Fonte: Próprio autor (2020)

Na solda 9 (P2000V20Q0), Figura 30, com potência de 2000 W, velocidade de 20 mm/s e sem proteção de argônio, em (a), na região da face, constatou-se uma solda de largura homogênea, com a coloração alterada (regiões clara e escurecida), fazes distintas (a se investigar). Em (b), na superfície oposta, na raiz da solda, observou-se penetração total, largura não homogênea, aspecto irregular e coloração alterada (muito escurecida). Em (c), na seção transversal, constatou-se a penetração total, concavidade na raiz, penetração excessiva e grãos grosseiros na zona fundida.



Figura 30 – Solda 9 - P2000V20Q0: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.

Na solda 10 (P1900V20Q8), Figura 31, com potência de 1900 W, velocidade de 20 mm/s e vazão de gás de 8 litros/minuto, em (a), na região da face, constatouse uma solda de largura homogênea sem defeitos aparentes. Em (b), na superfície oposta, na raiz da solda, observou-se penetração total, largura homogênea e aspecto regular. Em (c), na seção transversal, constatou-se a penetração total, mordeduras de face, penetração excessiva e grãos grosseiros na zona fundida.

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 31 – Solda 10 – P1900V20Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.

Fonte: Próprio autor (2020)

Na solda 11 (P1800V20Q8), Figura 32, com potência de 1800 W, velocidade de 20 mm/s e vazão de gás de 8 litros/minuto, em (a), na região da face, constatouse uma solda de largura homogênea sem defeitos aparentes. Em (b), na superfície oposta, na raiz da solda, observou-se penetração total, largura homogênea e aspecto regular. Em (c), na seção transversal, constatou-se a penetração total e grãos grosseiros na zona fundida.



Figura 32 – Solda 11 – P1800V20Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.

Fonte: Próprio autor (2020)

Na solda 12 (P1700V20Q8), Figura 33, com potência de 1700 W, velocidade de 20 mm/s e vazão de gás de 8 litros/minuto, em (a), na região da face, constatouse uma solda de largura homogênea sem defeitos aparentes. Em (b), na superfície oposta, na raiz da solda, observou-se penetração total, largura homogênea e aspecto regular. Em (c), na seção transversal, constatou-se a penetração total e grãos grosseiros na zona fundida.



Figura 33 – Solda 12 – P1700V20Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.

```
Fonte: Próprio autor (2020)
```

Na solda 13 (P1600V20Q8), Figura 34, com potência de 1700 W, velocidade de 20 mm/s e vazão de gás de 8 litros/minuto, em (a), na região da face, constatouse uma solda de largura homogênea sem defeitos aparentes. Em (b), na superfície oposta, na raiz da solda, observou-se penetração total, largura homogênea, aspecto regular e coloração alterada (escurecimento). Em (c), na seção transversal, constatou-se a penetração total e grãos grosseiros na zona fundida.



Figura 34 – Solda 13 – P1600V20Q8: (a) vista superior. (b) vista inferior; (c) seção transversal.

Fonte: Próprio autor (2020)

# Medições dimensionais

A seguir são apresentadas na Tabela 5 as medições dimensionais, conforme citado no item 4.7, as medições dimensionais e razão de aspecto, relação entre a penetração e a largura do cordão, para todas as soldas executadas na Fase 1.

Amostra	TAG amostra	Penetração	Largura	Razão de
Amostra	TAG amostra	[µm]	[µm]	aspecto
1	P1800V50Q8	1.735	1.408	1,23
2	P2000V50Q8	1.792	1.412	1,27
3	P2000V40Q8	2.274	1.783	1,28
4	P2000V30Q8	2.186	1.716	1,27
5	P2000V20Q8	1.731	2.982	0,58
6	P2000V20Q10	2.555	2.576	0,99
7	P2000V20Q6	2.453	3.164	0,78
8	P2000V20Q4	2.541	2.918	0,87
9	P2000V20Q0	2.181	2. <mark>192</mark>	0,99
10	P1900V20Q8	2.417	2.535	0,95
11	P1800V20Q8	2.567	2.74 <mark>3</mark>	0,94
12	P1700V20Q8	2.567	2.808	0,91
13	P1600V20Q8	2.536	2.540	1,00

Tabela 5 – Medições dimensionais e razão de aspecto dos cordões de solda – Fase 1 – Equipamento de Soldagem YLR-2000

Fonte: Próprio autor (2020)

#### Medições de microdurezas Vickers (HV)

De forma resumida se apresenta inicialmente os valores médios das microdurezas Vickers e desvio padrão por solda. Cita-se que foram realizados mais de 2700 pontos de medição para as 13 amostras da Fase 1. Indica-se, também, no gráfico a seguir, que a dureza média encontrada para a chapa de nióbio puro laminada a frio (109,3 HV).



Figura 35 – Microdurezas Vickers (HV): Média e desvio padrão das medições por solda e dureza média da chapa de nióbio puro (metal base).

O gráfico acima mostra que as durezas médias variaram consideravelmente entre as soldas e foram maiores naquelas realizadas com menor vazão de gás de proteção como a Solda 8 (P2000V20Q4) e a Solda 9 (P2000V20Q0). Essas soldas foram as que apresentaram maiores durezas médias, superiores a encontrada para o metal base, que foi de 109,3 Vickers, notando-se maior dispersão dos valores de dureza medidos.

De modo geral, a soldagem das chapas com maior proteção gasosa (acima de 6 L/min), apresentaram durezas médias menores que a do metal base. Sugerese que, com o aquecimento durante a soldagem, promova o alívio das tensões internas no material, que são decorrentes do encruamento obtido no processo de laminação da chapa.

Na Figura 36 apresenta, além das durezas médias, se a solda atingiu penetração parcial ou total, informando a vazão do gás de proteção e o aporte térmico (potência/velocidade de soldagem).

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 36 – Dureza média, vazão de gás, aporte térmico e penetração parcial ou total por solda.

A Solda 1 (P1800V50Q8) e a Solda 2 (P2000V50Q8), as únicas que não atingiram penetração total, foram executadas com a mesma velocidade de soldagem (50mm/s) e vazão de gás, com aumento da potência de soldagem de 1800 para 2000W (aumento do aporte térmico) e apresentaram aumento da dureza média de 85 para 98 HV.

A Solda 2 (P2000V50Q8), a Solda 3 (P2000V40Q8), a Solda 4 (P2000V30Q8) e a Solda 5(2000V20Q8) tiveram redução da velocidade de soldagem e apresentaram redução decrescente e sucessivas das durezas médias de 98 para 80 HV.

A Solda 5 (P2000V20Q8), a Solda 6 (P2000V20Q10), a solda 7 (P2000V20Q6), a solda 8 (P2000V20Q4) e a solda 9 (P2000V20Q0) tiveram constantes a potência (2000W) e a velocidade e de soldagem (20mm/s). Resultaram em valores médios de durezas de respectivamente 80, 82, 92, 115 e 137 HV. No geral, notou-se variação acentuada e positiva das durezas médias com a redução de vazão do gás de proteção, a exceção das soldas 5 e 6.

Fonte: Próprio autor (2020)

A Solda 5 (P2000V20Q8), a Solda 10 (P1900V20Q8), a Solda 11 (P1800V20Q8), a Solda 12 (P1700V20Q8) e a Solda 13 (P1600V20Q8) tiveram constantes a velocidade (20 mm/s) e a vazão de argônio (8 L/min) e apresentaram, a exceção da solda 13, um aumento de dureza de 80 a 96 HV, com redução do aporte térmico.

A seguir são apresentados os gráficos com os valores de durezas em 5 níveis (5 linhas de dureza) dentro da região soldada, conforme já detalhado. Os gráficos com escala de cores foram realizados com Python versão 3.7.6, bibliotecas Pandas 1.0.1, Matplotib 3.1.3 e Numpy 1.18.1 para contribuir com melhor visualização dos dados.



Figura 37 – Solda 1 – P1800V50Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 38 – Solda 2 – P2000V50Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 39 – Solda 3 – P2000V40Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 40 – Solda 4 – P2000V30Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 41 – Solda 5 – P2000V20Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)


Figura 42 – Solda 6 – P2000V20Q10 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 43 – Solda 7 – P2000V20Q6 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 44 – Solda 8 – P2000V20Q4 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 45 – Solda 9 – P2000V20Q0 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 46 – Solda 10 – P1900V20Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 47 – Solda 11 – P1800V20Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 48 – Solda 12 – P1700V20Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)



Figura 49 – Solda 13 – P1600V20Q8 – Microdurezas realizadas em linhas horizontais ao longo da seção transversal: gráfico de linhas e escala de cores.

Fonte: Próprio autor (2020)

### 5.2 Amostras soldadas com equipamento YLS-6000 – Fase 02

O objetivo dessa seção é apresentar e discutir os resultados para as dezessete soldas realizadas na Fase 2, com o equipamento YLS-6000, no que se refere à (ao):

- a) Análise visual, macroscópica e microscópica, da face e raiz e presença de defeitos (respingos, porosidade, mordeduras, falta de penetração, penetração excessiva, concavidade etc);
- b) Medição dimensional (largura e profundidade) e cálculo da razão de aspecto;
- c) Seleção das melhores condições para os ensaios mecânicos;

De modo a organizar os resultados da Fase 02 e sua forma de apresentação, primeiramente serão mostrados os dados em conjunto abrangendo todas as condições para após detalhá-los caso a caso com as imagens.

A Tabela 6 apresenta o que foi observado em análise visual com lupa, no estereomicroscópico (com ampliação de 25 vezes) e no microscópio ótico (com ampliação de 50 vezes).

Tabela 6 – Resumo das observações de análise visual nas soldas em chapa de nióbio, realizadas no equipamento YLS-6000 (macro e microscopia).

		OBSERVAÇÕES DA FACE	OBSERVAÇÕES DA RAIZ	~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~	
SOLDA	TAG SOLDA	(ESTEREOSCÓPICO 25X E	(ESTEREOSCÓPICO 25X E ANÁLISE	OBSERVAÇÕES DA SEÇÃO	
		ANÁLISE VISUAL COM LUPA)	VISUAL COM LUPA)	TRANSVERSAL (INO 50A)	
SOLDA 1	P1800V20Q10	- Largura homogênea - Aspecto normal	- Falta de penetração - Escurecimento da raiz	- Falta de penetração (menor penetração de todas as 17 condições) - Póros agrupados no centro do cordão - Grãos grosseiros na zona fundida	
SOLDA 2	P1800V15Q10	- Largura homogênea - Aspecto normal	- Falta de penetração - Escurecimento da raiz	- Falta de penetração - Grãos grosseiros na zona fundida	
SOLDA 3	P1800V10Q10	- Largura homogênea - Coloração alterada (escurecimento)	- Escurecimento da raiz	- Penetração total - Grãos grosseiros na zona fundida	
SOLDA 4	P2000V20Q10	- Largura homogênea - Coloração alterada (escurecimento)	- Escurecimento da raiz - Falta de penetração	- Falta de penetração - Grãos grosseiros na zona fundida	
SOLDA 5	P2000V20Q8	- Largura homogênea - Coloração alterada (escurecimento)	- Escurecimento da raiz - Falta de penetração	- Falta de penetração - Póros agrupados no centro do cordã - Grãos grosseiros na zona fundida	
SOLDA 6	P2000V20Q6	- Largura homogênea - Coloração alterada (escurecimento)	- Escurecimento da raiz - Falta de penetração	- Falta de penetração - Póros agrupados no centro do cordão - Grãos grosseiros na zona fundida	
SOLDA 7	P2500V20Q10	- Largura homogênea - Coloração alterada (escurecimento) - Respingos	- Largura não homogênia - Penetração total / parcial - Escurecimento da raiz - Respingos	- Penetração excessiva - Póros agrupados no centro do cordão - Grãos grosseiros na zona fundida - Concavidades leves na face da solda	
SOLDA 8	P2500V20Q8	- Largura homogênea - Coloração alterada (escurecimento) - Respingos	- Largura não homogênia - Penetração total / parcial - Escurecimento da raiz - Respingos	- Penetração excessiva - Concavidade na face - Póro grande no centro do cordão - Grãos grosseiros na zona fundida - Respingo na raiz	
SOLDA 9	P2500V20Q6	- Largura homogênea - Coloração alterada (escurecimento) - Respingos	- Largura não homogênia - Penetração total / parcial - Escurecimento da raiz - Respingos	- Penetração excessiva - Concavidade na face - Grãos grosseiros na zona fundida	
SOLDA 10	P2400V20Q10	- Largura homogênea - Aspecto normal	- Largura homogênia - Penetração total - Escurecimento da raiz - Respingos	- Concavidades na face - Grãos grosseiros na zona fundida	
SOLDA 11	P2300V20Q10	- Largura homogênea - Aspecto normal	- Largura homogênea - Penetração total	<ul> <li>Concavidade excessiva na face</li> <li>Grãos grosseiros na zona fundida</li> <li>Excesso de penetração</li> </ul>	
SOLDA 12	P2200V20Q10	- Largura homogênea - Aspecto normal	- Largura homogênea - Penetração total	- Penetração Excessiva - Concavidade na face (leve) - Mordedura de raiz - Grãos grosseiros na zona fundida	
SOLDA 13	P2100V20Q10	- Largura homogênea - Aspecto normal	- Aspecto regular - coloração alterada (escurecimento) - Penetração total - Respingos	- Concavidades na face (leve) - Grãos grosseiros na zona fundida - Penetração total	
SOLDA 14	P2000V20Q10	- Largura homogênea - Aspecto normal	- Aspecto regular - coloração alterada (escurecimento) - Penetração total - Respingos	- Concavidades na face (leve) - Grãos grosseiros na zona fundida - Penetração total	
SOLDA 15	P1900V20Q10	- Largura homogênea - Concavidade	- Aspecto regular - Largura homogênea	- Concavidade excessiva na face - Póro - Penetração total - Grãos grosseiros na zona fundida	
SOLDA 16	P1800V20Q10	- Largura homogênea - Aspecto normal	- Largura não homogênia - Falta de Penetração - Escurecimento da raiz	- Falta de penetração - Grãos grosseiros na zona fundida	
SOLDA 17	P3000V20Q10	- Largura homogênea - Aspecto normal	<ul> <li>Aspecto regular</li> <li>coloração alterada (escurecimento)</li> <li>Penetração total</li> <li>Respingos</li> </ul>	- Concavidade excessiva na face - Grãos grosseiros na zona fundida - Penetração Excessiva	

Fonte: Próprio autor (2022)

Abaixo gráfico consolidando o aporte térmico por solda realizada na Fase 2.



Figura 50 – Aporte térmico por solda realizada com o equipamento YLS-6000:

Na solda 1 (P1800V20Q10), com potência de 1800 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 90 J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com aspecto normal, com largura homogênea. Na superfície oposta, onde seria a raiz da solda, observou-se falta de penetração e escurecimento da chapa. Na seção transversal, constatou-se falta de penetração (a menor dentre todas as soldas realizadas na fase 2), porosidade agrupada no centro do cordão de solda, e como resultado da solidificação, crescimento dos grãos a partir da região da ZAC até o centro superior da solda, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 51).

Fonte: Próprio autor (2022)



Figura 51 - Solda 1 - P1800V20Q10: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 2 (P1800V15Q10), com potência de 1800 W, velocidade de 15 mm/s (aporte de 120 J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face, uma solda com aspecto normal, com largura homogênea, mas com a coloração alterada (escurecida). Na superfície oposta, onde seria a raiz da solda, observou-se falta de penetração e escurecimento da chapa. Na seção transversal, constatou-se falta de penetração e, como resultado da solidificação, crescimento dos grãos a partir da região da ZAC até o centro superior da solda, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 52).





Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 3 (P1800V10Q10), com potência de 1800 W, velocidade de 10 mm/s (aporte de 180 J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com aspecto normal, com largura homogênea e com a coloração alterada (escurecida). Na superfície oposta (raiz), observou-se o escurecimento da chapa. Na seção transversal, constatou-se penetração total, ausência de defeitos e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 53).



Figura 53 - Solda 3 - P1800V10Q10: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 4 (P2000V20Q10), com potência de 2000 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 100 J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com aspecto normal, com largura homogênea e com a coloração alterada (escurecida). Na superfície oposta, onde seria a raiz da solda, também se observou o escurecimento da chapa. Na seção transversal, constatou-se falta de penetração e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 54).

Figura 54 – Solda 4 – P2000V20Q10: seção transversal



Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 5 (P2000V20Q8), com potência de 2000 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 100 J/mm) e vazão de 8 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea e com coloração alterada (escurecida). Na superfície oposta, onde seria a raiz da solda, observou-se também o escurecimento da chapa. Na seção transversal, constatou-se falta de penetração, póros agrupados no centro do cordão, próximos a raiz e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 55).



Figura 55 - Solda 5 - P2000V20Q8: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 6 (P2000V20Q6), com potência de 2000 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 100 J/mm) e vazão de 6 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea e com coloração alterada (escurecida). Na superfície oposta, onde seria a raiz da solda, observou-se também o escurecimento da chapa. Na seção transversal, constatou-se falta de penetração, póros no centro do cordão e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 56).

Dist0: 2356.28 micrometros Dist1: 1794.19 micrometros

Figura 56 – Solda 6 – P2000V20Q6: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 7 (P2500V20Q10), com potência de 2500 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 125 J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea, com coloração alterada (escurecida) e respingos. Na raiz da solda, observou-se também o escurecimento da chapa um aspecto irregular. Na seção transversal, constatou-se concavidades na face, penetração excessiva, póros no centro do cordão e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 57).



Figura 57 - Solda 7 - P2500V20Q10: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 8 (P2500V20Q8), com potência de 2500 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 125 J/mm) e vazão de 8 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea, com coloração alterada (escurecida) e respingos. Na raiz da solda, observou-se também o escurecimento da chapa, aspecto irregular, largura não homogênea e respingos. Na seção transversal, constatou-se concavidade, penetração excessiva, poro no centro do cordão e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 58).



Figura 58 – Solda 8 – P2500V20Q8: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 9 (P2500V20Q6), com potência de 2500 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 125 J/mm) e vazão de 6 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea, com coloração alterada (escurecida) e respingos. Na raiz da solda, observou-se também o escurecimento da chapa, aspecto irregular, largura não homogênea e respingos. Na seção transversal, constatou-se concavidade na face, penetração excessiva e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 59).



Figura 59 – Solda 9 – P2500V20Q6: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 10 (P2400V20Q10), com potência de 2400 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 120J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea, com aspecto normal. Na raiz da solda, observou-se também o escurecimento da chapa, aspecto regular e largura homogênea. Na seção transversal, constatou-se concavidade na face e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 60).



Figura 60 – Solda 10 – P2400V20Q10: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 11 (P2300V20Q10), com potência de 2300 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 115 J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea, com aspecto normal. Na raiz da solda, observou-se também o escurecimento da chapa, aspecto regular, largura homogênea. Na seção transversal, constatou-se concavidade na face, penetração excessiva e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 61).



Figura 61 – Solda 11 – P2300V20Q10: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 12 (P2200V20Q10), com potência de 2200 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 110 J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea, com aspecto normal. Na raiz da solda, observou-se aspecto regular, largura homogênea e penetração total. Na seção transversal, constatou-se concavidade na face, penetração excessiva e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 62).

<complex-block>

Figura 62 – Solda 12 – P2200V20Q10: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 13 (P2100V20Q10), com potência de 2100 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 105 J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea, com aspecto normal. Na raiz da solda, observou-se aspecto regular, largura homogênea e penetração total. Na seção transversal, constatou-se penetração total, leve concavidade na face e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 63).



Figura 63 – Solda 13 – P2100V20Q10: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 14 (P2000V20Q10), com potência de 2000 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 100 J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea, com aspecto normal. Na raiz da solda, observou-se aspecto regular, coloração alterada (escurecimento), largura homogênea, penetração total e respingos. Na seção transversal, constatou-se concavidade na face, penetração total e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos grosseiros na zona fundida (Figura 64).



Figura 64 - Solda 14 - P2000V20Q10: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 15 (P1900V20Q10), com potência de 1900 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 95 J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea e concavidade. Na raiz da solda, largura homogênea e penetração total. Na seção transversal, constatou-se concavidade na face, penetração total e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos maiores na zona fundida (Figura 65).



Figura 65 – Solda 15 – P1900V20Q10: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda 16 (P1800V20Q10), com potência de 1800 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 90 J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea, com aspecto normal. Na raiz da solda, largura não homogênea falta de penetração. Na seção transversal, constatou-se falta de penetração e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos maiores na zona fundida (Figura 66).



Figura 66 - Solda 16 - P1800V20Q10: seção transversal

Na solda 17 (P3000V20Q10), com potência de 3000 W, velocidade de 20 mm/s (aporte de 150 J/mm) e vazão de 10 litros/minuto, constatou-se na região da face uma solda com largura homogênea e concavidade. Na raiz da solda, largura homogênea, penetração total, escurecimento e respingos. Na seção transversal, verifica-se penetração excessiva, concavidade na face e crescimento dos grãos a partir da região da ZAC, resultando em grãos maiores na zona fundida (Figura 67).

Fonte: Próprio autor (2022)



Figura 67 – Solda 17 – P3000V20Q10: seção transversal

Fonte: Próprio autor (2022)

A seguir são apresentadas na Tabela 7 as medições dimensionais e razão de aspecto para todas as soldas executadas na Fase 2.

Amostra	TAG amostra	Penetração [µm]	Largura [µm]	Razão de aspecto	
1	P1800V20Q10	1.430	1.850	0,77	
2	P1800V15Q10	1.792	2.471	0,73	
3	P1800V10Q10	2.409	3.205	0,75	
4	P2000V20Q10	1. <mark>973</mark>	2.454	0,80	
5	P2000V20Q8	1.786	2.392	0,75	
6	P2000V20Q6	1.794	2.356	0,76	
7	P2500V20Q10	2.607	2.641	0,99	
8	P2500V20Q8	2.644	2.910	0,91	
9	P2500V20Q6	2.537	2.782	0,91	
10	P2400V20Q10	2.445	2.347	1,04	
11	P2300V20Q10	2.444	2.473	0,99	
12	P2200V20Q10	2.584	2.4 <mark>25</mark>	1,07	
13	P2100V20Q10	2.395	2.283	1,05	
14	P2000V20Q10	2.457	2.570	0,96	
15	P1900V20Q10	2.231	2.032	1,10	
16	P1800V20Q10	2.109	2. <mark>1</mark> 92	0,96	
17	P3000V20Q10	2.400	2.039	1,18	

Tabela 7 – Medições dimensionais e razão de aspecto dos cordões de solda – Fase 2 – Equipamento de Soldagem YLS-6000.

Fonte: Próprio autor (2020)

#### Seleção das amostras

Foi selecionada primeiramente a Solda 3 (P1800V10Q10) para a execução dos ensaios mecânicos, considerando a análise visual da chapa soldada e da seção transversal das amostras. Adicionalmente foi selecionada a Solda 13 (P2100V20Q10), almejando-se também encontrar condição que apresentasse maior produtividade e menor consumo de energia.

### 5.3 Soldagem dos corpos de prova finais e ensaios mecânicos (Fase 3)

O objetivo dessa seção é apresentar e discutir os resultados para as duas condições selecionadas na Fase 2 (P1800V10Q10 e P2100V20Q10) contemplando a execução da(o): (i) soldagem dos corpos de prova finais com o equipamento YLS-6000 para os ensaios mecânicos e análise da seção transversal dos cordões; (ii) ensaio de tração, resultando-se nas curvas tensão-deformação e análise do

aspecto e condições da fratura; e (iii) ensaio de dobramento de face e de raiz e características da região tracionada.

Assim, duas chapas foram soldadas e as amostras cortadas por eletroerosão conforme item 4.9. A solda com maior potência apresentou maior escurecimento da chapa de nióbio como pode ser observado na Figura 68.

Figura 68 – Chapas soldadas nas condições finais para a realização dos ensaios mecânicos.



Fonte: Próprio autor (2022)

Ambas as soldas atingiram penetração total e apresentaram bom aspecto da seção transversal, com crescimento de grãos a partir da ZAC, resultando em grão maiores na zona fundida, sem a presença de póros.



Figura 69 – Seção transversal da solda P1800V10Q10, realizada com equipamento YLS 6000, para retirada das amostras para ensaios de tração e dobramento

Fonte: Próprio autor (2022)

Figura 70 – Seção transversal da solda P2100V20Q10, realizada com equipamento YLS 6000, para retirada das amostras para ensaios de tração e dobramento



Fonte: Próprio autor (2022)

## Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram executados em triplicata para cada condição: na chapa laminada sem solda (metal base) e em ambas as condições acima descritas (P1800V10Q10 e P2100V20Q10). Os corpos de solda de tração (subsize) tiveram comprimento útil de ensaio de 20 mm e dimensões conforme item 4.9. Devido ao tamanho das amostras, não foi possível o uso de extensômetros e as deformações foram calculadas com base nas medições com paquímetro. A tabela e os gráfico a seguir consolidam os resultados do ensaio.

Tabela 8 – Resistência a tração, limite de escoame	nto e deformação de corpos de prova (subsize):
metal base, soldas P1800V10Q10 e P2100V20Q10	(com e sem entalhe).

TAG do corpo de	Descrição	Limite de	Limite de	Resistência a	Resistência a Tração [Mpa]	Deformação	Deformação
prova		escoamento	escoamento [Mpa]	tração [Mpa]		total	total
		[Mpa]	(valor médio)	(valor máximo) (valor médio)	totai	(valor médio)	
Nb METAL BASE T1	TRAÇÃO - METAL BASE	200,0	450,3	450,3		15,0%	
Nb METAL BASE T2	TRAÇÃO - METAL BASE	225,0	208,3	448,1	448,1	14,1%	14,4%
Nb METAL BASE T3	TRAÇÃO - METAL BASE	200,0		445,8		14,1%	
P1800V10Q10-T1	TRAÇÃO SEM ENTALHE	170,0		248,2		14,1%	
P1800V10Q10-T2	TRAÇÃO SEM ENTALHE	170,0	170,0	217,8	237,4	14,9%	14,3%
P1800V10Q10-T3	TRAÇÃO SEM ENTALHE	170,0		246,2		14,0%	
P1800V10Q10-TE1	TRAÇÃO COM ENTALHE	138,5		236,9		10,2%	
P1800V10Q10-TE2	TRAÇÃO COM ENTALHE	158,5	154,5	237,4	235,9	10,3%	10,3%
P1800V10Q10-TE3	TRAÇÃO COM ENTALHE	166,4		233,6		10,6%	
P2100V20Q10-T1	TRAÇÃO SEM ENTALHE	142,0		192,8		2,3%	
P2100V20Q10-T2	TRAÇÃO SEM ENTALHE	152,0	148,7	181,3	189,4	1,6%	2,0%
P2100V20Q10-T3	TRAÇÃO SEM ENTALHE	152,0		194,1		2,3%	
P2100V20Q10-TE1	TRAÇÃO COM ENTALHE	138,4		166,8		1,3%	
P2100V20Q10-TE2	TRAÇÃO COM ENTALHE	130,0	133,6	151,4	172,1	1,2%	1,9%
P2100V20Q10-TE3	TRAÇÃO COM ENTALHE	132,4		198,2		3,2%	

Fonte: Próprio autor (2022)



Figura 71 – Ensaio de tração em corpos de prova do metal base versus solda P2100V20Q10.

Fonte: Próprio autor (2022)





Fonte: Próprio autor (2022)

O metal base apresentou limite de resistência a tração de 448,1 Mpa, na média, e comportamento dúctil. Ambas as soldas P1800V10Q10 e P2100V20Q10 promoveram considerável decréscimo da resistência à tração original da chapa laminada, reduzindo-a para 237,4 Mpa (- 47,0%) e 189,4 Mpa (-57,7%), respectivamente. A despeito desta queda, e de que usualmente a resistência da solda deve ser superior à do metal base, cita-se que a resistência a tração mínima requerida para a chapa laminada, conforme ASTM B 393 (2018), é de 125 Mpa, inferior à das soldas e chapas produzidas neste.

Na solda P1800V10Q10, a presença do entalhe promoveu pequena redução da resistência à tração máxima, que caiu 0,6%. Por outro lado, observou-se redução considerável da deformação (-27,7%). Mesmo assim, verificou-se um comportamento dúctil nas amostras com como sem o entalhe. Cita-se que o propósito inicial do entalhe era forçar o rompimento na solda, por ser um concentrador de tensões, e para caso o rompimento se desse no metal base, o que não ocorreu.



Figura 73 – Ensaio de tração em corpos de prova da solda P2100V20Q10, com e sem entalhe.

Fonte: Próprio autor (2022)

Na solda P2100V20Q10, a presença do entalhe não alterou o comportamento de fratura frágil e promoveu redução da resistência à tração de 189,4 para 172,1 MPa (-9,1%) e do limite de escoamento de 148,7 para 133,6 Mpa (-10,1%). Cita-se que o entalhe não afetou consideravelmente a deformação antes da fratura.



Figura 74 – Ensaio de tração em corpos de prova da solda P2100V20Q10, com e sem entalhe.

Fonte: Próprio autor (2022)

O rompimento por tração de todos os corpos de prova soldados se deu na junta soldada, indicando claramente que os cordões fragilizaram a chapa de nióbio. Cita-se, porém, que a fratura dos corpos de prova com e sem entalhe se deu de forma dúctil nos corpos de prova da condição P1800V10Q10 e frágil nos da condição P2100V20Q10.

Por se ter utilizada a mesma vazão de gás de proteção nas amostras soldadas (Q=10 L/min), sugere-se que a alteração do comportamento das fraturas de dúctil para frágil esteja associada ao ingresso de contaminantes pela má proteção em condições de maior velocidade e/ou potência. Como visto nas soldas

da Fase 01 (com o equipamento YLR-2000), valores de dureza foram tanto mais elevados quanto menor proteção gasosa, em especial nas soldas 7,8 e 9, sendo máximos naquela sem proteção.

# Ensaio de dobramento

O ensaio de dobramento de face e raiz foi realizado para as condições P1800V10Q10 e P2100V20Q10. Imagens do ensaio foram coletadas para análise visual da região tracionada.

Na solda P1800V10Q10 foram identificadas imperfeições decorrentes da superfície tracionada, mas não se verificou a ocorrência de trincas, indicando que o teste foi bem-sucedido e confirmando a característica dúctil da solda verificada no ensaio de tração.



Figura 75 – Ensaios de dobramento de face e raiz da solda P1800V10Q10

Fonte: Próprio autor (2022)
Na solda P2100V20Q10, duas das amostras, uma de dobramento de face e outra de raiz, fraturam completamente e de forma frágil, confirmando a baixa ductilidade no material soldado nessas condições. Nas demais, foram identificadas imperfeições decorrentes da superfície tracionada, mas não se verificou a ocorrência de trincas, indicando o teste ter sido bem-sucedido em duas das três amostras de face e de raiz.

Figura 76 – Ensaios de dobramento de face e raiz da solda P2100V20Q10



P2100V20Q10 - Dobramento de Face

Fonte: Próprio autor (2022)

No entanto, como o ensaio de dobramento visa a qualificação da soldagem, e neste caso, a solda não passou integralmente, tal condição foi descartada.

Ter-se encontrado comportamentos tão distintos para as duas condições de soldagem selecionadas, dúctil e frágil, caracteriza o quão importante é a etapa de definições dos parâmetros de soldagem de chapas de nióbio puro, reforçando-se o que se encontra na bibliografia, sobretudo visando a proteção eficaz da face e da raiz das soldas com o argônio de alta pureza.

Uma possibilidade de continuação desses estudos seria avaliar os diversos tipos de meios de proteção gasosa em chapas de nióbio.

Outro ponto a ser reforçado é que a mudança do equipamento de soldagem a laser é uma variável essencial para a qualificação de um procedimento de soldagem, o que ocorreu no presente trabalho. Isto quer dizer que as amostras, mesmo tendo os mesmos parâmetros de soldagem, podem apresentar variações significativas entre si, se realizadas em equipamentos distintos, como no caso das soldas x e y, com e sem penetração total além a presença de outros defeitos. As razões para essas variações fogem ao escopo do presente trabalho, mas devem ser consideradas.

Cita-se ainda que soldas com a mesmas condições nominais podem apresentar resultados distintos, se não for garantido a sua planicidade. Isto porque o ponto focal se desloca alterando completamente o resultado esperado. A execução de muitas soldas testes lado a lado, como as realizadas no presente trabalho, ajudam a promover deformações. Assim a fixação da chapa a ser soldada, tal como a sua planicidade inicial são de extrema importância.

## 6 CONCLUSÕES

Considerando os objetivos propostos para a realização desse trabalho de dissertação, assim como as condições de produção de amostras nas Fase 01 (equipamento de soldagem a laser YLR-2000) e Fase 02 (equipamento de soldagem a laser YLS-6000) e as caracterizações realizadas, pode-se concluir o que segue:

## Conclusões específicas da Fase 01: soldagem com equipamento YLR-2000

A proteção adequada da soldagem foi alcançada com vazão mínima de 8 litros/minuto. Os valores de dureza na região da solda apresentaram menor dispersão, mais próximos das durezas do metal base (chapa laminada).

As Soldas 1 (P1800V50Q8) e 2 (P2000V50Q8), que tiveram menor aporte térmico, inferiores a 40 J/mm, não apresentaram penetração total, enquanto que as Soldas 4 (P2000V30Q8), 5 (P2000V20Q8), 6 (P2000V20Q10), 7 (P2000V20Q6); 8 (P2000V20Q4); 9 (P2000V20Q0); 10 (P1900V20Q8); 11 (P1800V20Q8); 12 (P1700V20Q8) e 13 (P1600V20Q8) obtiveram penetração total.

As Soldas 11 (P1800V20Q8), 12 (P1700V20Q8) e 13 (P1600V20Q8) foram as que apresentaram melhor aspecto visual, na face e raiz, pela seção transversal. Apresentaram penetração total e não tiveram sangria. Nota-se que os cordões de solda sem penetração excessiva apresentaram menor dispersão dos valores de dureza o que pode ser um indicativo da qualidade dessas soldas.

Elevados níveis de dureza (acima de 130 HV) foram registrados nas soldas 7 (P2000V20Q6), 8 (P2000V20Q4) e 9 (P2000V20Q0), sendo tanto maior a dureza quanto menor a vazão do gás e máxima na solda sem proteção. Assim como também foram maiores próximos da face do cordão. Isto ressalta a importância de se manter a proteção adequada da solda com argônio, mitigando-se o ingresso de contaminantes (pela face ou raiz) e a sua consequente fragilização.

## Conclusões específicas da Fase 02: soldagem com equipamento YLR-6000

A proteção adequada da soldagem foi alcançada com vazão mínima de 10 litros/minuto, condição na qual foi observada a menor presença de defeitos.

As Soldas 1 (P1800V20Q10), 2 (P1800V15Q10), 4 (P2000V20Q8), 5 (P2000V20Q6) e 16 (P1800V20Q10) não apresentaram penetração total.

As Soldas 3 (P1800V10Q10) e 13 (P2100V20Q10) foram as que apresentaram melhor aspecto visual, na face e raiz, pela seção transversal. Apresentaram penetração total e não tiveram sangria. Em ambas as condições, porém, se verificou queda expressiva da resistência a tração, limite de escoamento e ductilidade, sendo a queda maior para a solda P2100V20Q10. Ambas as condições tiveram os cordões de solda rompidos na região da solda no ensaio de tração.

A solda P2100V20Q10, com velocidade de soldagem 20 mm/s, resultou em maior fragilização do material, alterando fortemente a sua ductilidade e rompeu por fratura frágil nos ensaios de tração e em duas amostras de dobramentos, de face e raiz, respectivamente.

A solda P1800V10Q10, com velocidade de soldagem de 10mm/s, manteve as características de ductilidade apesar da expressiva queda verificada em relação ao metal base. Cita-se que os ensaios de dobramento de face e raiz foram bemsucedidos, sendo registrado para os ensaios de tração um comportamento dúctil das fraturas.

Por fim, cabe destacar que os valores do limite de escoamento e do limite de resistência a tração dos cordões finais analisados foram superiores ao definido para a chapa laminada de nióbio puro segundo a norma ASTM B 393 (2018).

## REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM B391-18:** standard specification for niobium and niobium alloy ingot. 2018. Disponível em: https://www.astm.org/b0391-18.html. Acesso em: 1 out. 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM B392-18:** standard specification for niobium and niobium wire. 2018. Disponível em: https://www.astm.org/b0392-18.html. Acesso em: 1 out. 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM B393-18:** standard specification for niobium and niobium alloy strip, sheet, and plate. 2018. Disponível em: https://www.astm.org/b0393-18.html. Acesso em: 1 out. 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM B394-18:** standard specification for niobium and niobium alloy seamless and welded tubes. 2020. Disponível em: https://www.astm.org/b0394-18.html. Acesso em: 1 out. 2019.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E407-07(2015)e1: standard practice for microetching metals and alloys. 2015**. Disponível em: https://www.astm.org/e0407-07r15e01.html. Acesso em: 20 out. 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E112-13:** standard test methods for determining average grain size. 2021. Disponível em: https://www.astm.org/e0112-13r21.html. Acesso em: 25 nov. 2021.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E384-17: Standard Test Method for microindentation hardness of materials**. 2017. . Disponível em: https://www.astm.org/e0384-17.html. Acesso em: 15 jan. 2021.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E190-21: Standard Test Methods for Guided Bend Test for ductility of Welds, 2021**. Disponível em: https://www.astm.org/e0190-21.html. Acesso em: 25 nov. 2021.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E290-14: Standard Test Methods for Bending Testing of Materials for Ductility**. 2014. Disponível em: https://www.astm.org/e0290-14.html. Acesso em: 25 nov. 2021.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E2626-08: Standard Guide for Spectrometric Analysis of Reactive e Refractory Metals**. 2008. Disponível em: https://www.astm.org/e2626-08.html. Acesso em: 20 out. 2020.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E8/E8M-16: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials**. Disponível em: https://www.astm.org/e0008\_e0008m-16.html. Acesso em: 20 out. 2020. AMERICAN WELDING SOCIETY – AWS. Materials and Applications, Part 2. Welding Handbook. 9. ed. v. 5. 2015.

BADGUJAR, B.P. et al. **An Investigation of Electron Beam Welding of Nb-1Zr-0.1C Alloy: Process Parameters and Microstructural Analysis**. Journal of Manufacturing Processes, n.28, p.326-335, 2017.

BOFFO, C. Eddy Current Scaning of Niobium for SRF Cavities at Farmilab. IEEE Transaction on Applied Superconductivity, v.17, n.2, 2017.

DEMYANOV, S. E.; KANIUKOV, E.Y. **Superconducting Properties of Ultra-Pure Niobium Welded Joints.** Low Temp. Phys., v. 41, n.522, 2015.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE PRODUÇÃO MINERAL. **Sumário Mineral 2016**. Distrito Federal. 2016. Disponível em: http://www.anm.gov.br/dnpm/publicacoes/serie-estatisticas-e-economiamineral/sumario-mineral. Acesso em: 17 maio.2019.

GOLDBERG, D.C.; DICKER, G.; WORCESTER, S.A. **Niobium and Niobium Alloys in Nuclear Power.** Nuclear Engineering and Design, n.22, p.95-123, 1972.

GONNELA, D.; KAUFMAN, J.; LIEPE, M. Impact of Nitrogen Doping on Niobium Superconducting Cavities on the Sensitivity of Surface Resistance to Trapped Magnectic Flux. Journal of Applied Physics, n.119, fev. 2016.

KANNATEY-ASIBU, E. **Principles of Laser Materials Processing.** Hoboken; New Jersey: John Wiley & Sons Inc., 2009.

ION, J.; Laser processing of engineering materials: principles, procedure and industrial application. [*S. l.*]: Elsevier, 2005.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 6507-1: Metallic Materials – Vickers Hardness Test, Part 1 – Test Method**. 2018

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO 857-1: Welding and Allied Processes - Vocabulary - Part 1: Metal Welding Processes. 2005.

MARQUES. P. V.; MONDENESI, P. J.; BRACARENSE, A.Q. **Soldagem: Fundamentos e Tecnologia**. 2. ed. Belo Horizonte: UFMG, 2007.

MODENESI, P. J.; MARQUES, P.; SANTOS, D. Introdução à metalurgia da soldagem. p. 1-21. Belo Horizonte, 2012. Disponível em: http://demet.eng.ufmg.br/wp-content/uploads/2012/10/metalurgia.pdf. Acesso em: 15 jul. 2021.

SEMMEL, J.W.Jr. **Refractory metal in space electric power conversion systems**. Symposium on the Methallurgy and Technology of Refractoty Metals, Washington D.C, Plenum Press, 1968. SINGER, W. **Diagnostic of Defecta in high purity niobium.** In: WORKSHOP, 8., Albano Terme, Italy, 1997. Proceedings of the RF Superconductivity.

VAN ECHO, J. A; BARTLETT, E. S. Creep of columbium alloys. DMIC Memo **170. Battele Memorial Institute**. 24 jun.1963.

WAINER, E.; BRANDI, S.D.; MELLO, F. D. H. **Processos e metalurgia**. São Paulo: Ed. Bhecher, 1992. ISSN 978-85-212-0238-7.

WEB PLOT DIGITIZER. **Web based tool to extract data from plots, images, and maps**. Version 4.5. 15 ago. 2021. Disponível em: https://automeris.io/WebPlotDigitizer/. Acesso em: 20 ago.2021.

WEINGARTEN, W. **Superconducting cavities. CERN**. Geneva. Switzerland. 1996. Disponível em: cds.cern.ch/record/308015/filer/p167.pdf. Acesso em: 19 jun. 2019.

WILCOX, B.A. **Basic strengthening mechanisms in refractory metals**. Refractory Metals Symposium, Washington D.C., v.1, n.69, p.1-40, 1968.