



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS**

KAMILLA GILÓ SANTIAGO

**EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE SOLDAS PRODUZIDAS COM A MISTURA
DAS LIGAS AWS ERNiCrMo-3 E AWS ERNiCrMo-4 SUBMETIDAS À
TRATAMENTOS TÉRMICOS DE ENVELHECIMENTO**

FORTALEZA

2018

KAMILLA GILÓ SANTIAGO

EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE SOLDAS PRODUZIDAS COM A MISTURA
DAS LIGAS AWS ERNiCrMo-3 E AWS ERNiCrMo-4 SUBMETIDAS À TRATAMENTOS
TÉRMICOS DE ENVELHECIMENTO

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Doutora em Engenharia e Ciência de Materiais. Área de concentração: Propriedades físicas e mecânicas dos materiais.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Ferreira Motta.
Coorientador: Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva.

FORTALEZA

2018

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca Universitária

Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

- S226e Santiago, Kamilla Giló.
Evolução microestrutural de soldas produzidas com a mistura das ligas AWS ERNiCrMo-3 e AWS ERNiCrMo-4 submetidas à tratamentos térmicos de envelhecimento / Kamilla Giló Santiago. – 2018.
278 f. : il. color.
- Tese (doutorado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza, 2018.
Orientação: Prof. Dr. Marcelo Ferreira Motta.
Coorientação: Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva.
1. Duplo arame. 2. Envelhecimento. 3. Superligas de níquel. I. Título.

CDD 620.11

KAMILLA GILÓ SANTIAGO

EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE SOLDAS PRODUZIDAS COM A MISTURA
DAS LIGAS AWS ERNiCrMo-3 E AWS ERNiCrMo-4 SUBMETIDAS À TRATAMENTOS
TÉRMICOS DE ENVELHECIMENTO

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Doutora em Engenharia e Ciência de Materiais. Área de concentração: Propriedades físicas e mecânicas dos materiais.

Aprovada em: 17 /12 /2018.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Marcelo Ferreira Motta (Orientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva (Coorientador)
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu
Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Conrado R. M. Afonso (UFSCAR)
Universidade Federal de São Carlos

Prof. Dr. Luiz Henrique de Almeida (UFRJ)
Universidade Federal do Rio de Janeiro

À Santíssima Trindade, ao Imaculado Coração de Maria.

Aos meus pais Magna e Arnaldo.

Aos meus irmãos Arthur e Darlan.

Ao meu namorado Aloyzio.

AGRADECIMENTOS

À Deus, por manifestar de forma extraordinária o seu amor em minha vida, por meio do Espírito Santo e de minha mãe Maria Santíssima, me atingindo todos os dias com sua infinita misericórdia.

Aos meus pais Magna e Arnaldo, por todo amor e dedicado à nossa família e pelo testemunho de lutar pela maior graça, que é a de está na amizade com Deus.

Aos meus amados irmãos Arthur e Darlan, meus fiéis parceiros de vida, com quem divido minhas lutas, meus sonhos e minhas conquistas.

À minha família, em especial as minhas avós Maria Gomes Santiago e Francisca Ferreira Giló, pelos exemplos de perseverança e resiliência, principalmente nos difíceis momentos da vida.

Ao meu namorado Aloyzio Freitas da Cunha pela paciência e alegria compartilhada, principalmente nos momentos mais árduos desse trabalho.

Ao meu orientador professor Marcelo Ferreira Motta e ao meu coorientador Cleiton Carvalho Silva, pela confiança depositada na escolha do tema de estudo, pela generosidade em compartilhar tantos conhecimentos na construção desse trabalho e pelo incentivo contagiante para a finalização da tese.

A todos os amigos de graduação e pós-graduação, em especial, Carolinny Gomes, Rafaella Silva, Julianne Ribeiro e Marcela Rocha pela amizade e incentivo no desenvolvimento desse trabalho.

À toda equipe do LPTS – Laboratório de Pesquisa e Tecnologia em Soldagem da UFC, em especial aos participantes do Projeto Duplo Arame.

À Central Analítica-UFC/CT-INFRA/MCTI-SISNANO/Pró-Equipamentos CAPES pela disponibilização do MEV.

À Universidade Federal do São Carlos, na pessoa do professor Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso e à Universitat Politècnica de València na pessoa do Prof. Dr. Vicente Amigó Borrás pela colaboração nas análises de MET.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001 e da FUNCAP – Fundação Cearense de apoio ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico.

“Assim como foi a nossa confiança, do mesmo modo serão as graças de Deus. Uma grande confiança merece grandes coisas.”

Santo Afonso Maria de Ligório

RESUMO

O processo MIG/MAG com configuração duplo arame é destacado pela literatura pela sua alta produtividade que é atribuída às suas elevadas taxas de deposição em altas velocidades de soldagem. A utilização da configuração de potenciais isolados nesse processo expande o horizonte de aplicação do MIG/MAG-DA, em virtude de permitir a regulação de parâmetros específicos em cada um dos eletrodos, tornando possível a produção de metais de solda com composições químicas específicas a partir da deposição de materiais distintos e em diferentes proporções. Desse modo, o processo MIG/MAG-DA foi utilizado para a produção de ligas *in-situ* com 03 composições químicas distintas por meio da deposição simultânea das superligas de níquel Inconel 625 (AWS ERNiCrMo-3) e Hastelloy C-276 (AWS ERNiCrMo-4), com as respectivas proporções: 50% Inconel 625 + 50% Hastelloy C-276 (liga *in-situ* A), 35% Inconel 625 + 65% Hastelloy C-276 (liga *in-situ* B) e 65% Inconel 625 + 35% Hastelloy C-276 (liga *in-situ* C), com o objetivo de investigar a influência das respectivas composições químicas nas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão de cada uma das respectivas ligas. As soldagens dos revestimentos foram realizadas com a fonte operando no modo corrente constante pulsada e com defasagem entre os pulsos de corrente, os eletrodos posicionados um atrás do outro, onde o arame de maior velocidade de alimentação vinha a frente. Após a soldagem essas ligas *in-situ* foram envelhecidos em duas condições de temperaturas: 650°C e 950°C durante 10h, 50h, 100h e 200h. A caracterização microestrutural foi realizada por meio de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), e dispersão de energia de raios-X (EDS). A avaliação das propriedades mecânicas foi realizada quanto à tenacidade e a dureza das misturas deu-se, respectivamente, de acordo com as normas ASTM E23 (ensaios de impacto Charpy com entalhe em V) e ASTM E384 (microdureza Vickers) e a resistência a corrosão avaliada pelo ensaio por imersão seguindo a norma ASTM G48. A microestrutura dessas ligas *in-situ* foi constituída por uma matriz γ com fases secundárias ricas em Mo, W e Nb e estruturas complexas constituídas por núcleos de (TiNb)N envolvidos por NbC. Após o envelhecimento à 650°C identificou-se a precipitação da fase γ'' em diferentes intensidades nas respectivas ligas *in-situ*, além da precipitação ao longo dos contornos de grãos. Pelos resultados de MET foi possível identificar a precipitação de uma fase do tipo $M_{23}C_6$ rica em Mo nos contornos de grãos da liga *in-situ* A. Com relação envelhecimento à 950°C, a liga *in-situ* B destacou-se pela alta intensidade de precipitação de fases secundárias de maiores dimensões nos contornos de grãos, diferente da liga *in-situ* C que apresentou uma precipitação fina e discreta. Em geral, a microdureza das ligas *in-situ* aumentou com o tempo de envelhecimento na temperatura de

650°C devido à fase γ' . As ligas *in-situ* A e C se mostraram mais tenaz e mais resistentes a corrosão que a liga *in-situ* B, mesmo após o envelhecimento.

Palavras-chave: Superligas de níquel, Envelhecimento, Duplo arame.

ABSTRACT

Tandem GMAW process with isolated potential configuration has been used to expand the horizon of this process, allowing the alloying *in-situ* development by welding with deposition of different materials in different proportions. From this feature, thicker coatings were carried out by T-GMAW with simultaneous deposition of AWS ERNiCrMo-3 (Inconel 625) and AWS ERNiCrMo-4 (Hastelloy C276) nickel-based alloys in order to obtain alloys manufacture *in-situ* with distinct chemical compositions which, in turn, could have mechanical strength properties and corrosion performance. The welds were performed with the use of out-of-phase current pulse, the electrodes positioned one behind the other, where the wire with the highest feed speed came forward. This step provided the *in-situ* manufacture of three kinds of alloys named Alloys *in-situ* A, B and C, with the proportions of 50% AWS ERNiCrMo-3 plus 50% AWS ERNiCrMo-4, 35% AWS ERNiCrMo-3 plus 65% AWS ERNiCrMo-4 and 65% AWS ERNiCrMo-3 plus 35% AWS ERNiCrMo-4. In sequence, these *in-situ* alloys were aged under two temperature conditions: 650°C and 950°C for 10h, 50h, 100h and 200h. The microstructural characterization was performed using light microscopy (LM), scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM) and X-ray energy dispersive spectroscopy (EDS). The impact toughness and hardness of the alloys *in-situ* were evaluated according to ASTM E23 standards (Charpy V-notched impact tests) and ASTM E384 (Vickers microhardness). The corrosion resistance was evaluated by immersion test according to ASTM G48. The microstructure of the alloys manufacture *in-situ* consisted of a γ -fcc matrix with secondary phases rich in Mo, W and Nb. In addition, complex structures constituted by core of (TiNb)N and a shell of NbC were also found. After aging at 650°C the precipitation of γ'' phase was found into the γ -fcc matrix, displaying different intensities according the kind of *in-situ* alloy. In addition, precipitation along grain boundaries were observed. TEM results shown that in *in-situ* alloy A a Mo-rich $M_{23}C_6$ carbide particle was identified at the grain boundary. Concerning the aging at 950°C, the *in-situ* alloy B stood out due to the high intensity of precipitation of larger secondary phases at the grain boundaries, in contrast with the *in-situ* alloy C that showed a thin and discrete precipitation. In general, the microhardness of the alloys increased with the aging time to 650°C due to the γ'' phase. Alloys *in-situ* A and C showed greater impact toughness and resistance to corrosion than alloy B, even after aging.

Keywords: Nickel superalloy, aging, Tandem GMAW

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Imagem de MEV da microestrutura da liga 625 envelhecida durante a) 100h à 650°C e b) durante 100h à 800°C.	31
Figura 2 – Imagem de MET de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ observados na liga de níquel 600 nas condições a) como recebida e b), c) e d) tratadas termicamente.	32
Figura 3 – Imagem de MET da fase μ de morfologia agulhada precipitada em superliga de níquel com adição de tungstênio tratada termicamente.	33
Figura 4 – Imagem de MET em campo claro evidenciando a a) precipitação da fase P e b) padrão de difração indexado caracterizado como fase P presente no metal de solda da liga Hastelloy C276.	34
Figura 5 – Imagem de MEV no modo SE das morfologias encontradas nos revestimentos da liga Inconel 625.	35
Figura 6 – Imagem de MEV da microestrutura dendrítica e indicação da análise de EDS da liga Hastelloy C-276. b) Perfil de composição química ao longo dos braços de dendritas.	37
Figura 7 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura bruta de solidificação de um revestimento dissimilar entra a liga Hastelloy C276 e um substrato de aço C-Mn.....	37
Figura 8 – Imagem de MEV no modo SE das microestruturas de revestimento soldados com AWS ERNiCrMo-3 e AWS ERNiCrMo-4 a)Precipitado rico e Nióbio e Molibdênio b)Precipitado rico em Tungstênio e Molibdênio.....	38
Figura 9 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura da zona fundida da liga AWS ERNiCrMo-3 tratada a 650 °C.	39
Figura 10 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura da zona fundida da liga AWS ERNiCrMo-3 tratada a 950 °C.	39
Figura 11 – Imagem de MEV no modo SE de precipitados de diferentes morfologias na amostra de soldas da liga Inconel 686 tratada à 950 °C por 100 horas.	40
Figura 12 – Desenho esquemático do posicionamento dos eletrodos no processo MIG/MAG- DA a) Um atrás do outro e b) Lada a lado.....	51
Figura 13 – Desenho do fluxograma das Etapas e subetapas do trabalho.....	53
Figura 14 – Imagem da bancada utilizada para a soldagem dos revestimentos.	55
Figura 15 – Imagem da serra de fita empregada no corte dos Revestimentos	55
Figura 16- Fresadora utilizada na retirada do metal de base	56
Figura 17 – Forno utilizado nos tratamentos térmicos	56

Figura 18 – Equipamento para usinagem por eletroerosão a fio	57
Figura 19 – Microscópio ótico	57
Figura 20 – Microscópio eletrônico de varredura	58
Figura 21 – Máquina de impacto para ensaio Charpy.	58
Figura 22 – Microdurômetro automático.	59
Figura 23 – a) Disposição dos eletrodos b) Exemplo de ângulo de ataque	60
Figura 24 – Esquema de sinal de defasagem entre as correntes.	61
Figura 25 – Esquema de corte dos revestimentos para tratamentos térmicos	62
Figura 26 – Organização das amostras para etapa de envelhecimento.	64
Figura 27 – Esquema de cortes das amostras para os ensaios	64
Figura 28 – Desenho para a retirada dos corpos de prova para o ensaio de impacto Charpy	65
Figura 29 – Esquema de cortes de corpos de prova para ensaios de corrosão por imersão	67
Figura 30 – Oscilograma com sinais de tensão e corrente da soldagem da condição Im ₂ SD (b) Ampliação do sinal indicando a ocorrência de curto circuito. ..	73
Figura 31 – Ilustração do efeito dos arcos quando as correntes pulsam em fase.	74
Figura 32 – Desenho esquemático da deflexão dos arcos nas soldagens sem defasagem no momento em que os tempos de pulsos de corrente ocorrem simultaneamente.	75
Figura 33 – Cordões soldados sem defasagem entre os pulsos.	76
Figura 34 – Oscilograma com sinais de tensão e corrente da soldagem da condição Im ₂ CD (b) Ampliação do sinal sem ocorrência de curto circuito.	77
Figura 35 – Ilustração do efeito dos arcos quando as correntes pulsam em fase.	77
Figura 36 – Desenho esquemático da deflexão dos arcos nas soldagens com defasagem no momento de pulso da corrente do eletrodo 1.	78
Figura 37 – Cordões soldados com defasagem entre as correntes.	79
Figura 38 – Revestimento A (50% AWS ERNiCrMo-3 e 50% AWS ERNiCrMo-4) a) Revestimento acabado com 04 camadas b) Fase intermediária soldagem 2ª camada.	80
Figura 39 – Seção transversal do revestimento A.	81
Figura 40 – Segundo Revestimento A (50% AWS ERNiCrMo -3 e 50% AWS ERNiCrMo-4) a) Revestimento acabado com 04 camadas b) Fase intermediária soldagem 2ª camada.	81

Figura 41 – Revestimento B (65% AWS ERNiCrMo-4 e 35% AWS ERNiCrMo-3) a) a) Revestimento acabado com 05 camadas b) Fase intermediária.	82
Figura 42 – Revestimento C (65% AWS ERNiCrMo-3 e 35% AWS ERNiCrMo-4) a) Revestimento acabado com 05 camadas b) Detalhe da altura do revestimento.	84
Figura 43 – Macrografias apresentando a heterogeneidade em diferente temperaturas e tempos de envelhecimento	86
Figura 44 – Imagem obtida por MEV no modo SE e composição química obtida por EDS das regiões heterogêneas da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650 C por 100h.....	87
Figura 45 – Imagem obtida por MEV no modo SE e composição química obtida por EDS das regiões heterogêneas da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650 C por 100h.....	88
Figura 46 – Imagem obtida por MEV no modo SE e composição química obtida por EDS das regiões heterogêneas da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650 C por 100h.....	89
Figura 47 – Simulação de gráfico de Scheil para as ligas Hastelloy C276 e Inconel 625	91
Figura 48 – Simulação de gráfico de Scheil para: a) liga A (50% Hastelloy C 276 + 50% Inconel 625) b) liga B (65% Hastelloy C 276 + 35% Inconel 625). e c) liga C (65% Inconel 625 + 35% Hastelloy C 276).....	93
Figura 49 – Faixa de solidificação das ligas de trabalho, onde: T ₀ – temperatura inicial de solidificação e T _f – temperatura final de solidificação.	95
Figura 50 – Variação da densidade das ligas em função da temperatura	96
Figura 51 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura resultante no metal de solda da liga <i>in-situ</i> B.....	98
Figura 52 – Imagem de MEV no modo SE da região dendrítica e interdendrítica do metal de solda da liga <i>in-situ</i> A.....	99
Figura 53 – Imagem de MEV no modo SE e perfil de composição química das regiões dendríticas e interdendríticas da liga <i>in-situ</i> A.....	100
Figura 54 – Coeficiente de segregação para as regiões de macrosegregação das ligas <i>in-situ</i> A, B e C na condição como soldado. Onde: A _C , B _C e C _C correspondem as regiões de misturas das ligas e A _h , B _h e C _h correspondem as regiões de maior participação da liga Hastelloy C-276,.....	101

Figura 55 – Imagem de MEV no modo SE e análise de EDS das fases secundárias formadas na liga <i>in-situ</i> A envelhecida durante 10h à 650°C.....	106
Figura 56 – Simulação da solidificação do precipitado da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650°C por 10h.	110
Figura 57 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura liga <i>in-situ</i> A tratada à 650°C durante 10h. As análises de EDS dos pontos b) e c) referem-se as regiões de centro de dendrita e os pontos d) e e) regiões interdendríticas.	118
Figura 58 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura liga <i>in-situ</i> A tratada à 650°C durante 50h. As análises de EDS dos pontos b) e c) referem-se as regiões de centro de dendrita e os pontos d) e e) regiões interdendríticas.	119
Figura 59 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura liga <i>in-situ</i> A tratada à 650°C durante 100h. As análises de EDS dos pontos b) e c) referem-se as regiões de centro de dendrita e os pontos d) e e) regiões interdendríticas.	120
Figura 60 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura liga <i>in-situ</i> A tratada à 650°C durante 200h. As análises de EDS dos pontos b) e c) referem-se as regiões de centro de dendrita e os pontos d) e e) regiões interdendríticas.	121
Figura 61 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650°C por 200h.	125
Figura 62 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe da precipitação interdendrítica na liga <i>in-situ</i> A envelhecida à temperatura de 650°C por 200h.	126
Figura 63 – Imagem de MEV no modo SE de fase secundárias interdendrítica da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 950°C por 200h.....	127
Figura 64 – Imagens de MEV no modo SE da precipitação encontrada nos contornos de grãos e próximo aos contornos <i>in-situ</i> na liga A envelhecida à 650°C por 200h.....	129
Figura 65 – Imagem de TEM em a) campo claro (BF), b) campo escuro (DF) mostrando precipitados nanométricos dispersos na matriz que atuam no sentido de bloquear linhas de discordâncias. O respectivo c) padrão de difração de área selecionada (SAD) da matriz mais γ''	131
Figura 66 – Diagrama de TTT para fases γ'' e δ para liga Inconel 625.....	132

Figura 67 – Imagem de MEV no modo SE de precipitação com morfologia cúbica identificada na microestrutura da liga <i>in situ</i> A envelhecida na temperatura de 650°C por 200h.....	133
Figura 68 – Imagem TEM em campo claro (BF) evidenciando precipitados cúbicos complexos com núcleo de Mg e TiN e respectivos mapas de EDS dos elementos a)Ni b)Cr c)O d)Fe e)Mo f)Si g)Mn h)W i)C j)Mg k)Ti l)Nb.	134
Figura 69 – Imagem de MEV no modo SE das precipitações nos contornos de grãos formadas na liga <i>in-situ</i> A envelhecida na temperatura de 650°C por 200h.	137
Figura 70 – a) Imagem de TEM em campo claro (BF) mostrando precipitados no contorno de grão da fase Ni-fcc respectivos padrões de difração (SAD) mostrando b) carboneto com a matriz de Ni-fcc e precipitados γ'' , e c) apenas o carboneto.	138
Figura 71 – Imagem de STEM em campo claro (BF) mostrando precipitados no contorno de grão da fase Ni-fcc e respectivos mapas de EDS dos elementos: b) Ni-K, c) Cr-K, d) Fe-K, e) Mo-K, f) W-L.	140
Figura 72 – Imagem de MEV no modo SE da evolução microestrutural da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à temperatura de 950°C por a)10h b)50h c)100h e d)200h.	142
Figura 73 – Imagem de MEV no modo SE com detalhe de precipitado rico em Mo e W da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à temperatura de 950°C por 100h.....	144
Figura 74 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à temperatura de 950°C por 200h com precipitados agulhados, em blocos e nos contornos de grãos.	146
Figura 75 – Imagem de MEV no modo SE dos precipitados interdendríticos disformes com contrastes distintos formados na liga <i>in-situ</i> A envelhecida durante 200h à 950°C.....	147
Figura 76 – Imagem de MEV no modo SE e análise de EDS das fases secundárias ricas em Mo, Nb e W como morfologia disforme identificadas na liga <i>in-situ</i> A envelhecida durante 200h à 950°C.....	148
Figura 77 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe de um precipitado complexo com grãos menores sendo agregados/desagrega vistos na liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 950°C por 200h.	149

Figura 78 – Microestrutura com morfologia agulhada formada na liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 950°C por 200h.	151
Figura 79 – Imagem de MEV no modo SE e análise de EDS dos precipitados agulhados observados na liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 950°C por 200h.....	152
Figura 80 – Imagem de MEV no modo SE da evolução microestrutural da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à temperatura de 650°C por. a)10h b)50h c)100h e d)200h.	154
Figura 81 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura geral da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650°C durante 200h.....	156
Figura 82 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe da precipitação fina presente na microestrutura da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650°C durante 200h.....	158
Figura 83 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe da precipitação interdendrítica na microestrutura da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650°C durante 200h.....	159
Figura 84 – Imagem de MEV no modo SE da precipitação disforme com partículas internas observadas na liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650°C.....	161
Figura 85 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe de fases intragranulares com contrastes internos distintos e precipitação cúbica da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650°C.....	163
Figura 86 – Imagem de TEM em campo claro (BF) mostrando precipitados no contorno de grão da fase Ni-fcc da liga <i>in-situ</i> B envelhecida por 200h à 650°C e respectivos padrões de difração (SAD) mostrando a) a matriz de Ni-fcc b) a matriz de Ni-fcc com o carboneto.	164
Figura 87 – Imagem de MEV no modo SE da evolução microestrutural da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à temperatura de 950°C por a)10h b)50h c)100h e d)200h.	166
Figura 88 – Imagem de MEV no modo SE da precipitação geral da liga <i>in-situ</i> B envelhecida durante à 950°C por 200h.	167
Figura 89 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe dos diferentes tipos de precipitação, composto de partículas de contrastes distintos, morfologia cúbica e de morfologia agulhada identificados na liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 950°C durante 200h.....	168
Figura 90 – Imagem de MEV seguida de análise de EDS das fases secundárias ricas em Mo, W e Nb formadas na liga <i>in-situ</i> B envelhecida à temperatura de 950°C por 200h.	169
Figura 91 – Imagem de MEV no modo SE das diferentes morfologias apresentadas nas pelas fases precipitadas na liga <i>in situ</i> B envelhecida à 950°C por 200h.	170

Figura 92 – Imagem de MEV no modo SE dos detalhes dos precipitados encontrado da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 950°C por 200h.....	171
Figura 93 – Imagem de MEV no modo SE das fases com morfologia de placas precipitadas ao longo dos contornos de grãos da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 950°C por 200h.....	172
Figura 94 – Imagem de MEV no modo SE da evolução microestrutural da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à temperatura de 650°C por a) 10h b) 50 c)100h e d)200h.	173
Figura 95 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe da precipitação no contorno de grão em forma de partícula e de filme, e de fases de maiores dimensões observada na microestrutura da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650°C durante 200h.	175
Figura 96 – (a) e (b) Imagem de MET em campo claro evidenciando a precipitação da fase γ'' e sua interação com as discordâncias presentes na estrutura do cristal da matriz γ -fcc da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650°C por 200h. (c) Imagem de alta resolução HRTEM indicando a presença de partículas. (d) Padrão de difração de área selecionada com as presenças de indexados como matriz γ -fcc com eixo de zona [100] e fase γ'' com mesmo eixo de zona [100].....	177
Figura 97 – Imagem de MEV no modo SE da fase precipitada com morfologia lamelar a próximo aos contornos de grãos na liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650°C por 200h.	178
Figura 98 – Imagem de MET em campo escuro evidenciando a a) precipitação da fase P e b) padrão de difração indexado caracterizado como fase P na liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650°C por 200h.	179
Figura 99 – Imagem de MET em campo claro evidenciando duas partículas a) e b) de precipitação da fase P e os respectivos padrões de difração indexados caracterizados como fase P na matriz γ -fcc da Liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650°C por 200h d) e e).	180
Figura 100 – Imagem de MEV no modo SE da evolução microestrutural da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à temperatura de 950°C por a) 10h b) 50 c)100h e d)200h.	182

Figura 101 – Imagem de MEV no modo SE das regiões de precipitação interdendrítica, de fase agulhada, e de precipitação fina observadas na liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 950°C por 10h.	184
Figura 102 – Imagem de MEV no modo SE dos tipos de precipitação observados na liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 950°C por 10h.....	185
Figura 103 – Imagem de MEV no modo SE da precipitação de fase agulhada na região interdendrítica da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 950°C por 10h.	186
Figura 104 – Imagem de MEV no modo SE dos precipitados com morfologia de placas entre precipitados cúbicos ou blocos observados na liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 950°C por 10h.	187
Figura 105 – Imagem de MEV no modo SE da precipitação da fase agulhada a partir de fases disformes na liga <i>in-situ</i> C envelhecida na temperatura de 950°C por 10h.....	188
Figura 106 – Mapa de composição química obtido por análise de EDS da fase disforme presente na liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 950°C por 10h.	189
Figura 107 – Imagem de MEV no modo SE da precipitação com morfologia de blocos, partículas ou cúbicas observadas na liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 950°C durante 200h.....	190
Figura 108 – Precipitados nos contornos de grão da liga <i>in situ</i> C envelhecida à 950°C por 200h.....	191
Figura 109 – Exemplo de micrografias obtidas no MEV (Liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 950°C por 10h) e sua respectiva imagem segmentadas.	193
Figura 110 – Análise de variância da fração de fase secundária da liga <i>in-situ</i> A envelhecida.	195
Figura 111 – Análise de variância da fração de fases secundárias na liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650°C.	196
Figura 112 – Análise de variância da fração de fases secundárias na liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 950°C.	198
Figura 113 – Simulação do gráfico de Transformação de fase para Liga <i>in-situ</i> A.....	200
Figura 114 – Análise de variância da fração de fase secundária da liga <i>in-situ</i> B envelhecida.	201
Figura 115 – Análise de variância da fração de fase secundária da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650°C.	202

Figura 116 – Análise de variância da fração de fase secundária da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 950°C.....	204
Figura 117 – Análise de variância da fração de fase secundária da liga <i>in-situ</i> C envelhecida.....	205
Figura 118 – Análise de variância da fração de fase secundária da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650°C.....	206
Figura 119 – Análise de variância da fração de fase secundária da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 950°C.....	207
Figura 120 – Análise de variância das medidas de microdureza da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650° e à 950°C.....	210
Figura 121 – Influência da temperatura nas medidas de microdureza da liga <i>in-situ</i> A envelhecida.....	211
Figura 122 – Análise de variância das medidas de microdureza da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650°C.....	212
Figura 123 – Análise de variância das medidas de microdureza da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 950°C.....	214
Figura 124 – Análise de variância das medidas de microdureza da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650° e à 950°C.....	216
Figura 125 – Análise de variância das medidas de microdureza da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650°C.....	217
Figura 126 – Análise de variância das medidas de microdureza da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 950°C.....	218
Figura 127 – Análise de variância das medidas de microdureza da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650° e à 950°C.....	219
Figura 128 – Análise de variância das medidas de microdureza da liga C envelhecida à 650°C.....	220
Figura 129 – Análise de variância das medidas de microdureza da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 950°C.....	221
Figura 130 – Análise de variância dos valores de energia absorvida pela liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650 °C e à 950°C.....	224
Figura 131 – Influência do tempo nos valores de energia absorvida da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650°C.....	225
Figura 132 – Fractografias de topo dos corpos de prova da liga <i>in-situ</i> A envelhecidas à 650°C após o ensaio charpy. a)10h b) 50h c) 100h d) 200h.	226

Figura 133 – Fractografias dos corpos de prova da liga <i>in-situ</i> A envelhecidos à 650°C no tempo a) 10h b) 50h c) 100h d) 200h.	228
Figura 134 – Influência do tempo nos valores de energia absorvida da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 950°C.	229
Figura 135 – Fractografias de topo dos corpos de prova da liga <i>in-situ</i> A envelhecidas à 950°C após o ensaio charpy. a)10h b) 50h c) 100h d) 200h.	231
Figura 136 – Fractografias dos corpos de prova da liga <i>in-situ</i> A envelhecidos à 950°C no tempo a) 10h b) 50h	231
Figura 137 – Análise de variância dos valores de energia absorvida pela Liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650 °C e à 950°C.	232
Figura 138 – Influência do tempo nos valores de energia absorvida da liga <i>in-situ</i> B envelhecida á 650°C.	233
Figura 139 – Fractografias de topo dos corpos de prova da liga <i>in-situ</i> B envelhecidas à 650°C após o ensaio charpy. a)10h b) 50h c) 100h d) 200h.	234
Figura 140 – Fractografias dos corpos de prova da liga <i>in-situ</i> B envelhecidos à 650°C no tempo a) 10h.....	234
Figura 141 – Influência do tempo nos valores de energia absorvida da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 950°C.	235
Figura 142 – Fractografias dos corpos de prova da liga B envelhecidos à 950°C no tempo a) 10h b) 50h c) 100h d) 200h.	237
Figura 143 – Detalhe de região com perfil distinto de deformação apresentado na liga <i>in-situ</i> B envelhecida à temperatura de 950°C por 200h.	238
Figura 144 – Mapa de composição química da região com perfil de propagação de trinca distinto da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 950°C por 200h.	239
Figura 145 – Análise de variância dos valores de energia absorvida pela liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650 °C e à 950°C.	240
Figura 146 – Influência da temperatura nos valores de energia absorvia da liga <i>in-situ</i> C envelhecida.	241
Figura 147 – Fractografias de topo dos corpos de prova da liga <i>in-situ</i> C envelhecidos à 650°C no tempo a) 10h b) 50h c) 100h d) 200h.	242
Figura 148 – Influência do tempo nos valores de energia absorvida da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650°C.	242
Figura 149 – Influência do tempo nos valores de energia absorvida da liga <i>in-situ</i> C envelhecida á 950°C.	243

Figura 150 – Fractografias dos corpos de prova da liga <i>in-situ</i> C envelhecidos à 650°C no tempo de 200h.	244
Figura 151 – Amostras da liga <i>in-situ</i> A envelhecidas à 650°C. a)10h. b)50h. c)100h e d)200h.....	248
Figura 152 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura do pite apresentado na região de centro de dendrita da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650°C durante 100h.....	250
Figura 153 – Análise de EDS na região corroída na liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 100h.	251
Figura 154 – Imagens de MEV do pite apresentado em torno dos precipitados dos contornos de grãos da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650°C durante 100h.	253
Figura 155 – Amostras da liga <i>in-situ</i> A envelhecidas à 950°C. a)10h. b)50h. c)100h e d)200h.....	254
Figura 156 – Amostras da liga <i>in-situ</i> B envelhecidas à 650°C. a)10h. b)50h. c)100h e d)200h após o ensaio de corrosão por imersão.	256
Figura 157 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura do pite apresentado em torno dos precipitados da liga B envelhecida à 650°C durante 10h.....	259
Figura 158 – Análise de EDS na região corroída na liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 10h.	260
Figura 159 – Amostras da liga <i>in-situ</i> B envelhecidas à 950°C. a)10h. b)50h. c)100h e d)200h após o ensaio de corrosão por imersão.	262
Figura 160 – Amostras da liga <i>in-situ</i> C envelhecidas à 650°C. a)10h. b)50h. c)100h e d)200h após o ensaio de corrosão por imersão.	264
Figura 161 – Amostras da liga <i>in-situ</i> C envelhecidas à 950°C. a)10h. b)50h. c)100h e d)200h após o ensaio de corrosão por imersão.	265

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição do metal de base.....	54
Tabela 2 – Composição química dos metais de adição	54
Tabela 3 – Condições de envelhecimento.	63
Tabela 4 – Parâmetros de soldagem da primeira camada do revestimento A	69
Tabela 5 – Parâmetros de soldagem para segunda, terceira e quarta camada do revestimento A.....	70
Tabela 6 – Parâmetros de soldagem sem defasagem para primeira camada do revestimento B e C.....	72
Tabela 7 – Parâmetros de soldagem com defasagem entre pulsos para revestimentos B (65% AWS ERNiCrMo-4 e 35% AWS ERNiCrMo-3).	76
Tabela 8 – Parâmetros de soldagem com defasagem entre pulsos para revestimento B (65% AWS ERNiCrMo-4 e 35% AWS ERNiCrMo-3).	79
Tabela 9 – Parâmetros de soldagem da primeira camada do revestimento C (65% AWS ERNiCrMo-4 e 35% AWS ERNiCrMo-3).....	83
Tabela 10 – Parâmetros de soldagem da 2 ^a à 5 ^a camada do revestimento C (65% AWS ERNiCrMo-4 e 35% AWS ERNiCrMo-3).....	84
Tabela 11 – Composição química das ligas (% peso)	85
Tabela 12 – Composição química das diferentes regiões da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650 C por 100h.....	87
Tabela 13 – Composição química das diferentes regiões da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650 C por 100h.....	88
Tabela 14 – Composição química das diferentes regiões da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650 C por 100h.....	89
Tabela 15 – Composição química das fases apresentadas pela liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650°C por 10h.....	107
Tabela 16 – Características atômicas do Nb, Mo e W.....	111
Tabela 17 – Análise quantitativa da composição química da liga envelhecida à 650°C	124
Tabela 18 – Análise quantitativa da composição química da liga A envelhecida à 950°C.	143
Tabela 19 – Composição química (% peso) obtida por análise de EDS nos pontos do precipitado complexo da liga <i>in situ</i> A envelhecida à 950°C por 200h. .	150
Tabela 20 – Cálculo do Mo _{equ} , Ni _{equ} e Cr _{equ} para os precipitados da fase complexa .	150

Tabela 21 – Análise quantitativa da composição química da liga <i>in situ</i> B envelhecida à 650°C.....	155
Tabela 22 – Análise quantitativa da composição química da liga <i>in situ</i> B envelhecida à 950°C.....	167
Tabela 23 – Análise quantitativa da composição química da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650°C.....	174
Tabela 24 – Análise quantitativa da composição química da liga <i>in situ</i> C envelhecida à 950°C.....	183
Tabela 25 – Composição química dos precipitados em blocos entre os precipitados agulhados presente na microestrutura da liga <i>in situ</i> C envelhecida à 950°C por 10h.....	187
Tabela 26 – Média da quantidade de fase secundária das ligas <i>in-situ</i> na condição como soldada.....	193
Tabela 27 – Valores das médias e dos desvios padrões da fração de fase precipitadas na Liga <i>in-situ</i> A.	196
Tabela 28 – Valores das médias e dos desvios padrões da fração de fase precipitadas na Liga <i>in-situ</i> B envelhecida.....	202
Tabela 29 – Valores das médias e dos desvios padrões da fração de fase precipitadas na Liga <i>in situ</i> C envelhecida.....	205
Tabela 30 – Valores das médias e dos desvios padrões das medidas de microdureza das Ligas <i>in-situ</i> A, B e C na condição como soldada.	209
Tabela 31 – Valores das médias e dos desvios padrões das medidas de microdureza da Liga <i>in-situ</i> A envelhecida.	210
Tabela 32 – Valores das médias das microdurezas das temperaturas de envelhecimento da liga <i>in situ</i> A.	211
Tabela 33 – Valores das médias e dos desvios padrões dos valores de microdureza na Liga <i>in-situ</i> B envelhecida.....	216
Tabela 34 – Valores das médias e dos desvios padrões dos valores de microdureza na Liga <i>in-situ</i> C envelhecida.....	220
Tabela 35 – Média da quantidade de energia absorvida das ligas <i>in-situ</i> A, B e C na condição como soldada.	223
Tabela 36 – Valores das médias e dos desvios padrões da energia absorvida pela Liga <i>in-situ</i> A envelhecida.....	224

Tabela 37 – Valores das médias e dos desvios padrões da energia absorvida pela Liga <i>in-situ</i> B envelhecida.	233
Tabela 38 – Valores das médias e dos desvios padrões da energia absorvida pela Liga <i>in-situ</i> C envelhecida.	241
Tabela 39 – Média das temperaturas críticas de pite atingidas pelas ligas na condição como soldada.	245
Tabela 40 – Valores de temperaturas críticas de pite da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650°C.	249
Tabela 41 – Valores de temperaturas críticas de pite da liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 950°C.	255
Tabela 42 – Valores de temperaturas de críticas de pite da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650°C.	257
Tabela 43 – Valores de temperaturas de críticas de pite da liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 950°C.	262
Tabela 44 – Valores de temperaturas de críticas de pite da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650°C.	264
Tabela 45 – Valores de temperaturas de críticas de pite da liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 950°C.	266

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
AWS	American Welding Society
DBCP	Distância bico de contato peça
EDS	Espectroscopia Por Energia Dispersiva de Raio-X
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MIG/MAG	Metal Inert Gas/ Metal Active Gas
MIG/MAG-DA	Metal Inert gas/ Metal Active Gas Double Wire
MO	Microscopia ótica
TCP	Topologically Closed Packed

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	23
2	OBJETIVOS	27
2.1	Objetivo Geral	27
2.2	Objetivos específicos	27
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	28
3.1	Superligas de Níquel	28
3.1.1	<i>Características Microestruturais</i>	29
3.1.2	<i>Caracterização microestrutural de revestimentos com ligas Inconel 625 (AWS ERNiCrMo-3)</i>	35
3.1.3	<i>Caracterização microestrutural de revestimentos com a liga Hastelloy C- 276 (AWS ERNiCrMo-4)</i>	36
3.1.4	<i>Caracterização microestrutural de revestimentos com deposição simultânea das ligas AWS ERNiCrMo-3 e AWS ERNiCrMo - 4</i>	38
3.1.5	<i>Envelhecimento em ligas de níquel AWS ERNiCrMo-3 e AWS ERNiCrMo-4</i>	38
3.2	MIG/MAG Duplo arame	42
3.2.1	<i>Modos operacionais do processo de soldagem MIG/MAG duplo arame</i>	42
3.2.2	<i>Parâmetros de Soldagem</i>	46
3.2.2.1	<i>Tipo de Gás</i>	46
3.2.2.2	<i>Modo de transferência metálica</i>	48
3.2.2.3	<i>Velocidade de alimentação</i>	48
3.2.2.4	<i>DBCP</i>	49
3.2.2.5	<i>Energia de soldagem</i>	49
3.2.2.6	<i>Velocidade de soldagem</i>	50
3.2.2.7	<i>Disposição dos eletrodos</i>	50
3.2.2.8	<i>Técnica de tecimento</i>	51
4	METODOLOGIA	53
4.1	Materiais	54
4.2	Equipamentos	54
4.3.4	<i>Ensaio mecânicos</i>	65
4.3.5	<i>Ensaio de Resistência a corrosão</i>	66

5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	68
5.1	Soldagem MIG/MAG – DA	68
<i>5.1.1</i>	<i>Soldagens de Exploração de Parâmetros</i>	<i>68</i>
<i>5.1.2</i>	<i>Soldagem dos revestimentos</i>	<i>80</i>
5.2	Caracterização Microestrutural dos Revestimentos	85
<i>5.2.1</i>	<i>Macrosegregação das ligas</i>	<i>85</i>
<i>5.2.2</i>	<i>Formação Microestrutural das ligas in-situ</i>	<i>98</i>
<i>5.2.2.1</i>	<i>Microsegregação</i>	<i>98</i>
<i>5.2.2.2</i>	<i>Precipitação e Rota de solidificação das ligas in-situ</i>	<i>104</i>
<i>5.2.3.</i>	<i>Envelhecimento</i>	<i>116</i>
<i>5.2.3.1</i>	<i>Liga in-situ A (50% Hastelloy C276 + Inconel 625) à 650°C</i>	<i>117</i>
<i>5.2.3.2</i>	<i>Liga in-situ A (50% Hastelloy C-276 + 50%Inconel 625) envelhecida à 950°C</i>	<i>142</i>
<i>5.2.3.3</i>	<i>Liga in-situ B (65% Hastelloy C276 + 35% Inconel 625) envelhecida à 650°C</i>	<i>154</i>
<i>5.2.3.4</i>	<i>Liga in-situ B (65% Hastelloy C276 + 35% Inconel 625) envelhecida à 950°C</i>	<i>165</i>
<i>5.2.3.5</i>	<i>Liga in-situ C (65% Inconel 625 + 35% Hastelloy C 276) envelhecida a 650°C</i>	<i>173</i>
<i>5.2.3.6</i>	<i>Liga in-situ C (65% Inconel 625 + 35% Hastelloy C 276) envelhecida à 950°C</i>	<i>181</i>
<i>5.2.4</i>	<i>Quantificação de fases precipitadas</i>	<i>193</i>
<i>5.2.4.1</i>	<i>Quantificação de fases secundárias na liga in-situ A</i>	<i>194</i>
<i>5.2.4.2</i>	<i>Quantificação de fases secundárias na liga in-situ B</i>	<i>200</i>
<i>5.2.4.3</i>	<i>Quantificação de fases secundárias na liga in-situ C</i>	<i>204</i>
5.3	Avaliação das Propriedades Mecânicas	208
<i>5.3.1</i>	<i>Análise de Microdureza</i>	<i>209</i>
<i>5.3.1.1</i>	<i>Ensaio de microdureza para liga in-situ A</i>	<i>209</i>
<i>5.3.1.2</i>	<i>Ensaio de microdureza para liga in-situ B</i>	<i>215</i>
<i>5.3.1.3</i>	<i>Ensaio de microdureza para liga in-situ C</i>	<i>219</i>
<i>5.3.2</i>	<i>Análise de Tenacidade</i>	<i>222</i>
<i>5.3.2.1</i>	<i>Ensaio de tenacidade liga in-situ A</i>	<i>223</i>
<i>5.3.2.2</i>	<i>Ensaio de Tenacidade Liga in-situ B</i>	<i>232</i>
<i>5.3.2.3</i>	<i>Ensaio de Tenacidade liga in-situ C</i>	<i>240</i>
5.4	Propriedade de resistência a Corrosão	245
<i>5.4.1</i>	<i>Liga in-situ A envelhecida</i>	<i>248</i>
<i>5.4.2</i>	<i>Liga in-situ B envelhecida</i>	<i>256</i>
<i>5.4.3</i>	<i>Liga in-situ C envelhecida</i>	<i>263</i>

6	CONCLUSÕES	268
	REFERÊNCIAS	271

1 INTRODUÇÃO

Conforme o plano de negócios e gestão da Petrobrás de 2018-2022 a previsão é que a produção da estatal seja elevada em quase 40% com projeção de produção de 2,9 milhões de barris de petróleo por dia no Brasil em 2022. Esse crescimento esperado é atribuído a entrada em operação de novas plataformas na região do pré-sal. (EXTRA, 2017).

Para viabilizar a exploração das extensas reservas de petróleo e gás, a Petrobrás se depara com grandes desafios relacionados às severas condições oceanográficas do polo pré-sal na Bacia de Santos, como o acesso limitado aos reservatórios que chegam a 5000 m abaixo da lâmina d'água e a criação de tecnologia capaz de suportar as altas pressões dos reservatórios e os contaminantes presentes nos fluidos produzidos.

Para descobrir essas reservas e operar com eficiência em águas ultraprofundas, a Petrobrás vem desenvolvendo tecnologia própria, atuando em parceria com fornecedores, universidades e centros de pesquisa. O LPTS – Laboratório de Pesquisa e Tecnologia em Soldagem tem desenvolvido vários trabalhos com as superligas de níquel AWS ERNiCrMo-3 (Inconel 625), AWS ERNiCrMo-4 (Hastelloy C276) e AWS ERNiCrMo-14 (Inconel 686), investigando a soldagem de revestimento dessas ligas, inicialmente com o processo TIG com alimentação à frio, em seguida com o MIG/MAG convencional e por último com MIG/MAG com configuração duplo arame (MIG/MAG –DA), em virtude dessas ligas combinarem boas propriedades mecânicas (dureza, limite de escoamento, limite de resistência à tração, tenacidade), soldabilidade e propriedades de resistência à corrosão em elevadas temperaturas e em exposição prolongada à ambientes agressivos.

É importante destacar que, embora sejam conhecidas pelas ótimas características de resistência mecânica e de corrosão, as ligas de níquel investigadas podem apresentar modificações em suas propriedades em decorrência do processo de soldagem, envelhecimento ou devido às atividades de operação/manutenção de equipamentos e estruturas.

A microestrutura de revestimentos soldados com a liga AWS ERNiCrMo- 4 (Hastelloy C276), que apresenta aproximadamente 16% Cr, 16% Mo e 4% W, é composta

por uma matriz γ e precipitados ricos em Mo e W, que podem deixar a matriz e no entorno desses precipitados empobrecidos desses elementos, os quais são fundamentais para manutenção de boas propriedades do filme passivo.

Enquanto a liga AWS ERNiCrMo-3 (Inconel 625), que apresenta 22% Cr, 9% Mo e 3,5% Nb, tem uma microestrutura formada por uma matriz γ e por precipitados com elevado teor de Nb, que podem causar problemas como trincas de solidificação e gerar impactos no seu comportamento mecânico. Além disso, o fenômeno de microsegregação pode deixar o centro de dendrita empobrecido principalmente de Mo, reduzindo a resistência à corrosão dessa região.

Por sua vez, a liga AWS ERNiCrMo-14 (Inconel 686) possui em sua composição química aproximadamente 21% Cr, 17% Mo, 4% W. O aumento dos teores dos elementos de liga, como Cr, W e Mo, em relação às duas ligas citadas, tem como principal função melhorar a resistência à corrosão dessa liga na condição como soldada.

A performance de resistência a corrosão da liga AWS ERNiCrMo-14 (Inconel 686) é bem superior aos soldados com as ligas AWS ERNiCrMo-3 (Inconel 625) e AWS ERNiCrMo-4 (Hastelloy C276), porém o fator limitante para a utilização dessa liga é que seu custo de aquisição é consideravelmente maior que o das demais ligas em questão, tornando sua utilização economicamente inviável para aplicação em estruturas e equipamentos de grandes escalas.

A grande quantidade de ligas níquel desenvolvidas deve-se ao fato de que as aplicações específicas demandam alterações em suas composições químicas. Porém, é importante destacar que o processo de fabricação destas ligas é altamente complexo, o material é fundido e solidificado em um molde, seguido de procedimentos experimentais que envolvem a fusão, tratamento líquido e limpeza, solidificação, tratamentos térmicos e processamento mecânico.

Logo, embora a diferença na composição química de algumas ligas seja sutil, como no caso das ligas AWS ERNiCrMo-4 (Hastelloy C276) e AWS ERNiCrMo-14 (Inconel 686), a grande diferença no custo de aquisição entre elas deve-se ao fato da liga AWS ERNiCrMo-4 (Hastelloy C276) ter uma demanda consideravelmente maior que a segunda. Apesar de passar por todos os processos necessários para a sua fabricação, o nível de demanda da liga AWS ERNiCrMo-4 (Hastelloy C276) possivelmente permite ao

fabricante a obter uma maior economia de escala, e comercializá-la a preços menores que a liga AWS ERNiCrMo-14 (Inconel 686).

A indústria de fabricação de diversos setores, como automobilístico, têxtil, eletro-eletrônico e construção civil tem utilizado o *postponement* como uma das metodologias para reduzir o preço de aquisição de itens com maior diferenciação e menores demandas. Nessa metodologia o produto é customizado de acordo com suas necessidades o mais próximo possível do último elo da cadeia de suprimentos, que é o cliente final.

A ideia que sustenta esse princípio é a de evitar que se remetam mercadorias antes da confirmação da ocorrência da demanda e evitar que o produto acabado tenha sua forma elaborada antes de ser confirmada pelo comprador. O *postponement* de manufatura (forma) objetiva manter os produtos em estado neutro até o último momento possível na cadeia de fornecimento, reduzindo custos, como por exemplo deslocamento e estoques de produto acabado, *set up* de equipamento.

A soldagem é o processo de fabricação mais difundido para aplicações envolvendo dutos e grandes estruturas e equipamentos. O processo MIG/MAG com configuração duplo arame é caracterizado pela sua alta taxa deposição, ainda que utilizando elevadas velocidades de soldagem, o que pode proporcionar aumento na produtividade nas operações de reparo e revestimentos.

Além disso, esse processo possui a variação de operar com potenciais isolados, ou seja, arcos independentes fornecendo uma maior flexibilidade de variação dos parâmetros de soldagem em cada eletrodo. Essa flexibilidade pode permitir a fabricação *in situ* de novas ligas com composições químicas distintas que atendam às necessidades específicas, a partir da utilização de eletrodos comercialmente disponíveis.

Desse modo, o processo MIG/MAG com configuração duplo arame operando com potenciais isolados foi utilizado como uma importante ferramenta para aplicação do *postponement* para os setores metal-mecânico, petróleo e gás, petroquímico, nuclear entre outros.

A aplicação simultânea das ligas AWS ERNiCrMo-3 (Inconel 625) e AWS ERNiCrMo-4 (Hastelloy C276) por intermédio do processo MIG/MAG com configuração duplo arame dá-se na intenção de obter com menor custo de material direto diferentes metais de solda com composições singulares e novas, intermediárias às das

ligas utilizadas como metais de solda, e como consequência, propriedades mecânicas e de resistência à corrosão específicas de acordo com a aplicação.

A necessidade da investigação das propriedades em relação às diferentes combinações de misturas nos metais de solda se dar, pela possibilidade do surgimento de novas ligas que podem apresentar desempenho distintos aos das ligas soldadas isoladas e assim, se tornarem potenciais alternativas para aplicações que atualmente sejam atendidas apenas pela liga AWS ERNiCrMo-14.

As ligas AWS ERNiCrMo-3 e AWS ER NiCrMo-4 quando submetidas à elevadas temperaturas apresentam modificações em suas respectivas microestruturas, que resultam em alterações nas suas propriedades mecânicas. Logo é necessário conhecer a estabilidade dessas novas ligas em altas temperaturas, dada a severidade das aplicações em revestimentos, estruturas e equipamentos.

As únicas pesquisas sobre a mistura desses dois metais de soldas pelo processo MIG/MAG-DA foram desenvolvidos pelo LPTS, obtendo informações sobre parâmetros de soldagem, microestrutura apresentada nos revestimentos, bem como, microdureza e desempenho de resistência à corrosão apenas na condição como soldado. Porém, muito ainda se tem a esclarecer sobre evolução microestrutural e propriedades de resistência mecânica e características de resistência à corrosão dessas ligas submetidas a condições de operação ou tratamentos térmicos.

Nesse contexto, o trabalho propõe à investigação das ligas A (50% AWS ERNiCrMo-3 + 50% AWS ERNiCrMo- 4), B (65% AWS ERNiCrMo-4 + 35% AWS ERNiCrMo- 3) e C (65% AWS ERNiCrMo-3 + 35% AWS ERNiCrMo- 4) resultantes da deposição simultânea obtida pela utilização do processo de soldagem MIG/MAG com configuração duplo arame na fabricação de ligas *in-situ*.

Bem como, estudar a evolução microestrutural de cada uma das condições de mistura submetidas à tratamento de envelhecimento em elevadas temperaturas (650°C e 950°C) durante diferentes tempos de tratamento (10h, 50h, 100h e 200h) a fim de se obter informações quanto à homogeneidade da zona fundida, aos tipos de precipitados, morfologias, local preferencial de precipitação, transformações difusionais que podem ocorrer durante os tratamentos. Além disso, destacar o uso da configuração duplo arame do processo MIG/MAG como uma alternativa na soldagem de fabricação de ligas *in-situ*.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O objetivo do trabalho é, a partir da soldagem de revestimentos com superligas de níquel Inconel 625 (AWS ERNiCrMo-3) e Hastelloy C276 (AWS ERNiCrMo-4) utilizando o processo MIG/MAG com configuração duplo arame, produzir *in situ* três ligas distintas a partir de diferentes graus de mistura dos metais de adição, caracterizar a evolução microestrutural de cada uma das ligas submetidas ao envelhecimento à alta temperatura e relacioná-las às respectivas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão.

2.2 Objetivos específicos

- Levantar parâmetros de soldagem para do processo MIG/MAG – DA para aplicação de revestimento para cada uma das condições de mistura;
- Discriminar a microestrutura obtida no metal de solda nas condições envelhecidas à 650°C e 950 °C durante os tratamentos por 10, 50, 100 e 200 horas.
- Relacionar as propriedades mecânicas, quanto a dureza e a tenacidade, com as respectivas condições de envelhecimento.
- Relacionar a resistência à corrosão apresentada pelas as ligas produzidas em *in situ* com as condições de envelhecimento a partir do ensaio de imersão.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Superligas de Níquel

As superligas são materiais normalmente baseados em sistemas nos quais o elemento majoritário pertence à família VIIA (níquel, cobalto e ferro). Essas ligas especiais são desenvolvidas para suportar elevadas temperaturas com a presença de severas tensões em suas condições habituais de trabalho, mantendo a sua alta estabilidade superficial nestas condições (SIMS *et al.*, 1987).

A família das superligas, como um todo, apresenta uma estrutura cúbica de face centrada (CFC) em pelo menos alguma faixa de temperatura, mas apenas os sistemas à base de níquel se mantêm como CFC em temperatura ambiente, o mesmo não se observa com as superligas à base de cobalto que estão na forma hexagonal compacta (HCP), e as superligas de ferro que sob temperatura ambiente estão na forma cúbica de corpo centrado (CCC) (GEDDES *et al.*, 2010).

As superligas de níquel se destacam, dentre as demais, por possuir excelente resistência mecânica, excelentes características de resistência à corrosão em uma infinidade de meios agressivos e elevada resistência ao desgaste, especialmente em condições de elevada temperatura (ASM, 1993a).

A alta resistência à corrosão é alcançada similarmente aos aços inoxidáveis, por meio da formação de um filme passivo de óxido de cromo sobre a superfície da liga, protegendo o material contra a ação do meio corrosivo. Outros elementos como Mo, Al e W também podem participar da formação da camada passivadora, contribuindo para o aumento da resistência à corrosão, especialmente corrosão localizada (LU, 2010; PIERAGGI *et al.* 2005).

Os mecanismos de aumento de resistência mecânica podem servir de classificação para as ligas. As superligas de níquel são classificadas em três tipos: endurecidas por solução sólida, endurecidas por precipitação, endurecidas por dispersão de óxido (BROOKS, 1982; SIMS, 1987; ASM, 1990).

Quando átomos da matriz do solvente são substituídos por átomos de soluto, caracteriza então um caso de solução sólida substitucional. Normalmente são elementos que apresentam um raio atômico similar ao do solvente (BROOKS, 1982; SIMS *et al.*, 1987).

As ligas Ni-Cu e Ni-Fe, são exemplos de ligas endurecidas por solução sólida, porém pode-se ter também a inclusão de outros elementos, como cromo, molibdênio e tungstênio que conferem características particulares e alteram a performance de cada liga ao serem submetidas ao processo de soldagem (DUPONT *et al.*, 2009).

Para uma matriz γ -Ni os principais elementos substitucionais são alumínio, ferro, tungstênio, titânio, cromo, cobalto e molibdênio (GEDDES *et al.*, 2010; REED-HILL, 1982; SIMS *et al.*, 1987).

O endurecimento por precipitação está relacionado com o aumento da resistência a partir de outras fases dispersas na matriz, essas bloqueiam o movimento das discordâncias. A precipitação destas fases se deve a uma supersaturação de soluto na matriz, ou seja, quando se ultrapassa a capacidade do solvente em solubilizar aquele dado elemento (BROOKS, 1982; SILVA, 2010).

As duas principais fases que promovem o endurecimento por precipitação nas superligas de níquel são os compostos intermetálicos denominados γ' -Ni₃(Al, Ti) e γ'' -Ni₃Nb (SIMS *et al.*, 1987).

O mecanismo de endurecimento por dispersão de óxidos se assemelha bastante com o endurecimento por precipitação, os óxidos, que são incoerentes com a matriz, são adicionados para bloquear o movimento das discordâncias, a partícula de óxido mais utilizada para este mecanismo de endurecimento é o Ítrio Y₂O₃ (GEDDES *et al.*, 2010).

A extensa utilização das ligas de níquel pode ser atribuída à sua capacidade de dissolver altas concentrações de elementos de liga, quando comparado com outros metais, e ainda, à sua excelente resistência à corrosão promovida pela adição de cromo (e/ou alumínio) que forma uma camada de óxido protetora Cr₂O₃ (DUPONT *et al.*, 2009).

3.1.1 Características Microestruturais

A matriz gama (γ) possui uma estrutura cristalina CFC e se apresenta contínua e homogênea, estando presente em todas as ligas de níquel. A fase gama é magnética e possui uma grande capacidade de solubilizar concentrações significativas de elementos como o ferro, cromo, molibdênio, tungstênio e cobalto em solução sólida (ASM, 1993 a).

A matriz γ – Ni permanece austenítica desde a solidificação até o zero absoluto (DUPONT *et al.*, 2009).

A fase γ' é uma precipitação do tipo A_3B , no qual A normalmente é representada por elementos eletronegativos como o níquel, cobalto e ferro, B por sua vez é constituído por elementos eletropositivos como o alumínio, titânio, nióbio e tântalo. De forma simplificada a estequiometria da fase γ' é definida como $(Ni,Co)_3(Al,Ti)$ (REED, 2006).

A fase γ' é considerada a principal responsável pelo aumento de resistência mecânica por precipitação nas ligas de níquel e é capaz de mantê-la mesmo em temperaturas elevadas (ASM, 1990).

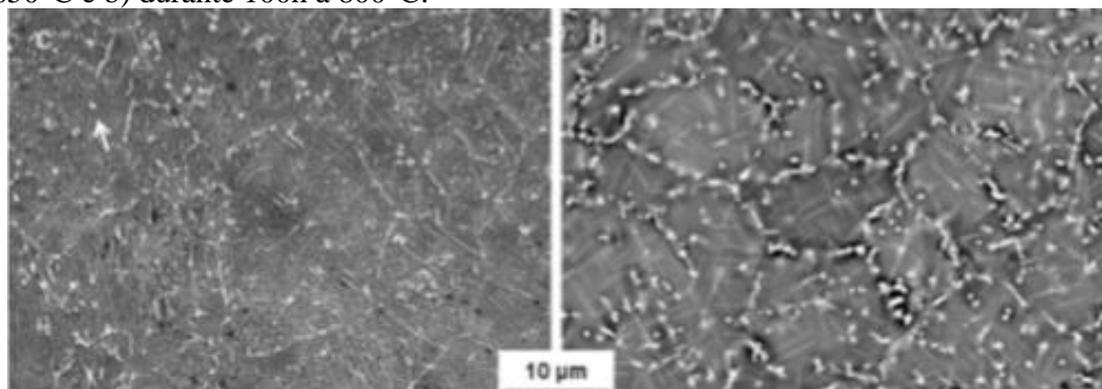
A fase γ' presente em ligas com alto teor de titânio pode se decompor e originar a fase η . Durante a solidificação, tanto Al como Ti tendem a segregar para o líquido, causando o aumento progressivo na concentração de Al e Ti no líquido no decorrer da solidificação. Assim, em concentrações suficientemente altas de Al e/ou Ti, a solidificação irá terminar com uma reação eutética envolvendo a fase γ' – Ni_3Al ou η - Ni_3Ti . A fase que irá se formar dependerá da composição da liga (DUPONT *et al.*, 2009).

A fase γ'' , também é responsável pelo aumento da resistência mecânica por precipitação nas ligas de níquel, é composta pela combinação de níquel com nióbio e possui estrutura tetragonal de corpo centrado, com fórmula Ni_3Nb . A morfologia característica desta fase é composta por discos elipsoidais muito finos (ASM, 1993b).

Quando a fase γ'' é submetida em temperaturas acima de $650^\circ C$ essa pode se decompor e gerar a fase δ , que possui a mesma composição química (Ni_3Nb), porém se diferencia quanto à sua estrutura cristalina que é ortorrômbica (DELEUME *et al.*, 2008).

Na Figura 1 a) é possível observar a precipitação agulhada intragranular da fase δ , bem como existência de partículas mais grossas γ'' em amostras envelhecidas por 100h à $700^\circ C$, enquanto que na Figura 1 b) a mostra a presença de fase δ em plaquetas com carbonetos $M_{23}C_6$ e M_6C ao longo dos contornos de grão após tratamento de 100h à $800^\circ C$ (SUAVE *et al.*, 2014).

Figura 1- Imagem de MEV da microestrutura da liga 625 envelhecida durante a) 100h à 650°C e b) durante 100h à 800°C.



Fonte: SUAVE *et al.* (2014).

Embora a fase δ seja encontrada mais frequentemente em ligas de níquel endurecidas por precipitação, como liga 718, é possível sua ocorrência em ligas endurecidas por solução sólida que contenham Nb. Thomas e Tait (1994), Shankar *et al.* (2001) e Mathew *et al.* (2004) identificaram que a liga 625 exposta em altas temperaturas, em processos de envelhecimento ou operação e altas temperaturas por longos períodos, promoveu a precipitação das fases δ e γ' .

Os carbonetos MC possuem estruturas cristalinas cúbica, aparecem de forma heterogênea e possuem pouca ou nenhuma relação de orientação com a matriz γ . Quando submetidos à tratamentos térmicos ou à longos ciclos de trabalho, tendem a decompor MC, formando outros carbonetos, como $M_{23}C_6$ e M_6C (SIMS *et al.*, 1987).

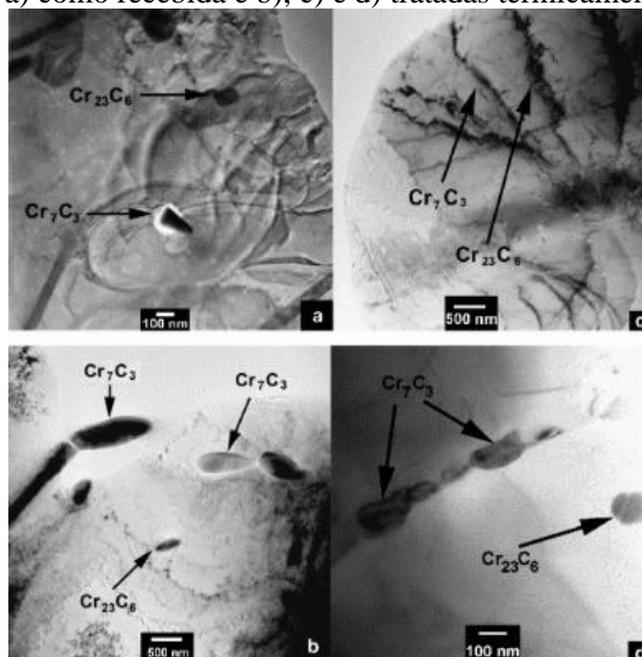
Geralmente os carbonetos se formam no final da solidificação por meio de uma reação eutética com a matriz, promovida pela forte tendência do carbono e outros elementos metálicos (notavelmente Ti e Nb) segregarem para o líquido durante a solidificação. Como resultado os carbonetos do tipo MC encontram-se geralmente distribuídos ao longo dos contornos de grão e regiões interdendríticas (DUPONT *et al.*, 2009).

Os carbonetos $M_{23}C_6$ e M_6C são geralmente ricos em Cromo e formam-se respectivamente na faixa de 760-980°C e 815-980 °C, tendem a se formar nos contornos de grãos, quando surgem em partículas discretas o $M_{23}C_6$ colabora para o aumento da resistência à fluência, enquanto que a presença do M_6C permite o melhor controle do tamanho de grão no processamento das ligas (SIMS *et al.*, 1987; ASM 1993 a).

O níquel não é um formador de carbonetos. Nas ligas de níquel, o carbono tende a reagir com outros elementos químicos para formar carbonetos, os quais podem ser benéficos ou deletérios para as propriedades das ligas. Os carbonetos mais comuns nas ligas de níquel são do tipo: MC, $M_{23}C_6$, M_7C_3 , onde M representa um ou mais elementos metálicos. (REED, 2006).

Um exemplo de efeito nocivo devido a presença de carbonetos é a corrosão intergranular, devido ao empobrecimento da matriz em torno do precipitado. Além disso, a ocorrência de propagação de trincas intergranulares, devido os carbonetos serem estruturas frágeis. A Figura 2 apresenta os carbonetos do tipo $Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3 , $Cr_{21}(MoW)_2C_6$, NbC observados no revenimento e envelhecimento da liga de níquel 600 (AGUILAR e ALBARRAN, 2007).

Figura 2 – Imagem de MET de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ observados na liga de níquel 600 nas condições a) como recebida e b), c) e d) tratadas termicamente.



Fonte: AGUILAR e ALBARRAN (2007).

Na soldagem de ligas Ni-Cr-Mo, quantidades excessivas de Ni, Cr, Mo, W e Nb na região interdendrítica, promovem a formação de diversas fases TCP, dentre elas a fase σ , μ , P e Laves (AGUIAR, 2010; SILVA, 2010).

Essas fases são compostos intermetálicos presentes nas superligas de níquel, são notadamente indesejáveis por estarem associadas com redução das propriedades mecânicas e na resistência à corrosão das ligas. São formadas por camadas compactas de

átomos alinhadas com o plano octaédrico da matriz (γ) (SIMS *et al.*, 1987; DURAND-CHARRE, 1998, DONACHIE e DONACHIE, 2002).

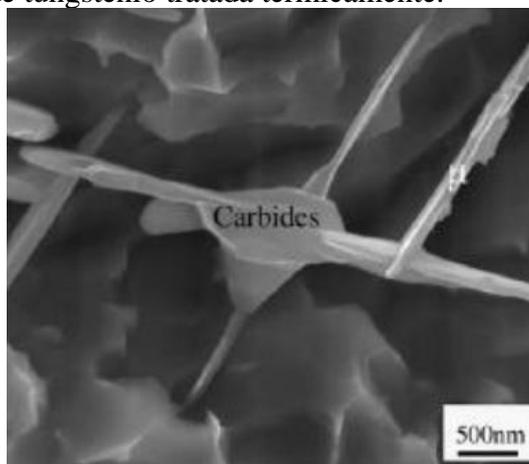
As fases TCP (do termo em inglês – *Topologically Closed Packed*) podem ser classificadas em três famílias. A primeira correspondente às fases do tipo σ . A segunda é composta pelas fases Laves e μ , e a terceira contempla fases como a P, δ e R. (DURAND-CHARRE, 1997).

A fase σ é um composto intermetálico que possui geralmente uma estrutura cristalina tetragonal e composição química bastante variada podendo ser FeCr, FeCrMo, FeCrMoNi, CrNiMo, CoCrNi. A tendência da fase σ precipitar na forma de placas ou de agulhas torna sua presença prejudicial em virtude de fragilizar o material com a possibilidade de iniciar e propagar trincas (BROOKS, 1982, DURAND-CHARRE, 1997).

A fase Laves possui estrutura hexagonal e estequiometria A_2B , onde A representa elementos como Ni, Fe, Cr e Co, enquanto que B representa Nb, Ti, Si e Mo. A presença da fase Laves na microestrutura do metal de solda é indesejável, uma vez que esta diminui a quantidade de elementos de liga na matriz e favorece a formação e propagação de trincas (DUPONT *et al.*, 2009).

A fase μ possui estrutura cristalina romboédrica e a composição química do tipo Co_7W_6 , $(FeCo)_7(MoW)_6$, $(Co, Fe, Ni)_7(Mo, W, Cr)_6$. Pode ser encontrada em diversas ligas comerciais de ferro, níquel e cobalto com a presença de elementos refratários com Nb, Ta, Mo, W. Pode apresentar morfologia globular, plaquetas ou em formas agulhadas como na Figura 3 (YANG *et al.*; 2006).

Figura 3 – Imagem de MET da fase μ de morfologia agulhada precipitada em superliga de níquel com adição de tungstênio tratada termicamente.



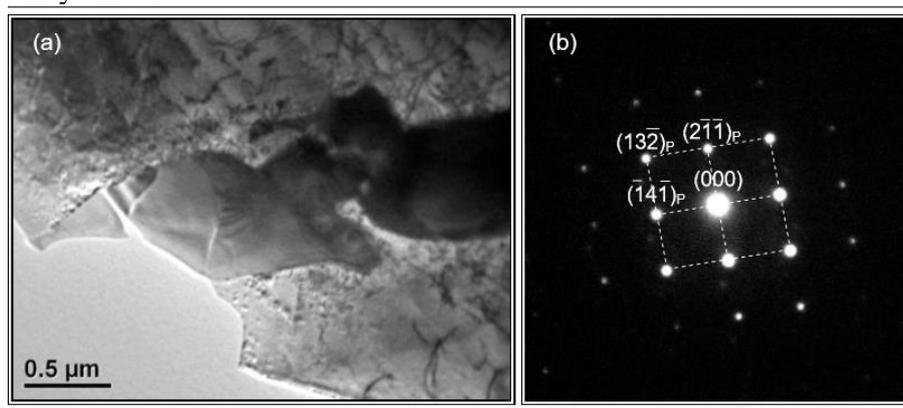
Fonte: YANG *et al.*(2006)

A fase μ é considerada prejudicial às propriedades mecânicas, pois sua formação é responsável pela redução de elementos de liga responsáveis pelo aumento da resistência mecânica da matriz por solução sólida, como W, Mo, Nb, pode possuir morfologia globular, plaquetas ou em forma de agulha (YANG *et al.*; 2006).

A fase P possui fórmula geral do tipo $\text{Cr}_9\text{Mo}_{21}\text{Ni}_{20}$ e estrutura cristalina ortorrômbica. Pode ser considerada uma variação da fase σ . A morfologia dessa fase pode ser agulhada, na forma de blocos e celular. (DURRAND – CHARRE, 1997).

A Figura 4 mostra a precipitação da fase P no metal de solda da liga Hastelloy C276 com morfologia alongada. As imperfeições observadas na imagem, semelhante aos contornos de grãos, segundo Silva (2010) pode ser um indicativo que nesse caso a fase foi formado por um único cristal.

Figura 4 – Imagem de MET em campo claro evidenciando: a) precipitação da fase P e b) padrão de difração indexado caracterizado como fase P presente no metal de solda da liga Hastelloy C276.



Fonte: Silva (2010).

Summers *et al.* (2000) ao avaliarem as propriedades da soldagem da liga C-22 pelo processo TIG, identificaram que as regiões soldadas se apresentaram 25% mais resistentes e 30 – 40% menos dúctil que o metal de base. Segundo os autores, esse resultado é atribuído a presença de fases TCP na região soldada, que funcionaram como locais de nucleação de micro-vazios durante a deformação plástica, promovendo aceleração para o início da fratura.

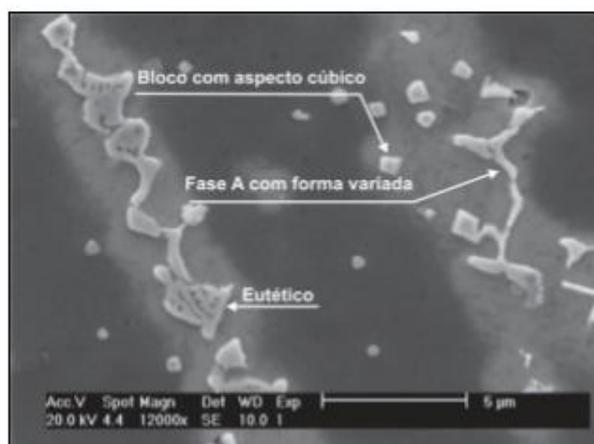
3.1.2 Caracterização microestrutural de revestimentos com ligas Inconel 625 (AWS ERNlCrMo-3)

A microestrutura do metal de solda dos revestimentos da liga Inconel 625 obtidos pelo processo MIG/MAG apresenta uma matriz γ , com a predominância do modo de solidificação colunar-dendrítico com a presença de fases secundárias precipitadas nas regiões interdendríticas (AGUIAR, 2010).

O surgimento das fases do TCP deve-se ao fato de que, durante a solidificação fora do equilíbrio, ocorre segregação local suficiente para se obter uma força motriz termodinâmica necessária para formar essas microestruturas (OGBORN *et al.*, 1995).

Aguiar (2010) identificou a precipitação de fase Laves, rica em nióbio, molibdênio, níquel, cromo, ferro e silício, e de (Nb, Ti)C, onde os carbonetos de titânio e Nióbio apresentaram morfologia em forma de blocos e a fase laves sem forma definida, caracterizada como eutético, como podem ser vista Figura 5.

Figura 5 – Imagem de MEV no modo SE das morfologias encontradas nos revestimentos da liga Inconel 625.



Fonte: AGUIAR (2010).

A precipitação dessa fase também foi reportada na soldagem da liga Inconel 625 em outros processos de soldagem. Utilizando o processo TIG com alimentação de arame frio Silva (2010) observou a formação de fases secundárias com morfologia eutética lamelar rica em Nb, com composição química constituída por um elevado teor de Nb, Mo e presença de Si. O autor ainda destacou a presença de carbonetos MC associados à fase Laves.

Xu *et al.* (2013) destacou que a formação da fase Laves nos revestimentos obtidos pelo processo de deposição à arco plasma pulsado estavam intimamente relacionadas com blocos de carbonetos MC. O autor também ressaltou a precipitação dessa fase em forma irregular.

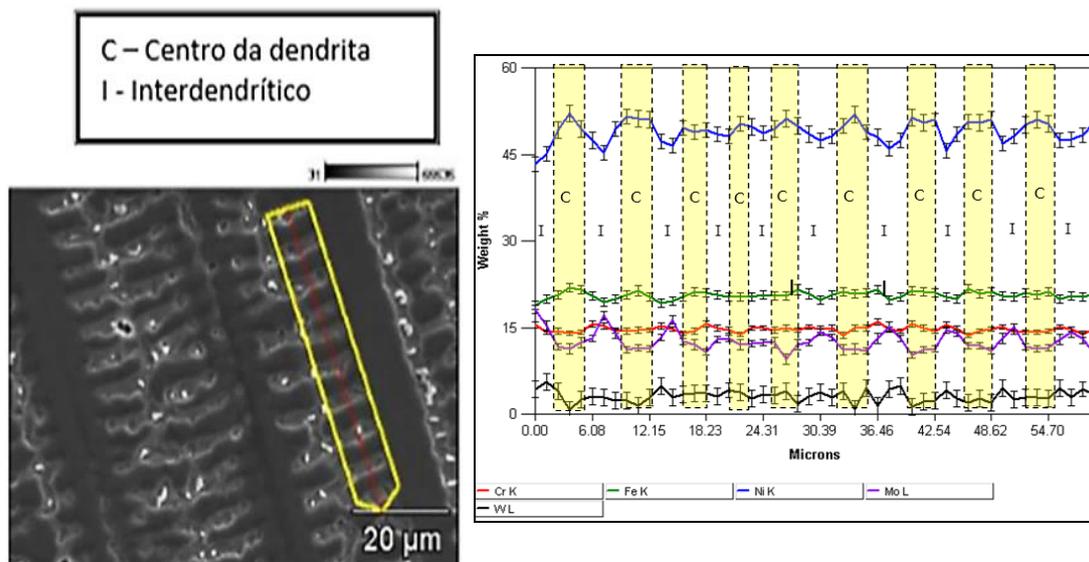
Outra morfologia destacada nos revestimentos da liga Inconel 625 é a precipitação de carbonetos de nióbio, que por diversas vezes apresentou-se em torno de um núcleo formado por partículas de nitreto (TiNb)N presentes no metal de adição que atuaram como nucleadores para a formação desses carbonetos ricos em nióbio (SILVA, 2010).

3.1.3 Caracterização microestrutural de revestimentos com a liga Hastelloy C- 276 (AWS ERNICrMo-4).

Durante a solidificação, mudanças composicionais podem ocorrer em decorrência dos fenômenos de macro e microsegregação. Dependendo das características do soluto e do solvente, poderá ocorrer a rejeição ou absorção de soluto por parte do sólido.

Um comportamento característico do fenômeno de microsegregação em ligas de níquel é a distribuição heterogênea de elementos químicos ao longo dos braços de dendrita primária e secundária da matriz. Para a liga Hastelloy C-276 esta segregação se caracteriza pelo acúmulo dos elementos Ni e Fe no centro das dendritas, enquanto que o Mo encontra-se enriquecido nas regiões interdendríticas, como pode ser visto na Figura 6. Quanto ao Cr e ao W alterações significativas não são observadas (SILVA *et al.*, 2011).

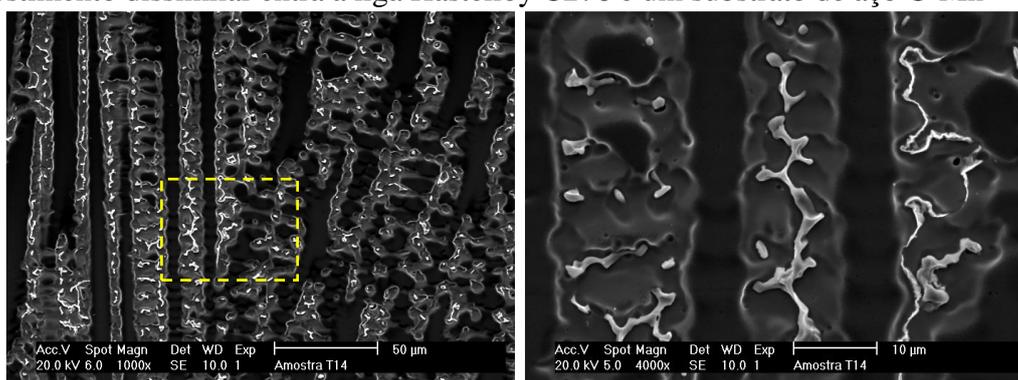
Figura 6 – Imagem de MEV da microestrutura dendrítica e indicação da análise de EDS da liga Hastelloy C-276. b) Perfil de composição química ao longo dos braços de dendritas.



Fonte: Silva (2011).

Silva *et al.* (2011) destaca que no caso da liga AWS ERNiCrMo-4 que apresenta um teor de cromo de 16%, teor de Mo de 16% em peso, além da adição de 4% de W, tem-se que a segregação do Mo e do W é o fator decisivo para as alterações microestruturais observadas. A microestrutura global de revestimentos depositados com a liga AWS ERNiCrMo-4 é constituída por uma matriz γ e precipitados interdendríticos e intergranulares, como mostra na Figura 7.

Figura 7 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura bruta de solidificação de um revestimento dissimilar entra a liga Hastelloy C276 e um substrato de aço C-Mn

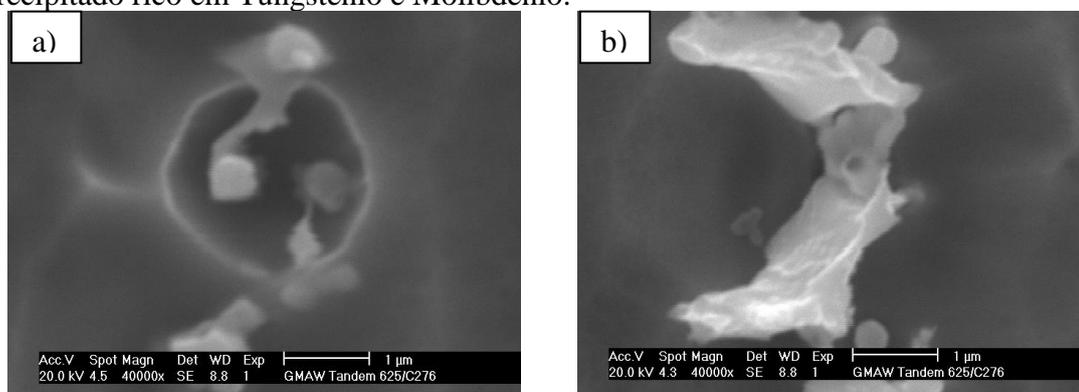


Fonte: Silva *et al.* (2011)

3.1.4 Caracterização microestrutural de revestimentos com deposição simultânea das ligas AWS ERNiCrMo-3 e AWS ERNiCrMo - 4

Na deposição simultânea das ligas AWS ERNiCrMo-3 e AWS ERNiCrMo-4 utilizando o processo MIG/MAG com duplo arame, Santiago (2013) identificou na liga resultante da mistura, tanto precipitados ricos em Nb e Ti como precipitados ricos em W e Mo, apresentados na Figura 8. Caracterizando uma microestrutura formada tanto por fases presentes nas soldagens das ligas isoladas

Figura 8 – Imagem de MEV no modo SE das microestruturas de revestimento soldados com AWS ERNiCrMo-3 e AWS ERNiCrMo-4 a) Precipitado rico em Nióbio e Molibdênio b) Precipitado rico em Tungstênio e Molibdênio.



Fonte: Santiago (2013).

Pessoa (2014) identificou na microestrutura de revestimentos soldados pelo processo MIG/MAG duplo arame com a mistura das ligas AWS ERNiCrMo-3 e AWS ERNiCrMo-4 a presença de NbC, bem como, das fases μ e σ . Utilizando diagrama de fase ternário o autor explica que que o início da solidificação se dá no campo monofásico γ , e como ocorre a segregação de elementos, como Mo, para líquido remanescente, à 850°C esperava-se realmente que os precipitados estivessem no campo bifásico $\gamma+\mu$.

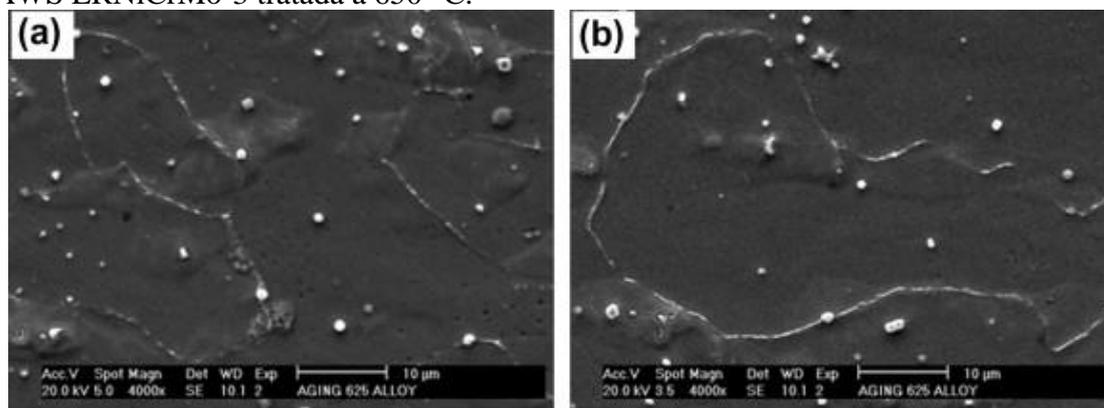
3.1.5 Envelhecimento em ligas de níquel AWS ERNiCrMo-3 e AWS ERNiCrMo-4

Estudos mostraram que a liga AWS ERNiCrMo-3, a qual apresenta microestrutura composta pelas fase Laves e carbonetos/nitretos na condição bruta de solidificação, podem ter sua microestrutura decomposta, com a dissolução e/ou precipitação de novas fases (ALBUQUERQUE *et al.*, 2012, NUNES *et al.*, 2013).

Durante tratamentos térmicos o carboneto MC pode ser uma importante fonte de carbono para as reações de formação de diferentes carbonetos. Em temperaturas acima de 760 °C, a presença desse carboneto na matriz γ pode resultar na formação do $M_{23}C_6$ e na fase γ' . Já o carboneto M_6C também pode interagir com a γ' para formar o carboneto $M_{23}C_6$ e γ'' (SIMS, 1987).

A microestrutura de uma solda com AWS ERNiCrMo-3 destaca-se pela presença da fase Laves rica em Nb e carbonetos/nitretos de NbC/TiN, porém quando é submetida tratamento térmico a 650°C verifica-se ter a dissolução da fase Laves e o surgimento de precipitados finamente dispersos ao longo dos contornos de grão vistos na Figura 9, provavelmente carbonetos $M_{23}C_6$ (ALBUQUERQUE *et al.*, 2012).

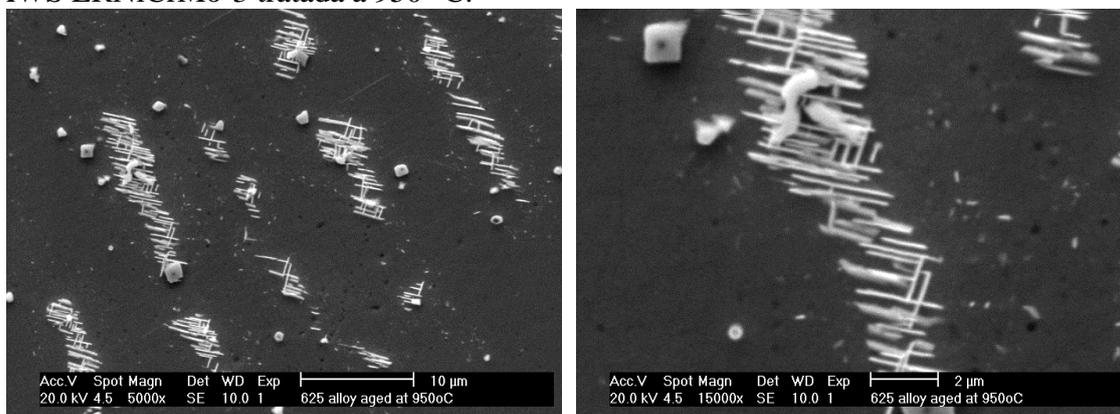
Figura 9 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura da zona fundida da liga AWS ERNiCrMo-3 tratada a 650 °C.



Fonte: ALBUQUERQUE *et al.* (2012).

Quando essa liga foi aquecida na temperatura de 950°C apresentou o surgimento de uma nova fase com morfologia agulhada visualizadas na Figura 10.

Figura 10 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura da zona fundida da liga AWS ERNiCrMo-3 tratada a 950 °C.



Fonte: NUNES (2013).

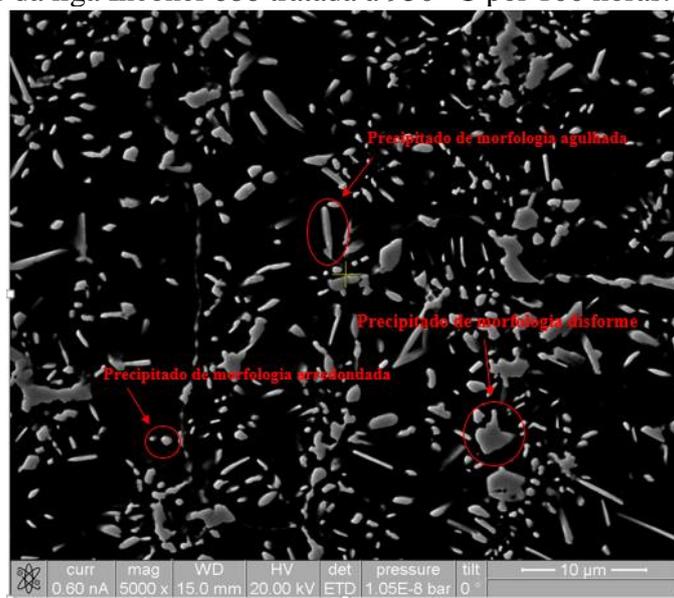
Reed (2006) explica que a fase γ'' é metaestável e geralmente é substituída pela fase δ ortorrômbica com a mesma composição estequiométrica Ni_3Nb quando submetida a longos períodos de exposição a uma temperatura elevada.

A fase δ é geralmente indesejável por ser incoerente com a matriz de Ni e, portanto, não potencializa a resistência mecânica da liga, isso pode levar à fragilização associada a uma perda de ductilidade (REED, 2006).

Silva (2014) identificou a presença de fase P, Cr_7C_3 e Cr_3C_2 e fases μ em amostras de revestimentos soldados com a ligas AWS ERNiCrMo-14 envelhecidas a 650 °C. Nas amostras tratadas durante 200h houve a formação dos carbonetos Cr_{23}C_6 . O autor acredita que esses carbonetos tenham sido originados dos carbonetos metaestáveis Cr_7C_3 , formado nos tratamentos de 10 à 100h, enquanto que o carboneto Cr_3C_2 mostrou-se presente em todos os intervalos do tratamento à 650°C.

Tanto nos envelhecimentos à 650°C como à 950°C foram identificados precipitados com morfologia semelhantes (agulhada, disforme e arredondada) como visto na Figura 11, com exceção dos precipitados finos acumulados em torno dos precipitados maiores, que provavelmente coalesceram para a formação de precipitados maiores (SILVA, 2015).

Figura 11 – Imagem de MEV no modo SE de precipitados de diferentes morfologias na amostra de soldas da liga Inconel 686 tratada à 950 °C por 100 horas.



Fonte: SILVA (2015).

Silva (2015) destacou que o envelhecimento do metal de solda da liga Inconel 686 tanto na temperatura de 650°C como na temperatura de 950°C provocou uma redução significativa na resistência a corrosão da liga em comparação com a sua performance na condição como soldada.

O autor atribuiu a baixa performance de resistência a corrosão ao envelhecimento à 650°C a precipitação fina e intensa em torno de precipitados maiores. Já os resultados obtidos nas condições envelhecidas foram atribuídos ao volume de precipitação nos respectivos tempos de envelhecimento, quanto maior a quantidade de precipitados formados menor foi a resistência a corrosão da liga.

3.2 MIG/MAG Duplo arame

O processo MIG/MAG foi introduzido no mercado no final da década de 40 com o intuito de aumentar a produtividade e versatilidade dentre os processos de soldagem de ligas ferrosas e não ferrosas. (GROETELAARS *et al.*, 2005).

A soldagem MIG/MAG com dois arames é uma variante do processo MIG/MAG convencional e caracteriza-se pela abertura de um par de arcos elétricos entre uma única poça metálica e dois eletrodos consumíveis. Os arcos e a poça fundida são protegidos por um gás que, em conjunto com os eletrodos, é definido pelo tipo de metal de base (MOTTA, 2002).

A configuração dessa versão do processo MIG/MAG tem por motivação inicial unir a sua versatilidade à produtividade do arco submerso. Destacando que, com esse último, encontram-se aplicações de soldagem com três ou mais arames eletrodos (TUSEK, 1996; UTTARACHI, 1978).

Somente nas últimas décadas do século XX, o processo MIG/MAG duplo arame se desenvolveu de forma pronunciada em virtude do avanço na tecnologia das fontes de soldagem (MOTTA, 2002).

Dentre as características principais da versão com duplo arame pode ser mencionada a possibilidade de atingir elevadas taxas de fusão absolutas, através da utilização de altas densidades de corrente, redução do aporte térmico sobre a peça, em virtude das soldagens com velocidades de deslocamento bem superiores que o MIG/MAG com único arame (GROETELAARS *et al.*, 2005; MOTTA, 2002, UHEYAMA *et al.*, 2004).

Algumas limitações genéricas são a maior complexidade operacional, taxas de fusão ainda limitadas (devido principalmente a transferências metálicas instáveis e à capacidade mecânica da tocha para correntes muito elevadas), a deflexão magnética dos arcos (graças à proximidade dos arcos), o custo elevado da tocha e equipamentos e a menor acessibilidade e grau de liberdade das tochas (dificultando operação semiautomática) (SCOTTI e PONOMAREV, 2014).

3.2.1 Modos operacionais do processo de soldagem MIG/MAG duplo arame

O processo MIG/MAG duplo arame pode ser classificado quanto à energização dos arames eletrodos como Potencial único ou como Potencial Isolado.

O processo de Soldagem MIG/MAG duplo arame de potencial único é caracterizado por impor o mesmo potencial de energia aos dois arames eletrodos. Nesses sistemas, de um modo geral, os eletrodos são fornecidos por alimentadores de arames independentes e estão em contato elétrico no bico da tocha, por consequência, estão submetidos ao mesmo potencial elétrico (GROETELAARS *et al.*, 2005).

Os primeiros trabalhos com a soldagem MIG/MAG empregando dois arames utilizavam uma única fonte de potência e foram identificados problemas ocorridos na transferência por escoamento goticular projetado (spray). De acordo com estes estudos, aumentos nos comprimentos dos arcos levaram a uma maior interação entre os arcos devido ao maior sopro magnético, reduzindo a eficiência do processo. Esses fatores teriam contribuído para a aplicação da corrente pulsada nas soldagens com o processo MIG/MAG duplo arame (MICHIE *et al.*, 1999).

A geometria da tocha utilizada no modo operacional de potencial único é mais compacta, a regulagem de parâmetros se torna mais simples, pois as tensões e velocidades de alimentação são as mesmas para os dois arames. Uma vantagem desse sistema em relação aos sistemas com potenciais isolados é o menor custo operacional, uma vez que o número de equipamentos e acessórios necessários para a soldagem nessa configuração, em geral, é inferior ao de potencial isolado (SCOTTI e PONOMAREV, 2014; GROETELAARS *et al.*, 2005).

Os primeiros equipamentos empregando multieletrodos no processo MIG/MAG seguiram a linha potencial único, porém dificuldades foram identificadas como limitação de seu uso, como instabilidade em soldagens com transferência por curto-circuito, pois quando um eletrodo tocava na poça de fusão toda a corrente passava por esse arame causando seu rompimento de forma violenta (SCOTTI e PONOMAREV, 2014).

Devido às limitações da configuração de potencial único, as tecnologias das tochas com potencial isolado passaram a dominar o mercado. O processo MIG/MAG Duplo Arame com Potenciais Isolados pode ser considerado, segundo González e Dutra (1999) como uma evolução do processo com potencial único. O mesmo está constituído basicamente por duas fontes de potência independentes e dois alimentadores de arame, com eletrodos atuando na mesma poça de fusão. Goecke *et al.* (2001) explicam que nessa configuração os contatos elétricos dos eletrodos são independentes.

No modo corrente constante pulsado, a corrente oscila entre dois níveis, corrente de pulso (I_p), que deve ser maior que a corrente de transição e tem como meta formar a gota e atuar

no seu destacamento, enquanto que a corrente de base (I_b), é a responsável por manter o arco aberto com pouca energia (SCOTTI e PONOMAREV, 2014).

Os tempos de atuação de cada nível de corrente correspondem aos tempos de pulso (t_p) e de base (t_b). A corrente média é a resultante da média ponderada das correntes de pulso e de base, assumindo o formato retangular conforme a Equação 1. Ressalta-se que os pulsos de corrente por não serem perfeitamente retangulares, os valores de corrente média calculados a partir da equação 1 diferem dos valores reais. A utilização de sistemas de aquisição de sinais que operam em altas frequências de leitura de dados e que possibilitam o cálculo da corrente média a partir dos valores instantâneos, pode minimizar essa diferença de valores entre correntes médias calculada pela equação 1 e pelo os valores instantâneos de corrente.

$$I_m = [(I_p \cdot t_p) + (I_b \cdot t_b)] \div (t_p + t_b) \quad (1)$$

Scotti e Ponomarev (2014) explicam que a utilização do modo corrente constante pulsado possibilita uma transferência metálica do tipo goticular com correntes médias abaixo da corrente de transição, sendo o fator $I_p \times t_p$ governante no destacamento da gota. Segundo os autores a condição de uma gota por pulso é um dos mais estáveis modos de transferência metálica, com o diâmetro da gota próximo ao diâmetro do eletrodo.

Uma das grandes dificuldades da soldagem MIG MAG com corrente pulsada é estabelecer o ajuste de um conjunto de parâmetros de pulso que quando adequadamente combinados, estabeleçam o equilíbrio entre o destacamento da gota metálica e a velocidade de alimentação do arame (ANDRADE, 2012).

O diâmetro da gota, que pode ser calculado a partir da Equação 2, deve ser controlado para que a gota não venha ser grande suficiente para provocar uma transferência metálica globular ou mesmo em curto-circuito (ALCAN, 1993; SUBRAMANIAM *et al.*, 1999).

$$\theta_{gota} (mm) = \sqrt[3]{\frac{[25 \cdot \theta_{elet} (mm) \cdot V_{alim} (mm/min)]}{F_p (Hz)}} \quad (2)$$

Onde a frequência de pulso é calculada em (Hz) pela Equação 3.

$$F_p = 1000 \div (t_b + t_p) \quad (3)$$

Além disso, os arcos voltaicos no processo MIG/MAG duplo arame, como todos os condutores de corrente elétrica têm associados a estes um campo magnético induzido, cuja a interação entre esses campos magnéticos gera, em muitos casos, a deflexão dos arcos. Este fenômeno conhecido como sopro magnético será gerado sempre que houver um arranjo assimétrico das linhas de força em torno do arco (ECER, 1980; QUITES e DUTRA, 1979).

A densidade do fluxo magnético que o arco do eletrodo 2 exerce sobre o arco do eletrodo 1, segundo Ueyama (2007) obedece a Equação 4.

$$B_{21} = \frac{(\mu_0 \cdot I_2)}{(2\pi \cdot D_e)} \quad (4)$$

Em que μ_0 é a permeabilidade magnética do meio, I_2 é a corrente do eletrodo 2 e D_E é a distância entre os eletrodos. A força F_{21} induzida por B_{21} é calculada pela Equação 5.

$$F_{21} = J_1 \cdot B_{21} \quad (5)$$

Em que J_1 é a densidade de corrente do arco do eletrodo 1, que é calculada a partir da Equação 6.

$$J_1 = \frac{I_1}{\pi r_1} \quad (6)$$

Onde I_1 é a corrente referente ao arco 1 e r_1 o raio da coluna do arco 1.

Pela análise das equações, pode-se constatar que os desvios dos arcos, causados pelas forças F_{21} e F_{12} , são proporcionais às respectivas correntes que passam pelos arcos. Desta forma, a soldagem com níveis elevados de corrente nos dois arcos causa desvios mais acentuados destes. A proposta tecnológica para amenizar esse efeito é empregar a corrente pulsada com defasagem de pulsos.

3.2.2 Parâmetros de Soldagem

Segundo Scotti e Ponomarev (2014) é considerado parâmetro de soldagem toda variável que possa alterar as características do cordão de solda, desde a composição e vazão do gás de proteção, passando pelo diâmetro e composição do arame-eletrodo, velocidade de soldagem, ângulo da tocha, velocidade de alimentação do arame, corrente comprimento do arco (tensão).

A complexidade do ajuste dos parâmetros de soldagem MIG/MAG convencional é atribuída, por Aguiar (2010), ao número de variáveis do processo e da interação entre elas, de tal forma que a seleção incorreta de parâmetros pode resultar em soldas inadequadas em decorrência de fatores metalúrgicos e/ou operacionais como instabilidade do arco, presença de respingos, falta de fusão, falta de penetração, porosidade, mordeduras, entre outros.

Para o Duplo Arame essa complexidade é ainda maior, pois, no mínimo, será regulado o dobro do número de parâmetros regulados para o MIG/MAG convencional. Um dos problemas que afetam a estabilidade do arco em sistemas com duplo arame é o “sopro magnético” originado pelos campos magnéticos gerados quando os dois arcos voltaicos operam próximos um do outro. Outra flexibilidade do processo é a possibilidade de alterar a disposição geométrica dos eletrodos em relação ao cordão de solda, existindo duas possibilidades de alinhamento: eletrodos posicionados um ao lado do outro em relação à direção de deslocamento da soldagem e a outra possibilidade é um a frente do outro (GONZALES e DUTRA, 1999).

3.2.2.1 Tipo de Gás

No processo de soldagem MIG/MAG-DA à poça de fusão é protegida dos elementos nocivos do meio ambiente através de gases de proteção, assim como no MIG/MAG com único arame. Scotti e Ponomarev (2014) ressaltam que a eficiência de proteção da poça de fusão, que é considerada como a capacidade de excluir os gases do meio ambiente, não depende somente do gás de proteção, mas também de outros fatores, como configuração do bocal da tocha, tipo de junta e vazão do gás de proteção (SCOTTI & PONOMAREV, 2014).

Alguns autores, Pierre (1987) e Lytle & Stapon (1990), consideram metal de base a ser soldado, o tipo de transferência metálica desejado, diâmetro do eletrodo, o tipo e posição de soldagem, como fatores que governam a seleção dos gases de proteção para processo MIG/MAG, isso pois, de acordo com suas respectivas características físico e físico-químicas,

como densidade relativa do ar atmosférico, potencial de ionização, condutividade térmica e potencial de ionização, os gases de proteção funcionam como meio ionizante, conferindo as propriedades de estabilidade ao arco.

Os principais tipos de gás de proteção utilizados na soldagem MIG/MAG são argônio, hélio, dióxido de carbono e oxigênio (SCOTTI & PONOMAREV, 2014).

a) Argônio

O argônio é um gás inerte com baixo potencial de ionização (15,8 eV), de oxidação e condutividade térmica (16,4 mW/m.K) (Pierre 1987 e Lyttle & Stapon, 1990).

Por necessitar de baixa energia para se ionizar, ou seja, baixo potencial de ionização, o argônio contribui fortemente para a abertura e a estabilidade do arco. Em comparação com gás hélio, para um mesmo comprimento de arco e corrente de soldagem, necessita de menor tensão, sendo popularmente chamado de “arco frio”. Devido à baixa capacidade de troca de calor desse gás, alguns autores, justificam formato de cálice dos perfis dos cordões. (SCOTTI & PONOMAREV, 2014).

O argônio possui grande facilidade de substituir o ar em torno da solda, Dillenbeck & Castagno (1987) justificam esse fato a alta densidade do argônio em relação à densidade do ar atmosférico, indicando a utilização desse gás na soldagem MIG/MAG-DA que demanda altas velocidades ou produzem peças de grandes dimensões.

O fato de ser extraído do ar atmosférico lhe confere uma importante vantagem que é o custo relativamente baixo, lhe tornando uma opção bastante atrativa.

b) Mistura dos gases argônio e hélio

O hélio possui alto potencial de ionização e alta capacidade de troca de calor, demanda maior tensão de soldagem que o argônio, dessa forma, os cordões formados nas soldagens MIG/MAG com gás hélio apresenta maior largura e um arredondamento, e não necessariamente maior penetração (CHANG, 2006; SCOTTI e PONOMAREV, 2014).

A adição de gás hélio em argônio tem a intenção de conciliar as vantagens dos dois gases. O teor de hélio em mistura com argônio varia de 5% à 25%. À medida que o teor de gás hélio aumenta a tensão do arco, o nível de respingos e a razão largura/profundidade também

crecem. Um fator limitante para a utilização desse gás é seu elevado custo, pois diferente do argônio não é extraído da atmosfera, mas de minas existentes em poucos países (SCOTTI e PONOMAREV, 2014).

3.2.2.2 Modo de transferência metálica

Segundo Groetelaars (2005) a transferência metálica no processo MIG/MAG duplo arame comporta-se de forma diferenciada em relação ao processo convencional, principalmente devido à interação eletromagnética entre os arames-eletrodos nos comprimentos de arco mais elevados.

A principal vantagem da utilização do processo duplo arame com transferência pulsada é a possibilidade de duplicar a faixa de corrente aplicável. No processo convencional, o limite máximo de corrente média na transferência pulsada está limitado pela corrente de transição do arame, onde a transferência por projétil muda para fluxo goticular. No processo duplo arame, evidentemente, a corrente de transição não é duplicada, mas sim, a intensidade total de corrente necessária para que ambos os eletrodos atinjam esta corrente. Consequentemente, é possível estender a faixa de corrente, conseguindo assim, maiores taxas de fusão absolutas, tirando proveito, desta forma, das excelentes características de transferência oferecidas pela transferência pulsada. (GONZALEZ e DUTRA, 1999)

Segundo Groetelaars (2005), a transferência metálica está diretamente ligada aos valores de corrente e comprimento de arco. No duplo arame existe a possibilidade de ocorrência de modos de transferência metálica diferenciada para cada arame. Pequenas variações de corrente entre os arames-eletrodo podem ocorrer em virtude tanto de problemas de calibração na velocidade de alimentação dos arames por parte dos cabeçotes, quanto de diferenças de valores reais do comprimento do arco, que podem decorrer da sobreposição dos dois arcos em diferentes posições sobre a poça de fusão. Ainda influenciando o tipo de transferência metálica e o perfil do cordão de solda, destaca-se a interação eletromagnética entre os arcos elétricos (sopro magnético).

3.2.2.3 Velocidade de alimentação

A variação da velocidade de alimentação influenciará na corrente de soldagem nos casos em que a fonte encontra-se operando no modo tensão constante (para uma dada tensão, a

corrente de soldagem aumenta com aumento da velocidade de alimentação). Já com a fonte operando no modo corrente constante a velocidade de alimentação influencia o comprimento do arco (para dada corrente de soldagem, o aumento da velocidade de alimentação diminui o comprimento do arco).

No processo duplo arame com transferência por fluxo goticular, González e Dutra (1999) destacam que as velocidades de alimentação do arame atingidas vão além dos limites de operação que o processo convencional admite.

3.2.2.4 DBCP

Scotti e Ponomarev (2014) por meio de uma abordagem descritiva avaliaram o efeito da DBCP para fonte operando no modo tensão constante. Os autores explicaram que com o incremento na DBCP ocorreria um aumento na resistência elétrica no circuito de soldagem, desse modo a corrente tenderia a cair, e o comprimento do eletrodo mais longo para compensar essa redução na corrente de soldagem.

Para a fonte operando no modo corrente constante o aumento da DBCP, mantendo os demais parâmetros invariáveis resulta em arcos mais longos. Enquanto que com o aumento da velocidade de alimentação obtêm-se arcos mais curtos.

3.2.2.5 Energia de soldagem

Em geral, o aumento da energia de soldagem provoca um aumento da largura do cordão de solda, DU *et al.* (2009) explicam que uma vez que o aumento da energia de soldagem conduz a um acréscimo no aporte térmico fornecido para a formação da poça de fusão, tem-se como resultado o crescimento dessa poça, tornando-a mais larga.

Em soldagens realizadas com TIG alimentação de arame frio Silva (2010) verificou que o aumento da penetração concomitantemente, da diluição com o aumento da energia de soldagem pode ser atribuído primeiramente a uma maior quantidade de calor fornecida ao sistema que por si só já conduz a um aumento do volume de metal fundido. Uma vez que a velocidade de alimentação de arame é constante, parte do calor excedente passa a atuar na fusão do substrato.

Após a comparação da variação da energia de soldagem pela variação da corrente ou da velocidade de soldagem, Silva (2010) destacou o importante papel do aumento da

corrente de soldagem, o qual tem efeito direto sobre as características geométricas do cordão de solda, visto que a corrente de soldagem interfere na ação das forças eletromagnéticas que atuam sobre o mecanismo de convecção da poça de fusão.

Por outro lado, nos processos com eletrodos consumíveis, como o MIG/MAG, o aumento da energia, pela redução da velocidade de soldagem, para uma corrente de soldagem constante, pode não resultar necessariamente em aumentos na penetração e de diluição. A formação também de uma poça volumosa sob o arco voltaico, com a redução da velocidade de soldagem, pode minimizar a ação desse arco diretamente no metal de base, reduzindo a penetração

3.2.2.6 Velocidade de soldagem

Aumentos progressivos na velocidade de soldagem, acima de certos limites, causam a deterioração dos depósitos, originando defeitos como “humping” e mordeduras. O resfriamento pode promover a solidificação do metal fundido antes que se complete o preenchimento deste canal, as falhas que surgirão poderão ser caracterizar como defeitos (MOTTA, 2002).

Para um mesmo comprimento de cordão de solda, grandes velocidades de deslocamento implicam em menores tempos para a deposição de material conseqüentemente, tem-se cordões menores, com menor reforço. No entanto, baixas velocidades de soldagem acarreta num maior tempo de arco sobre um dado ponto, proporcionando uma maior deposição de material. Este aumento da deposição de metal colabora para o aumento de volume do cordão de solda, resultando tanto num aumento do reforço quanto da largura (SILVA, 2010).

3.2.2.7 Disposição dos eletrodos

a) Um atrás do outro

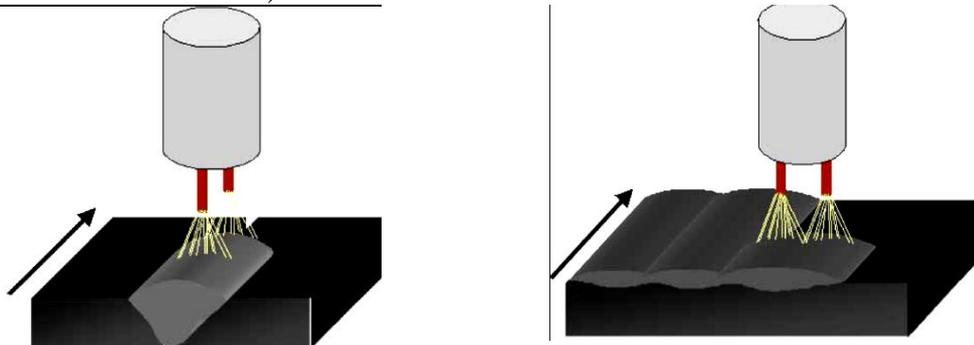
Nessa disposição os eletrodos estão alinhados no mesmo sentido da direção da velocidade de soldagem (Figura 12a). Tem-se por prática ajustar uma maior potência no arco da frente — responsável pela formação da cratera no metal de base — com o objetivo de elevar a penetração. O segundo arco, com um nível de energia mais baixo, tem a função de completar o preenchimento da cratera aberta, sendo responsável pela formação de cordões com geometria mais favorável e pela redução na quantidade de defeitos. Devido a essas características, é a

disposição utilizada em soldas de filete e de topo (UTRACHI, 1978; HACKL, 1997, Groetelaars, 2005).

b) Lado a lado

Nessa configuração, os eletrodos dispostos transversalmente em relação à direção de soldagem (Figura 12b). Esta disposição é indicada para a soldagem de juntas de topo mal ajustadas ou com grande abertura de raiz. Pois, direcionando-se cada eletrodo para as faces das juntas, diminui-se a possibilidade de aparecimento de defeitos por falta de fusão (SADLER, 1999).

Figura 12 – Desenho esquemático do posicionamento dos eletrodos no processo MIG/MAG-DA a) Um atrás do outro e b) Lado a lado.



Fonte: Groetelaars (2005).

Segundo Santiago (2013) para a aplicação de revestimento de ligas de níquel em aço estrutural com a finalidade de se obter baixa diluição a posição mais indicada é os eletrodos dispostos um atrás do outro. Pelo fato de que, nessa posição, apenas um dos arcos, o correspondente ao arame da frente, incide sobre o metal de base, enquanto que o arco do arame seguidor, incide sobre metal depositado pelo arco da frente, desse modo, a parcela de energia direcionada para fundir o metal de base é bem menor que na posição lado a lado, na qual os arcos incidem diretamente sobre o substrato.

3.2.2.8 Técnica de tecimento

As técnicas de tecimento, movimento periódico da tocha de soldagem, são geralmente realizadas transversalmente à direção de soldagem com o objetivo de diminuir o tempo total de soldagem de revestimento e o número de cordões de solda. Sua aplicação permite o preenchimento de juntas em um único passe ou a redução de número de passes, pois

proporcionam um cordão mais largo, além de controlar a poça de fusão e tornar mais suave o ciclo térmico de soldagem (MARQUES *et al.*, 2005).

O aumento da área contribui também com a distribuição do calor, resultando em menor diluição, penetração e reforço (SILVA, 2012).

Fratari (2009) explica que o tecimento ou oscilação da fonte de calor tem ação preponderante sobre o revestimento, e seu efeito é determinado principalmente pela regulação da frequência e amplitude de tecimento e os tempos de parada central e lateral.

Segundo Silva (2010) foi observada a redução da penetração na soldagem da liga AWS ERNiCrMo- 3 (Inconel 625) pelo processo TIG com alimentação de arame frio, que pode ser atribuída ao fato do movimento da tocha, e conseqüentemente, do conjunto arco/poça causar maior distribuição de calor sobre o substrato, além de evitar a concentração de forças eletromagnéticas no centro da poça.

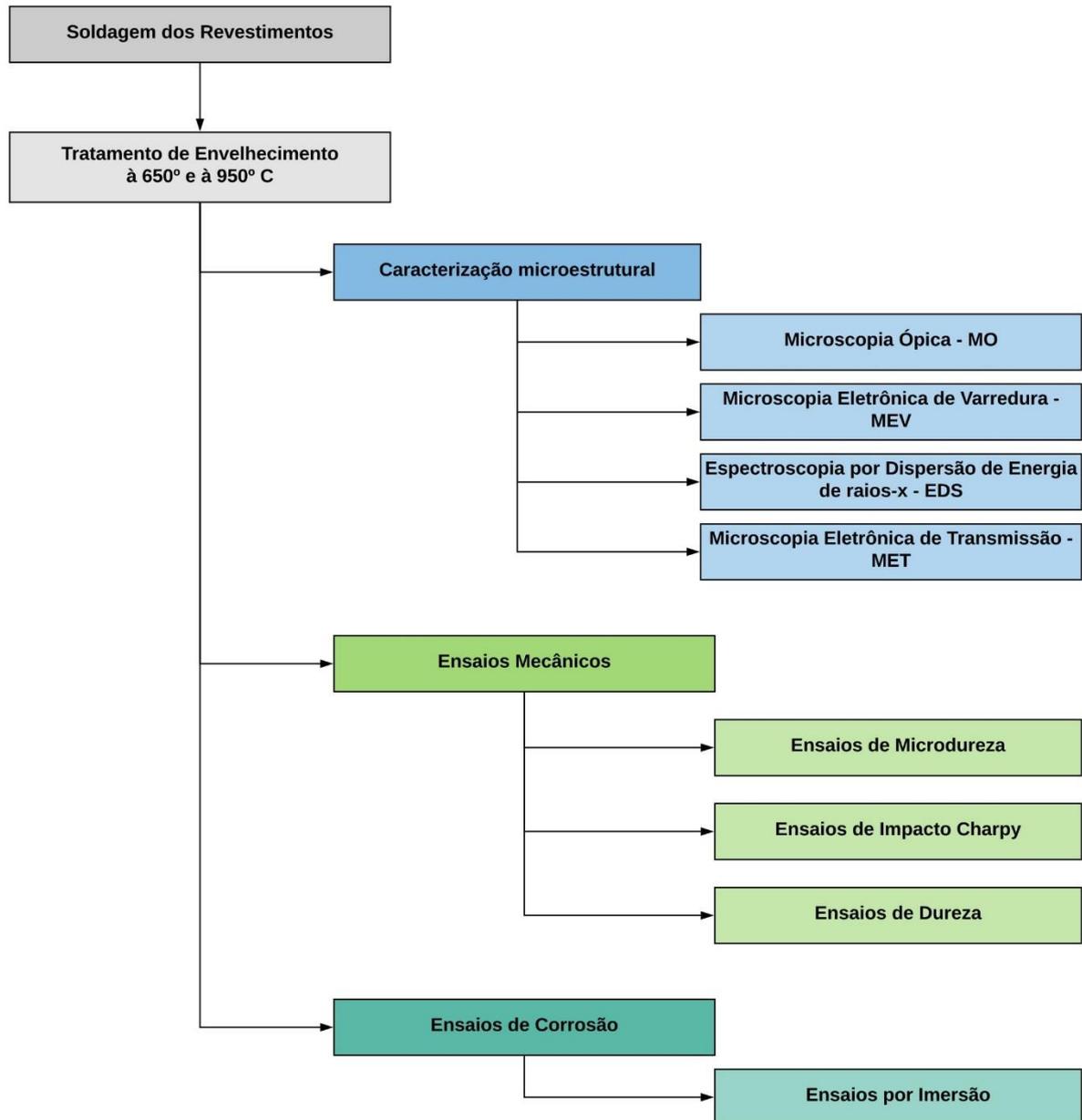
O autor destaca que ao utilizar a aplicação de tecimento a velocidade de deslocamento do arco sobre a poça aumenta, mesmo mantendo a velocidade de soldagem, resultando numa melhor distribuição de calor e menor tempo de atuação do arco sobre determinado ponto da amostra.

O tecimento foi estatisticamente significativo para diluição ao ser aplicado o método experimental Taguchi na exploração dos parâmetros de soldagem para o processo MIG/MAG com configuração duplo arame. O movimento da tocha sobre a poça de fusão, possivelmente diminuiu o tempo de aplicação da pressão do arco sobre a poça contribuindo para fluidez da poça tornando-a mais espalhada (SANTIAGO, 2013).

4 METODOLOGIA

A metodologia de investigação do trabalho em questão pode ser simplificada por meio da Figura 13 que traz sucintamente as principais etapas desse trabalho.

Figura 13 – Desenho do fluxograma das Etapas e subetapas do trabalho



Fonte: Elaborado pela autora.

4.1 Materiais

Para a realização das soldagens foram utilizadas como metal de adição as superligas a base de níquel AWS ERNiCrMo-3 e AWS ERNiCrMo-4 com 1,2 mm de diâmetro, depositadas sobre um metal de base de aço ASTM A516 Gr. 70, o qual é utilizado para a construção de equipamentos para a indústria do petróleo e gás. A composição dos materiais utilizados, fornecida pelo fabricante, está detalhada na Tabela 1 e na Tabela 2.

Tabela 1- Composição do metal de base

Material	Composição (% em peso)							
	Ni	C	Cr	Mo	Fe	Al	Mn	Si
ASTM A516 Gr 70	0,01	0,15	0,02	0,01	Bal.	0,02	0,95	0,2

Fonte: Fornecedor.

Tabela 2 – Composição química dos metais de adição

Material	Composição química (% em peso)							
	Ni	Cr	Mo	C	Fe	Cu	Al	Ti
ERNiCrMo -3 (INCONEL 625)	64,09	22,73	8,75	0,01	0,35	0,01	0,17	0,19
	Nb+Ta	Si	Mn	P	S	Outros		
	3,53	0,04	0,10	0,002	0,001	<0,50		
ERNiCrMo -4 (HASTELLOY C-276)	Ni	Cr	Mo	C	Fe	Cu	Co	Mn
	59,56	15,97	15,24	0,002	5,12	0,08	0,04	0,38
	Si	P	S	W	V	Outros		
	0,037	<0,001	0,001	3,33	0,02	<0,50		

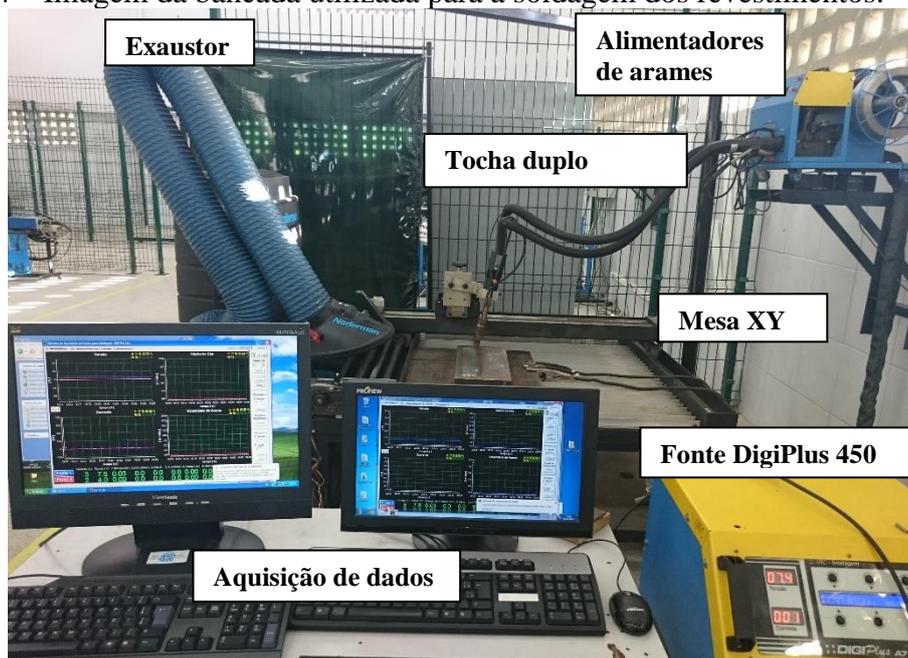
Fonte: Fornecedor.

Utilizou-se Argônio puro como gás de proteção. Além desse gás ter o custo consideravelmente menor comparado com misturas de Argônio e Hélio, em trabalhos desenvolvidos anteriormente Santiago (2013) não identificou influência estatística entre o tipo de gás e as características relevantes para aplicação em revestimentos, como largura, penetração e ângulo de molhamento.

4.2 Equipamentos

As soldagens foram realizadas na bancada visualizada na Figura 14 composta por uma fonte DigiPlus 450, uma mesa de deslocamento XY e dois sistemas de aquisição de dados.

Figura 14 – Imagem da bancada utilizada para a soldagem dos revestimentos.



Fonte: Elaborado pela autora.

Para o corte dos revestimentos utilizou-se uma serra de fita automática, como pode ser visto na Figura 15, de forma que a largura de cada corpo de prova do revestimento A (50% AWS ERNiCrMo- 4 e 50% AWS ERNiCrMo-3) tinha 75 mm enquanto que dos revestimentos B (65% AWS ERNiCrMo- 4 e 35% AWS ERNiCrMo-3) e C (35% AWS ERNiCrMo- 4 e 65% AWS ERNiCrMo-3) 85 mm. Enquanto que o comprimento variou de 125 à 160 mm.

Figura 15 – Imagem da serra de fita empregada no corte dos Revestimentos



Fonte: Elaborado pela autora.

Retirou – se o metal de base do revestimento para se obter uma chapa apenas composta pela mistura das duas ligas. A usinagem foi realizada utilizando a fresadora, visualizada na Figura 16, para obtenção de chapas de 10,5 mm de espessura. Essa espessura foi determinada em vista da possível degradação do material durante o envelhecimento, para não comprometer as dimensões dos corpos de prova para ensaio Charpy (10 x 10 x 55 mm).

Figura 16- Fresadora utilizada na retirada do metal de base



Fonte: Elaborado pela autora.

Os tratamentos de envelhecimentos foram realizados num forno para tratamentos térmicos com controlador de tempo e temperatura de aquecimento, resfriamento e patamar com temperatura máxima de 1200 °C, visualizado na Figura 17.

Figura 17 – Forno utilizado nos tratamentos térmicos



Fonte: Elaborado pela autora.

Para a retirada dos corpos de prova à serem submetidos ao ensaio de impacto charpy e ao ensaio de corrosão por imersão, foi utilizado equipamento de corte por eletroerosão a fio, visualizado na Figura 18.

Figura 18- Equipamento para usinagem por eletroerosão a fio



Fonte: Elaborado pela autora.

O início da investigação a nível macroscópico como heterogeneidade na mistura dos revestimentos deu-se por meio da utilização de um microscópio ótico da ZEISS visualizado na Figura 19.

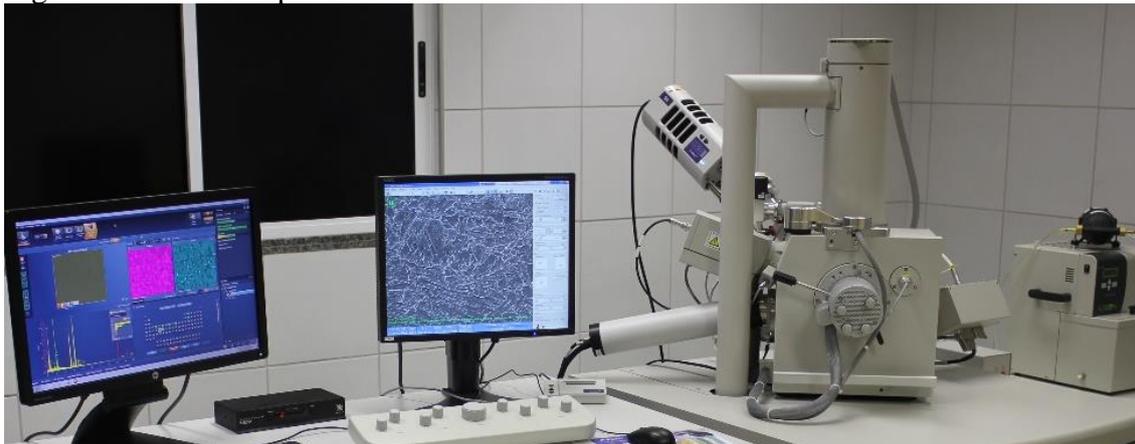
Figura 19 - Microscópio ótico



Fonte: LPTS (2016).

Para a obtenção de imagens dos precipitados e mapeamento de composição química, utilizou-se o microscópio FEI QUANTA 350 visualizado na Figura 20.

Figura 20 - Microscópio eletrônico de varredura



Fonte: LPTS (2016).

Os ensaios de corrosão por imersão foram realizados em uma chapa de aquecimento. Para o ensaio de impacto charpy foi utilizado o equipamento visualizado na Figura 21.

Figura 21- Máquina de impacto para ensaio Charpy.



Fonte: LPTS (2016).

As impressões de microdureza foram realizadas com o microdurômetro visto na Figura 22, o equipamento realiza deslocamento automático do penetrador, as medidas das diagonais e o cálculo da microdureza. A carga aplicada foi de 100 gf durante 15 ms, com espaçamento de 0,2 mm entre as impressões.

Figura 22 - Microdurômetro automático.



Fonte: Elaborado pela autora.

4.3 Métodos

4.3.1 Soldagem de revestimentos

As configurações das soldagens partiram de resultados presentes na literatura. Com base nos resultados de Santiago (2013), o modo de operação ajustado na da fonte foi em corrente constante pulsado, por resultar em cordões com bom acabamento superficial, menor ocorrência de respingos, e menor imposição de calor por passe. A possibilidade de realizar soldagens com corrente pulsada em ambas as fontes, com defasagem entre os pulsos de corrente contribui para o melhor acabamento dos revestimentos e redução de respingos durante as soldagens.

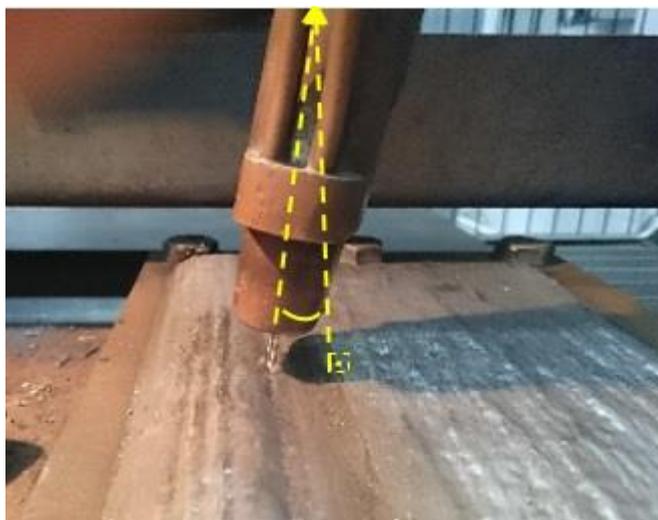
Os eletrodos foram dispostos um atrás do outro (tandem) em relação à direção da velocidade de soldagem conforme a Figura 23 a), o ângulo de ataque no revestimento que foi de 15° (ângulo que o arame faz com um plano paralelo ao cordão de solda), destacado na Figura 23 b) e a distância do bico de contato à peça (DBCP) foi ajustada em 20 mm, o gás de proteção utilizado foi argônio puro com vazão de 30 L/min.

Figura 23 - a) Disposição dos eletrodos b) Exemplo de ângulo de ataque.

a)



b)



Onde : D – direção da posição dos eletrodos, V – direção da velocidade de soldagem

Fonte: Elaborada pela autora.

Esses parâmetros resultam em soldagens com menores valores de diluição e cordões com maiores reforços, importantes características geométricas para a soldagem de revestimentos (SANTIAGO, 2013 e SANTIAGO, 2014).

A tocha foi deslocada com velocidade de 1000 – 1050 mm/min, esse ajuste foi necessário devido a intenção de realizar soldagens com o mesmo volume de material depositado entre as condições estudadas.

As velocidades de alimentação foram levantadas de modo a atender a variação de composição (50%- 50%, 35% - 65% e 65% - 35%), preocupou-se também em manter aproximada as áreas adicionadas dos cordões nas 03 condições.

Esse balanceamento foi realizado relacionando as velocidades de alimentação com as velocidades de soldagem, a partir da Equação 01, descrita abaixo.

$$S_{ad} = ((\pi d^2)/4) (V_{alim}/ V_{sold}) \quad \text{Equação 01}$$

Onde: S_{ad} - área adicionada

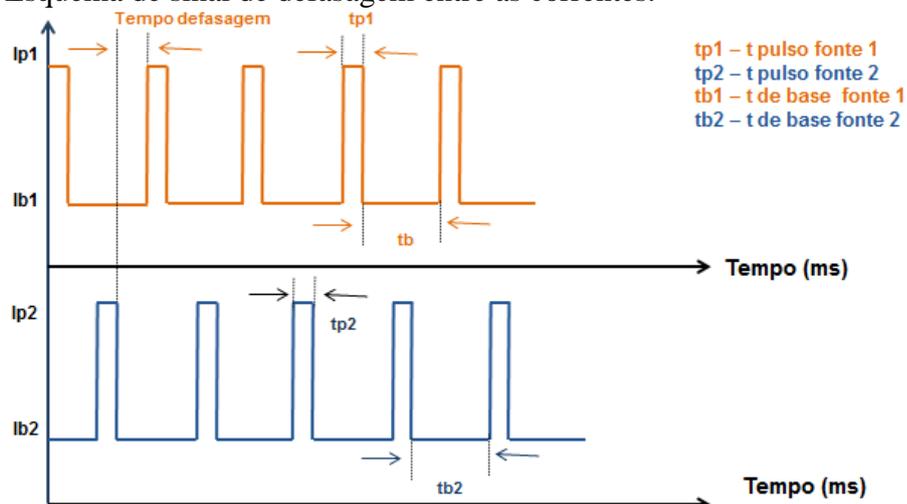
d – diâmetro do eletrodo

V_{alim} – velocidade de alimentação

V_{sold} – Velocidade de soldagem

Utilizou-se defasagem entre as correntes exemplificada na Figura 24, o pulso de cada uma das correntes só ocorreu durante o tempo de base da outra e optou-se por manter a mesma frequência de pulso para os dois sinais de corrente, atenuando consideravelmente o sopro magnético e a geração de respingos durante a soldagem.

Figura 24 – Esquema de sinal de defasagem entre as correntes.



Fonte: Santiago, 2013.

A soldagens foram realizadas sobre chapas de aço ASTM 526 Gr60, com dimensões de 25 cm x 50 cm x 3,8 cm. Convencionou-se durante as soldagens que o eletrodo de maior velocidade de alimentação sempre viria na frente, pois arcos curtos tendem a ser mais rígidos e a apresentar menor quantidade e intensidade de deflexão.

Não foi utilizado tecimento pela limitação apresentada na bancada de soldagem. O sistema de deslocamento da tocha da mesa XY não realizou o movimento completo de tecimento para as velocidades de soldagem utilizadas.

Na soldagem da primeira camada, a cada cordão soldado o deslocamento da tocha foi da metade da largura do cordão em todas as condições dos revestimentos, a fim de se ter uma sobreposição de 50%.

Para as demais camadas utilizou deslocamento da metade do cordão acrescido de 1 mm, em virtude da molhabilidade do cordão e principalmente para evitar que um cordão se sobrepusesse mais de 50% sobre o cordão anterior.

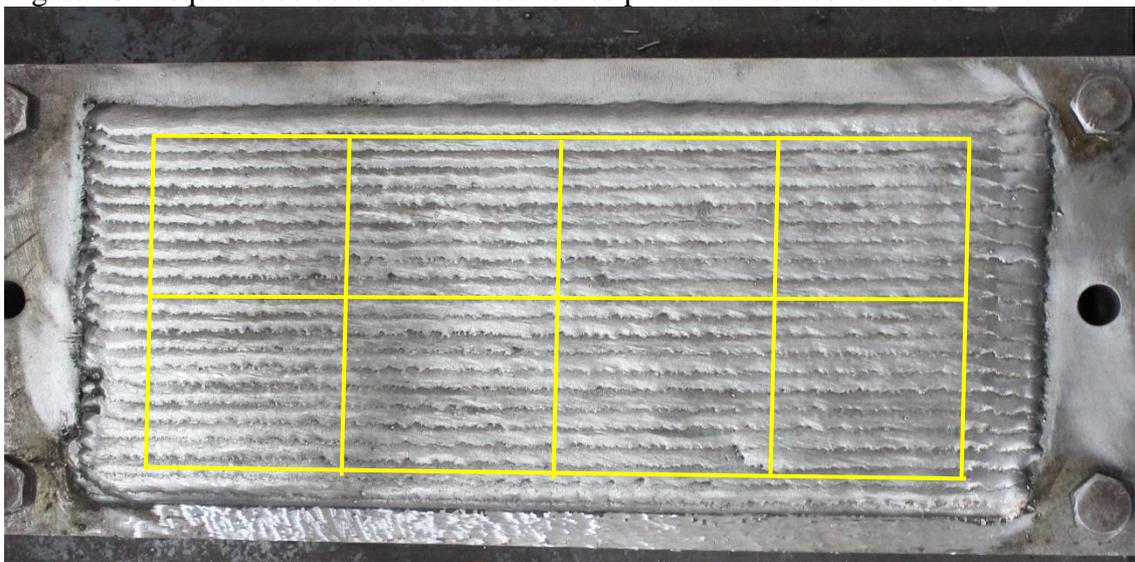
Foram soldadas 04 camadas para obtenção do revestimento cuja composição do metal de solda foi 50% AWS ERNiCrMo-3 e 50% AWS ERNiCrMo-4 designado nesse trabalho por revestimento A, e 05 camadas para os revestimentos com respectivas

composições no metal de solda 35% AWS ERNiCrMo-3 e 65% AWS ERNiCrMo-4 e 65% AWS ERNiCrMo-3 e 35% AWS ERNiCrMo-4, designados respectivamente por revestimentos B e C.

A quantidade de camadas de cada revestimento foi definida pela sua altura. A medida que atingisse o valor mínimo de 15 mm a altura era considerada satisfatória. Pois a dimensão era suficiente para a retirada de corpos de prova para ensaio charpy do revestimento seguindo a norma ASTM E23.

Os revestimentos B e C foram divididos em 8 regiões como se vê na Figura 25, uma para cada condição de envelhecimento. O revestimento A não foi soldado com largura suficiente para ser dividido, logo foram necessários dois revestimentos dessa condição, para se obter a quantidade suficiente de corpos de prova para todos os ensaios.

Figura 25- Esquema de corte dos revestimentos para tratamentos térmicos.



Fonte: Elaborado pela autora.

4.3.2 Tratamentos de envelhecimento

Os revestimentos foram usinados para retirada de todo o metal de base, restando uma chapa de 10,5 mm de altura de cada um dos revestimentos. Esse valor foi determinado pois os mesmos poderiam sofrer degradação durante o envelhecimento e ainda assim a chapa não teria a altura comprometida para realização do ensaio de tenacidade, cujas dimensões dos corpos de prova devem ser 55x 10 x 10 mm.

Os envelhecimentos foram realizados nas temperaturas de 650°C e 950 °C durante os períodos de 10h, 50h, 100h, 200h. Formando assim 24 condições à serem investigadas no trabalho, como podem ser visualizadas na Tabela 3.

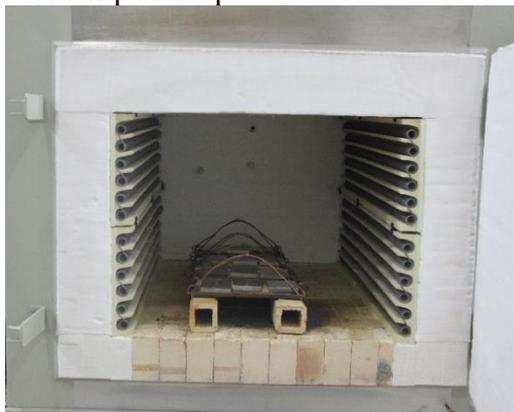
Tabela 3- Condições de envelhecimento.

	Tempos	Temperatura	
		650 °C	950 °C
Revestimento A	10 h	A 10h T1	A 10h T2
	50 h	A 50h T1	A 50h T2
	100 h	A 100h T1	A 100h T2
	200 h	A 200h T1	A 200h T2
Revestimento B	10 h	B 10h T1	B 10h T2
	50 h	B 50h T1	B 50h T2
	100 h	B 100h T1	B 100h T2
	200 h	B 200h T1	B 200h T2
Revestimento C	10 h	C 10h T1	C 10h T2
	50 h	C 50h T1	C 50h T2
	100 h	C 100h T1	C 100h T2
	200 h	C 200h T1	C 200h T2

Fonte: Elaborado pela autora.

O tratamento de envelhecimento foi realizado de forma contínua, as amostras foram organizadas conforme a Figura 26, de tal forma que a medida que se atingisse o período de tratamento (10h, 50h, 100h ou 200h), retirava-se do forno as amostras de cada condição de revestimento. O resfriamento das amostras foi realizado ao ar.

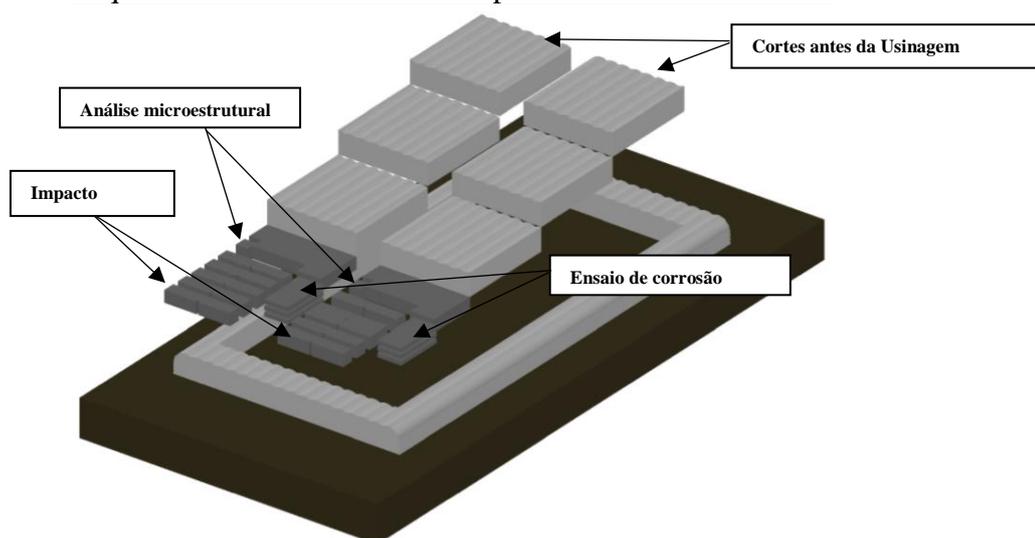
Figura 26 - Organização das amostras para etapa de envelhecimento.



Fonte: Elaborado pela autora.

Após o envelhecimento as amostras foram cortadas para os ensaios mecânicos e de resistência a corrosão. A Figura 27 ilustra a localização de onde foram retiradas as amostras para os respectivos ensaios, de cada uma das 04 chapas envelhecidas.

Figura 27 - Esquema de cortes das amostras para os ensaios



Fonte: Elaborado pela autora.

4.3.3 *Análise microestrutural*

A metodologia da caracterização microestrutural é dividida nas etapas de análise de microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão.

Para as análises de microscopia ótica e de microscopia eletrônica de varredura foram utilizadas as amostras cortadas na seção transversal dos revestimentos.

As amostras foram lixadas até a lixa de 1200 de granulometria em sequência polida nas pastas de 6, 3, 1 ¼ µm. Para o ataque das amostras utiliza-se ácido crômico 10%, com uma tensão de 2,0 V e corrente de 0,01 A durante 25 segundos.

A análise de EDS foi utilizada para a determinação da composição química e observações sobre a microsegregação, realizando medições de EDS em pontos no interior das dendritas. A partir dessas medições foi possível calcular o coeficiente de segregação dos elementos presentes na liga e estudar a difusão dos átomos durante o envelhecimento.

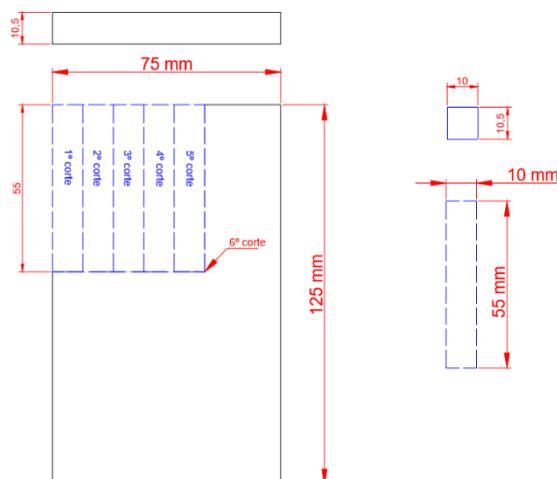
4.3.4 Ensaios mecânicos

Para avaliação das propriedades mecânicas realizou-se ensaios de impacto Charpy e avaliação de microdureza dos revestimentos.

Os ensaios de impacto Charpy com entalhe em V foram realizados de acordo com a norma ASTM E23, na intenção de se investigar a existência ou não de variações dessa propriedade em função das condições de soldagem e envelhecimento.

Após a retirada do metal de base do revestimento, teve-se uma chapa como resultado, a partir daí retirou-se 05 corpos de prova de cada condição com as dimensões descritas na norma (55 x 10 x 10 mm), como visto no esquema da Figura 28.

Figura 28 – Desenho para a retirada dos corpos de prova para o ensaio de impacto Charpy



Fonte: Elaborado pela autora.

Para a finalização da preparação, todos os corpos de prova foram retificados, a fim de se retirar o sobremetal até que se atingisse a altura determinada pela norma ASTM E23.

Os entalhes em V foram feitos no sentido de soldagem do cordão, para se avaliar a região mais crítica do revestimento, sentido de crescimento preferencial no qual existe menor quantidade de barreiras para propagação da trinca.

Os ensaios de dureza vickers foram executados após o ensaio de tenacidade ao impacto charpy. As impressões de dureza vickers foram realizadas nas regiões mais externas dos corpos de prova, para que as informações de dureza do material não fossem influenciadas pela deformação localizada em virtude do ensaio de tenacidade.

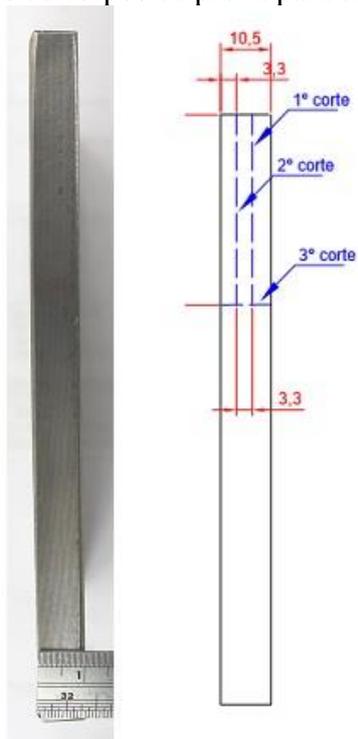
A análise de microdureza Vickers ASTM E384 foi realizada na mesma amostra utilizada para a investigação microestrutural do metal de solda.

4.3.5 Ensaios de Resistência a corrosão

A análise da resistência a corrosão das condições estudadas foi realizada por meio de ensaio por imersão será realizado seguindo a norma ASTM G48 método C. A temperatura inicial utilizada no ensaio foi de 45 °C, temperatura abaixo da temperatura crítica de pite encontrada na literatura para as soldas com a liga AWS ERNiCrMo-3 e a liga AWS ERNiCrMo-4.

As amostras foram usinadas pelo processo de eletroerosão a fio, esses corpos de prova de dimensões 20 x 40 x 3,3 mm foram retirados da espessura da chapa como mostra a Figura 29.

Figura 29 - Esquema de cortes de corpos de prova para ensaios de corrosão por imersão.



Fonte: Elaborado pela autora.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Esse capítulo foi dividido em 04 blocos para melhor exposição e discussão dos resultados.

O primeiro é o de Soldagem MIG/MAG – DA, no qual constam os resultados de discussão referentes à exploração dos parâmetros de soldagem satisfatórios para a obtenção dos revestimentos A, B e C.

O segundo bloco corresponde à análise microestrutural, iniciando com o estudo macroscópico dos revestimentos, passando pela análise da solidificação e finalizando com o efeito do envelhecimento nas microestruturas.

O terceiro bloco expõe os resultados referentes ao estudo do impacto na microdureza dos revestimentos e das suas respectivas capacidades de absorver energia antes da fratura.

E o quarto e último tópico refere-se ao estudo da performance de resistência e do mecanismo de corrosão nas ligas A, B e C.

5.1 Soldagem MIG/MAG – DA

Neste tópico é apresentado o estudo exploratório das soldagens, realizados com deposição de cordão isolado. Os principais parâmetros estudados foram, a faixa de velocidades de alimentação, a posição dos eletrodos, e a defasagem entre as correntes. São apresentados os revestimentos e suas respectivas informações de soldagem, de acordo com a particularidade de cada condição.

5.1.1 Soldagens de Exploração de Parâmetros

Os parâmetros de soldagem foram ajustados para duas condições distintas. A primeira situação refere-se à condição de deposição das ligas na mesma proporção. O segundo estudo corresponde ao ajuste dos parâmetros utilizados na soldagem dos revestimentos, cujas composição do metal de solda foi, respectivamente, 65% AWS ErNiCrMo-4 + 35% AWS ErNiCrMo-3 e 65% AWS ErNiCrMo-3 + 35% AWS ErNiCrMo-4.

Pelo fato de haver na literatura informações de parâmetros para soldagens com a mesma velocidade de alimentação nos dois arames, e principalmente pelo fato de não existir, nesse caso, diferenças significativas na altura dos arcos, não houve grandes dificuldades operacionais nessa primeira condição.

Os parâmetros ajustados para a primeira camada desse revestimento encontram-se na Tabela 4. É importante destacar que o critério utilizado para a determinação desses parâmetros foi a estabilidade do arco, analisada tanto com base nas soldagens como pela análise dos sinais adquiridos e pelo aspecto superficial do cordão isolado.

As velocidades de alimentação apresentaram diferenças de dois décimos, em consequência da tentativa de se estabelecer a manutenção da altura do arco, já que o primeiro arco incide sobre metal de base, enquanto que o segundo arco incide sobre a poça de fusão.

Nessa condição, foi possível ajustar as velocidades de alimentação dos dois eletrodos para que os diâmetros de gota calculados fossem próximos entre si, aproximadamente 1,3 vezes o diâmetro nominal dos eletrodos, em virtude de ajustes dessas velocidades e das frequências de pulsação das correntes com valores próximos entre os arcos elétricos.

O revestimento na condição 50% (AWS ER NiCrMo-3 e 50% AWS ER NiCrMo-4) foi designado como revestimento A. Os parâmetros com índice 1 referem-se ao relacionados ao arame da frente (fonte mestre), enquanto que os parâmetros com índice 2 referem-se ao arame de trás (fonte seguidora). Essas designações serão utilizadas ao longo desse documento.

Tabela 4 - Parâmetros de soldagem da primeira camada do revestimento A

Revestimento A sobre metal de base									
Arame Mestre – AWS ERNiCrMo-4					Arame Seguidor – AWS ERNiCrMo-3				
Ip1 (A)	tp1 (ms)	Ib1 (A)	tb1 (ms)	Valim1 (m/min)	Ip2 (A)	tp2 (ms)	Ib2 (A)	Valim2 (m/min)	def (ms)
360	3,5	100	6,5	8,4	350	3,7	100	8,2	4

Fonte: Elaborado pela autora.

Os parâmetros foram ajustados a partir da segunda camada, principalmente pelo fato de se ter uma poça mais fluida já que, nesse caso, tem-se o arco incidindo sobre a primeira camada de níquel. Nesse sentido, foram alteradas as velocidades de

alimentação, para se manter a altura do arco, em consequência disso foi necessário alterar os parâmetros de pulso para os valores mostrados na Tabela 5.

Tabela 5 –Parâmetros de soldagem para segunda, terceira e quarta camada do revestimento A

Revestimento A sobre liga de níquel									
Arame Mestre – AWS ERNiCrMo-4					Arame Seguidor – AWS ERNiCrMo-3				
Ip1 (A)	tp1 (ms)	Ib1 (A)	tb1 (ms)	Valim1 (m/min)	Ip2 (A)	tp2 (ms)	Ib2 (A)	Valim2 (m/min)	def (ms)
380	3,8	100	6,5	10	380	3,8	100	9,3	4

Fonte: Elaborado pela autora.

A exploração das soldagens dos revestimentos com velocidades de alimentação distintas, iniciou na determinação das velocidades de alimentação dos respectivos eletrodos.

As velocidades de alimentação foram definidas com o maior intervalo possível entre elas, para que se obtivesse ajuste de parâmetros para a combinação de velocidades na condição mais crítica. De início, tentou-se realizar soldagens com os eletrodos 1 e 2 contribuindo respectivamente com 70% e 30% do total da velocidade de alimentação, porém essa combinação gerou aumentos abruptos do arco, formação de duas poças e ainda queima de bicos de contato.

Dessa forma, a maior diferença entre as velocidades de alimentação utilizadas foi conseguida ao utilizar os eletrodos com, respectivamente, 65% (12,7 m/min) e 35% (6,7 m/min) do total da velocidade de alimentação.

Em seguida, estudou-se a disposição dos eletrodos para definir qual eletrodo deveria ser posicionado a frente, em função da maior ou de menor velocidade de alimentação. A primeira hipótese levantada seria a utilização do eletrodo de menor velocidade de alimentação na frente, pois em virtude da sua menor taxa de deposição, não deixaria a poça muito volumosa, fazendo com que o arco do eletrodo com maior velocidade de alimentação incidisse praticamente no metal de base, condição esta também favorável para se obter uma menor diluição com o metal base, desejada para soldagens de revestimento.

Em vários momentos a tensão no segundo eletrodo ficou muito baixa, indicando a grande ocorrência de curtos circuitos. Isso porque a taxa de deposição do eletrodo 1, mesmo sendo menor que a do outro eletrodo 2, ainda assim, o volume

depositado por ele foi suficiente para gerar uma elevação da poça de soldagem, em virtude do material depositado. Como a velocidade de alimentação do eletrodo 2 foi consideravelmente maior quando esse se sobrepunha no volume depositado pelo primeiro eletrodo a altura do arco diminuía de tal forma que gerava curtos circuitos.

Nesse contexto, definiu-se que o eletrodo com maior velocidade de alimentação seria posicionado na frente (ligado a fonte 1) e o eletrodo de menor velocidade de alimentação atrás ligado (na fonte 2), tendo como referência o sentido da velocidade de soldagem.

A altura do arco foi o principal critério para essa decisão. Nos testes realizados, quando o eletrodo com velocidade de alimentação mais alta estava à frente, o arco se encontrava numa altura na qual ele se manteve rígido e sem ocorrência de curtos-circuitos, além disso, o arco do eletrodo com menor velocidade de alimentação não ficava tão alto, pois esse estivera aberto em cima da poça do primeiro eletrodo.

Segundo Reis (2011) o encurtamento do comprimento do arco gera um aumento em sua resistência à deflexão magnética e a sua extinção.

Com a configuração estabelecida os respectivos comprimentos dos dois arcos foram menores, o primeiro em virtude da elevada velocidade de alimentação do eletrodo da frente, e o segundo por estar com o arco sobreposto ao volume de material depositado pelo primeiro eletrodo e não diretamente no metal de base.

Outro fator explorado para as condições de soldagens com velocidades de alimentação distintas, foi escolher entre manter a frequência de pulsação entre os eletrodos e diâmetros de gota próximos ao do eletrodo ou utilizar defasagem entre as correntes.

Foram realizadas soldagens com os parâmetros mostrados na Tabela 6, essa condição foi soldada sem defasagem entre as correntes com o intuito dos diâmetros de gotas calculados serem próximos ao diâmetro do eletrodo.

A velocidade de alimentação do primeiro eletrodo foi de 12,7 m/min para corrente média 273 A com a frequência de pulso 166 Hz, calculada a partir dos parâmetros de pulsos mostrados na Tabela 6. A velocidade de alimentação do segundo arame foi de 7 m/min para uma corrente média de 140 A e a frequência de pulso foi de 128 Hz.

Tabela 6 - Parâmetros de soldagem sem defasagem para primeira camada do revestimento B e C

Revestimento B e C sobre metal de base									
Arame Fonte 1					Arame Seguidor – Fonte 2				
Ip1 (A)	tp1 (ms)	Ib1 (A)	tb1 (ms)	Valim1 (m/min)	Ip2 (A)	tp2 (ms)	Ib2 (A)	Valim2 (m/min)	tb2 (ms)
420	2	200	4	12,7	420	2	50	7,0	5,8

Fonte: Elaborada pela autora.

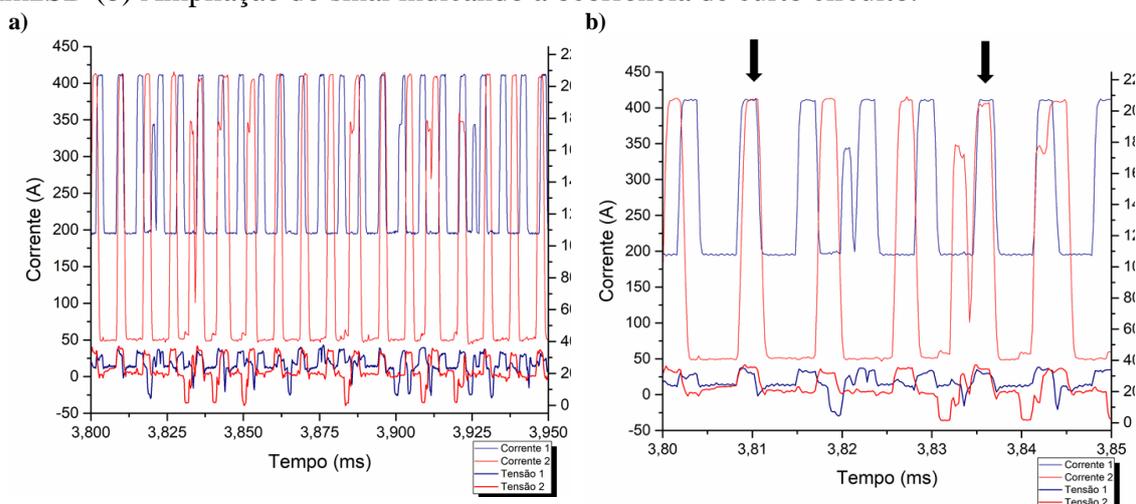
Nessa condição os diâmetros de gota apresentados foram calculados conforme a equação 2 para cada um dos eletrodos que resultou em 1,3 e 1,2 do diâmetro do eletrodo. A manutenção do diâmetro de gota próximo ao diâmetro do eletrodo é um fator importante para contribuir com a condição de uma gota por pulso na transferência metálica com características similares à goticular.

A transição da transferência globular para goticular acontece quando as forças de pressão exercidas pela ação do campo magnético na gota superam as forças de tensão superficial para gotas com diâmetros igual ao diâmetro do eletrodo. Os tamanhos reduzidos de gotas e a elevada frequência de pulso caracterizam o modo de transferência metálica goticular (LOWKE, 2009, MIRANDA, 2002).

Durante as soldagens sem defasagem entre os pulsos das correntes foi possível observar instabilidade no processo ocasionado pela independência entre os pulsos de corrente, o que tornou a interação magnética mais intensa gerando deflexões dos arcos, principalmente nos momentos em que ambos os arcos estavam nas intensidades mais elevadas de corrente.

Outro fator considerado foi a grande quantidade de ocorrência de curtos-circuitos, conforme pode ser visto na Figura 30 a) que ilustra uma parte dos sinais de tensão e soldagem adquiridos durante a soldagem nessa condição na qual é possível ver com detalhamento os instantes da ocorrência de curto circuito durante a soldagem.

Figura 30 - Oscilograma com sinais de tensão e corrente da soldagem da condição Im2SD (b) Ampliação do sinal indicando a ocorrência de curto circuito.

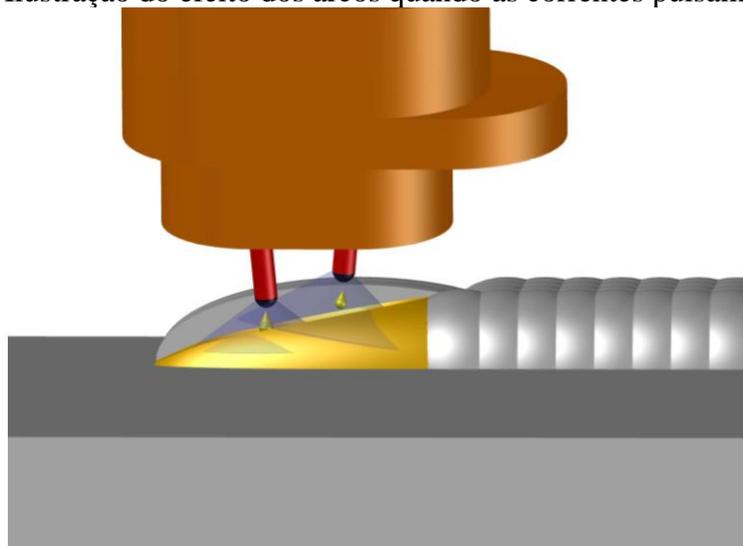


Fonte: Elaborada pela autora.

Durante as soldagens sem defasagem o momento mais crítico foi quando os tempos de pulso dos dois eletrodos ocorreram simultaneamente, pelas maiores intensidades de correntes instantâneas atuando em ambos os arcos, nesse período as duas gotas são formadas e destacadas. É possível identificar no detalhe do oscilograma da Figura 30 b) que essa situação se repetiu diversas vezes, como por exemplo, nos tempos 3,81s e 3,835s.

A Figura 31 ilustra fenômeno que ocorrem quando as correntes estão em fase (pulsos ocorrendo simultaneamente). Devido a força do campo magnético que cada um dos arcos induz no outro, conforme a Equação 4, o sopro magnético ocorre no momento de destacamento das gotas.

Figura 31 - Ilustração do efeito dos arcos quando as correntes pulsam em fase.



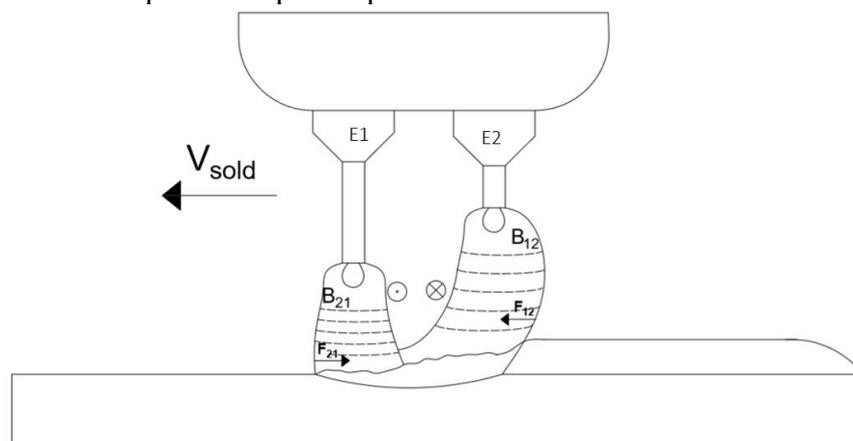
Fonte: Elaborado pela autora.

Para discutir este aspecto, foi assumido que B_{12} corresponde ao campo magnético produzido pelo arco 1 que atua no arco 2, e B_{21} o campo magnético produzido pelo arco 2 que atua no arco 1. As intensidades desses dois campos magnéticos tendem a ser a mesma, já que as correntes de pulso dos dois eletrodos correspondem ao mesmo valor, bem como, os outros fatores que influenciam o campo magnético gerado: μ_0 (permeabilidade do magnética do meio) e D_E (distância entre os eletrodos).

As forças induzidas pelos campos magnéticos gerados, F_{21} e F_{12} , dependem, conforme a Equação 5, da intensidade dos campos magnéticos B_{21} e B_{12} e da densidade de corrente de cada um dos arcos, J_1 e J_2 . A altura do arco referente ao eletrodo 1 é menor que a altura do arco do eletrodo 2, em virtude das diferentes velocidades de alimentação utilizadas, que é premissa do trabalho. Como consequência o diâmetro da coluna do arco 1 é menor que o diâmetro da coluna do arco 2. Assim, quanto menor o diâmetro do arco, maior será a respectiva densidade de corrente. No caso em questão tem-se que $J_1 \gg J_2$.

Pela equação 06 pode-se concluir que $F_{12} \gg F_{21}$. Em decorrência dessa assimetria de forças entre os arcos elétricos, o arco 2 tende a apresentar uma deflexão bem mais acentuada que o arco 1. O esquema da Figura 32 ilustra a atuação das respectivas forças e dos campos magnéticos atuando nos arcos no momento em que os pulsos de corrente estão em fase, ou seja, ocorrendo simultaneamente. Durante as soldagens foi possível observar o arco do eletrodo 2 sendo atraído em direção ao arco do eletrodo 1.

Figura 32 - Desenho esquemático da deflexão dos arcos nas soldagens sem defasagem no momento em que os tempos de pulsos de corrente ocorrem simultaneamente.



Fonte: Elaborada pela autora.

Motta (2002) destaca que arcos de alturas elevadas tendem a defletirem mais, visto que são menos rígidos. Além disso, a deflexão do arco vai interferir tanto no destacamento como na trajetória das gotas. A deflexão de um arco no instante de destacamento e, conseqüentemente, a direção da trajetória seguida pela gota, estão relacionadas com as correntes instantâneas que passam pelos arcos e não com a corrente média.

O autor ainda explica que no momento do destacamento da gota, essa sofre a influência da deflexão do arco. Enquanto a gota se encontra aderida ao eletrodo, está conduzindo corrente e, portanto, ainda sujeita a ação de uma força similar àquela que age sobre o arco voltaico, o que causa seu desvio em relação ao eixo do eletrodo.

Reis (2011) destaca que os desvios das gotas provenientes do arco seguidor (arco de trás) são maiores, confirmando que este arco apresenta uma deflexão mais intensa que o arco líder (arco da frente).

Desse modo, a intensa geração de respingos observada na soldagem da condição sem defasagem, conforme visto na Figura 33 deve-se ao efeito das diferentes combinações de correntes instantâneas que, por sua vez, geraram diferentes ângulos de deflexões nos momentos de destacamento das gotas, desviando suas trajetórias da poça mesmo com gotas de diâmetros próximos ao diâmetro do eletrodo, e se aproximando da condição de uma gota por pulso.

Figura 33 - Cordões soldados sem defasagem entre os pulsos.



Fonte: Elaborado pela autora.

Diante desses resultados, optou-se por manter frequências iguais e assim possibilitar a defasagem dos pulsos de corrente com o intuito de estabilizar os arcos e reduzir respingos. A frequência de pulsação para os dois arames permaneceu em 125 Hz, calculados a partir dos parâmetros de pulso mostrados na Tabela 7. Os diâmetros de gota foram superiores de 1,4 e 1,2 vezes o diâmetro do eletrodo.

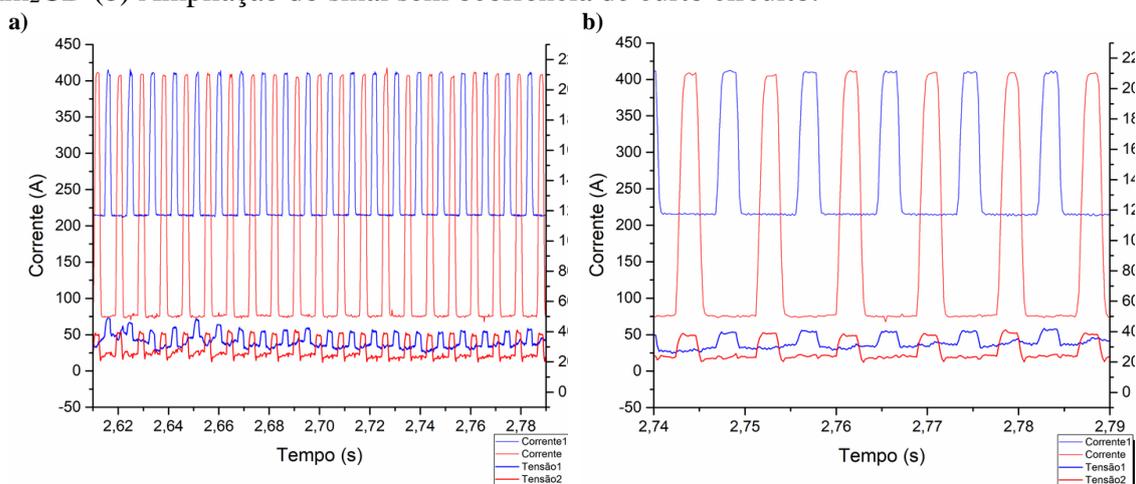
Tabela 7 - Parâmetros de soldagem com defasagem entre pulsos para revestimentos B (65% AWS ERNiCrMo-4 e 35% AWS ERNiCrMo-3).

Revestimento B sobre metal de base									
Arame Mestre – AWS ERNiCrMo-4					Arame Seguidor – AWS ERNiCrMo-3				
Ip1 (A)	tp1 (ms)	Ib1 (A)	tb1 (ms)	Valim1 (m/min)	Ip2 (A)	tp2 (ms)	Ib2 (A)	Valim2 (m/min)	def (ms)
420	2	200	6	12,0	420	2	50	6,7	4

Fonte: Elaborado pela autora.

As soldagens realizadas utilizando defasagem entre as correntes mostraram-se consideravelmente mais estáveis. Configurou-se a sincronização dos pulsos de corrente de ambos eletrodos de tal forma que, os instantes de intensidade máxima de corrente do eletrodo, que está no período de pulso, coincidam com os instantes de menor intensidade de corrente do outro eletrodo, que está no período de base. Pode-se observar pela análise da Figura 34 a) a ausência de curtos-circuitos nestas soldagens, na ampliação do sinal na Figura 34 b) é claro visualizar que os pulsos dos dois eletrodos não ocorreram no mesmo instante.

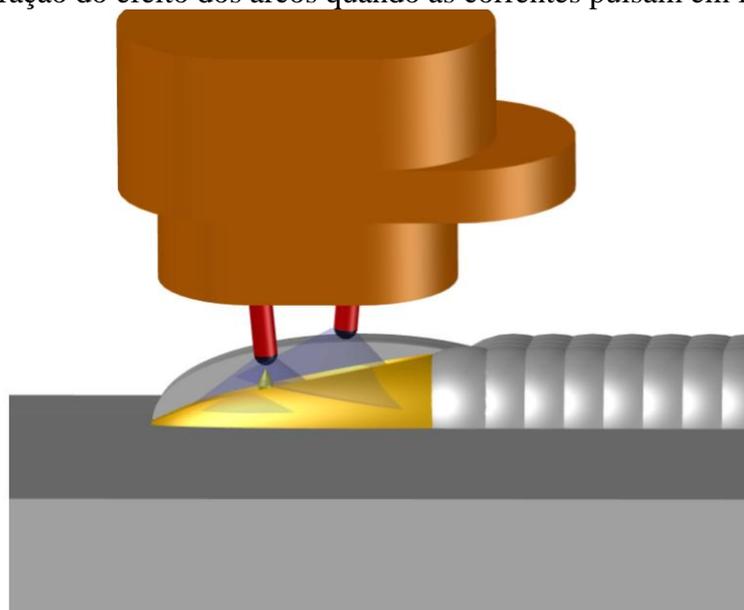
Figura 34 - Oscilograma com sinais de tensão e corrente da soldagem da condição Im₂CD (b) Ampliação do sinal sem ocorrência de curto circuito.



Fonte: Elaborado pela autora.

Durante as soldagens com defasagem o momento mais crítico é no tempo de pulso do eletrodo 1, pela maior diferença entre as correntes instantâneas, que são I_{p1} 420 A e I_{b2} 75 A. Já no tempo de pulso do eletrodo 2 as correntes são mais próximas I_{p2} 420 A e I_{b1} 220 A. A Figura 35 ilustra efeito dos arcos observado durante as soldagens no momento de destacamento da gota do eletrodo 1. O arco do eletrodo 2 se encontra no momento de base e é intensamente defletido em direção ao arco do eletrodo 1, já o arco do eletrodo 1 quase não sofre deflexão no momento de destacamento da gota, em virtude da defasagem entre as correntes.

Figura 35 - Ilustração do efeito dos arcos quando as correntes pulsam em fase.



Fonte: Elaborado pela autora.

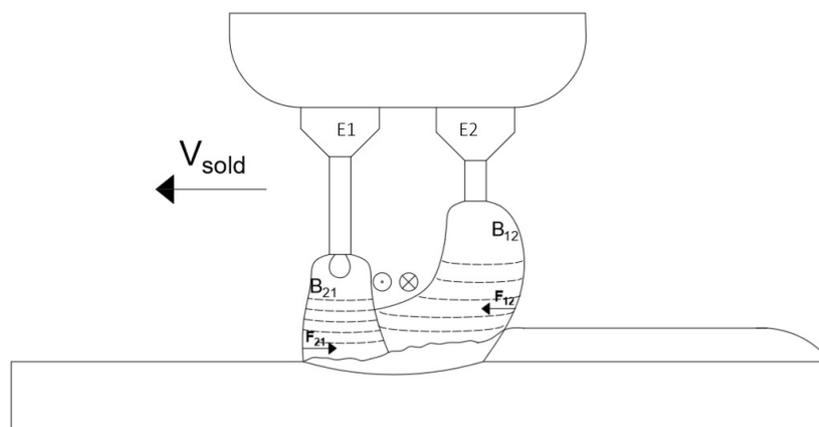
Nas soldagens realizadas nessa condição foi possível observar a intensa deflexão do arco detrás (menor velocidade de alimentação) porém, foi possível perceber que a deflexão era mais significativa enquanto no eletrodo não estava no período de destacamento de gota.

Assim como na condição anterior sem defasagem, existirá o campo magnético gerado em cada um dos arcos pelo outro eletrodo, B_{12} o campo magnético que o arco 1 gera no arco 2 e B_{21} o campo magnético que o arco 2 gera no arco 1. No momento do pulso do eletrodo 1, segundo a Equação 4, a intensidade de $B_{21} \ll B_{12}$, já que I_1 é consideravelmente maior que I_2 e os outros fatores como o μ_0 (permeabilidade magnética do meio) e D_E (distância entre os eletrodos), permanecem os mesmos.

A relação entre as densidades de corrente dos arcos continua $J_1 \gg J_2$. Assim como na condição avaliada anteriormente em virtude das distintas velocidades de alimentação a altura do arco referente ao eletrodo 1 é consideravelmente menor que a altura do arco do eletrodo 2, logo o diâmetro da coluna do arco 1 é menor que o diâmetro do arco da coluna do arco 2. Além disso, no momento avaliado tem-se a corrente $I_1 \gg I_2$.

Pela equação 06 pode-se concluir que $F_{12} \gg F_{21}$ em decorrência dessa assimetria de forças entre os arcos elétricos. O arco 2 tende a apresentar uma deflexão bem mais acentuada que o arco 1, conforme pode ser visto no esquema da Figura 36. Durante as soldagens foi possível observar o arco do eletrodo 2 sendo atraído em direção ao arco do eletrodo 1.

Figura 36 - Desenho esquemático da deflexão dos arcos nas soldagens com defasagem no momento de pulso da corrente do eletrodo 1.



Fonte: Elaborado pela autora.

Embora durante as soldagens tenha sido observado que o arco 2 tenha apresentado maior deflexão, é possível visualizar na Figura 37 que as soldas resultantes da condição com defasagem entre as correntes foram sem defeitos e sem intensa geração de respingos, diferente do que foi identificado nas condições sem defasagem.

Esse resultado pode ser justificado pelo fato de a deflexão do arco ter ocorrido intensamente enquanto a corrente estava no período da base, nessa condição, não há destacamento de gota, logo não ocorreu respingos decorrentes de gotas que foram desviadas de suas trajetórias devido aos desvios sofridos pelos respectivos arcos voltaicos, nos instantes de destacamentos de gotas.

Figura 37- Cordões soldados com defasagem entre as correntes.



Fonte: Elaborado pela autora.

Os parâmetros utilizados a partir da segunda camada encontram-se na Tabela 8. Também em decorrência da maior fluidez da poça, assim como na soldagem com mesma velocidade de alimentação nos eletrodos, foram ajustadas as velocidades de alimentação para se manter a altura do arco. Os valores podem ser conferidos na Tabela 8.

Tabela 8 - Parâmetros de soldagem com defasagem entre pulsos para revestimento B (65% AWS ERNiCrMo-4 e 35% AWS ERNiCrMo-3).

Revestimento B sobre liga de níquel									
Arame Mestre – AWS ERNiCrMo-4					Arame Seguidor – AWS ERNiCrMo-3				
Ip1 (A)	tp1 (ms)	Ib1 (A)	tb1 (ms)	Valim1 (m/min)	Ip2 (A)	tp2 (ms)	Ib2 (A)	Valim2 (m/min)	def (ms)
420	2	200	6	12,2	420	2	50	6,7	4

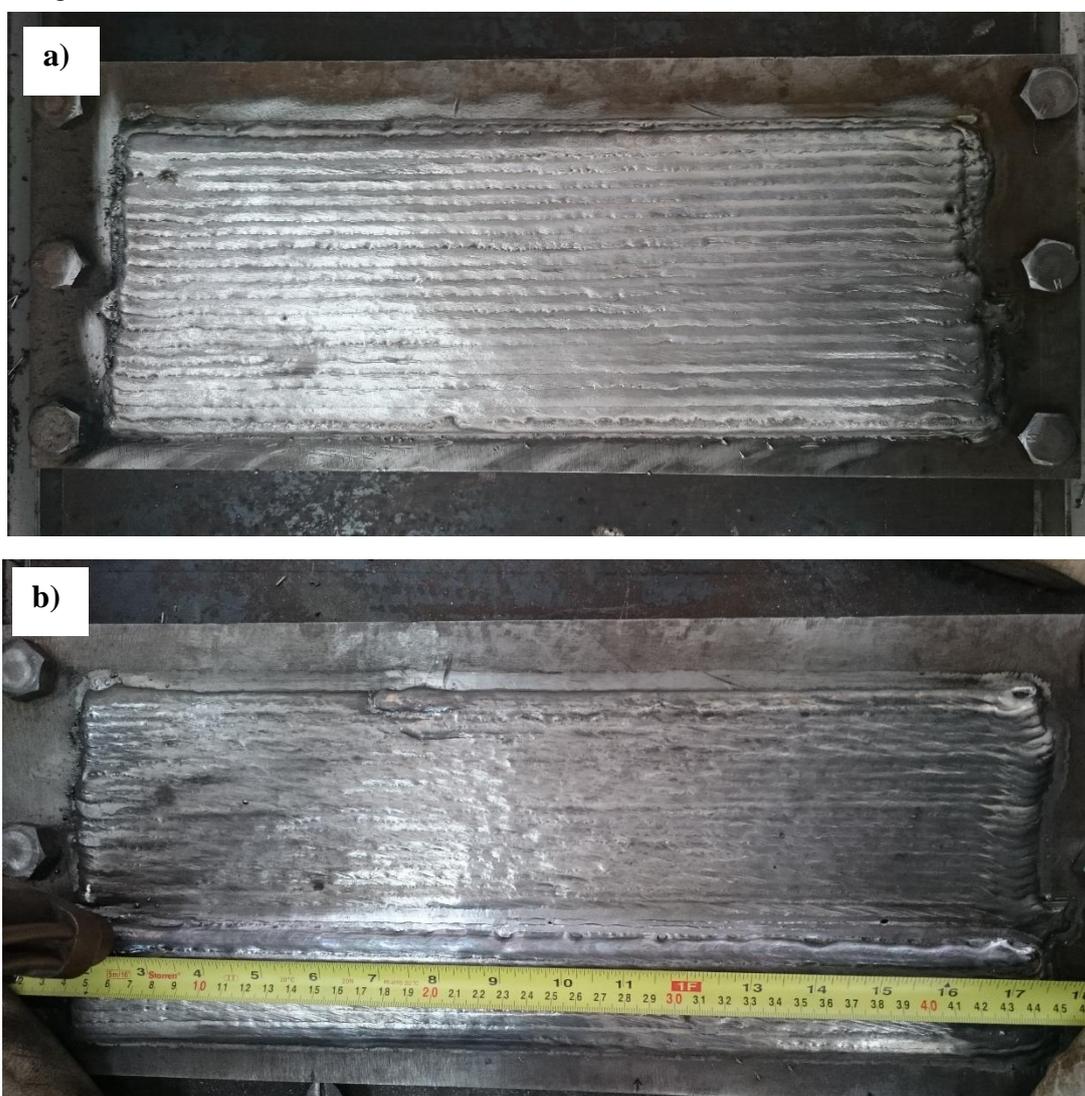
Fonte: Elaborada pela autora.

5.1.2 Soldagem dos revestimentos

As energias utilizadas na soldagem do revestimento da liga *in-situ* A foram de 0,57 kJ/mm na primeira camada e de 0,66 kJ/mm nas camadas subsequentes, em todas as camadas a velocidade de soldagem foi de 1000 mm/min.

As soldagens desses revestimentos foram compostas de 04 camadas, para que se fosse possível atingir a altura mínima de reforço que era de 15 mm de revestimento. O revestimento da liga *in-situ* A, visualizado na Figura 38, foi soldado com 350 mm de comprimento e 140 mm de largura e 15 mm de altura.

Figura 38 - Revestimento liga *in-situ* A (50% AWS ERNiCrMo-3 e 50% AWS ERNiCrMo-4) a) Revestimento acabado com 04 camadas b) Fase intermediária soldagem 2ª camada.



Fonte: Elaborado pela autora.

Em virtude da falta de uniformidade na altura do reforço, como pode ser visto na Figura 39 a chapa do revestimento usinada não teve dimensões suficiente para retirar todos os corpos de prova a serem analisados.

Figura 39 - Seção transversal do revestimento da liga *in-situ* A.

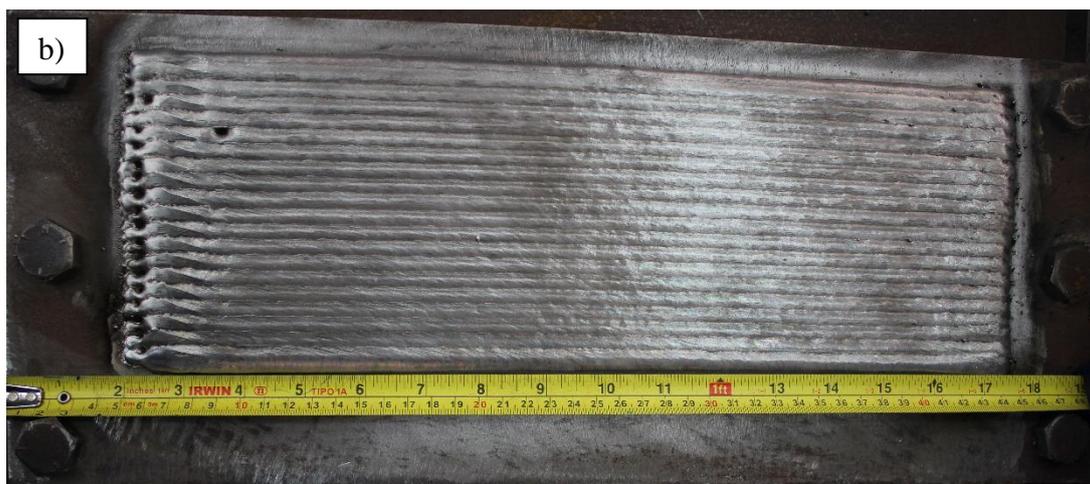


Fonte: Elaborado pela autora.

Desse modo, se fez necessária a realização da soldagem de um novo revestimento da liga *in-situ* A, visualizado na Figura 40, cujos parâmetros utilizados foram idênticos aos utilizados no primeiro revestimento da liga *in-situ* A soldado.

Figura 40 – Segundo Revestimento da liga *in-situ* A (50% AWS ERNiCrMo -3 e 50% AWS ERNiCrMo-4) a) Revestimento acabado com 04 camadas b) Fase intermediária soldagem 2ª camada



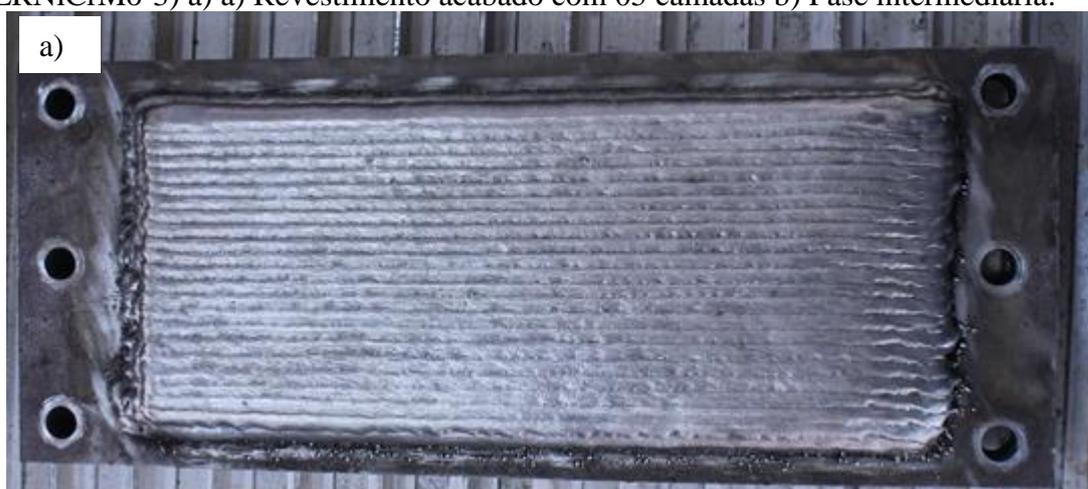


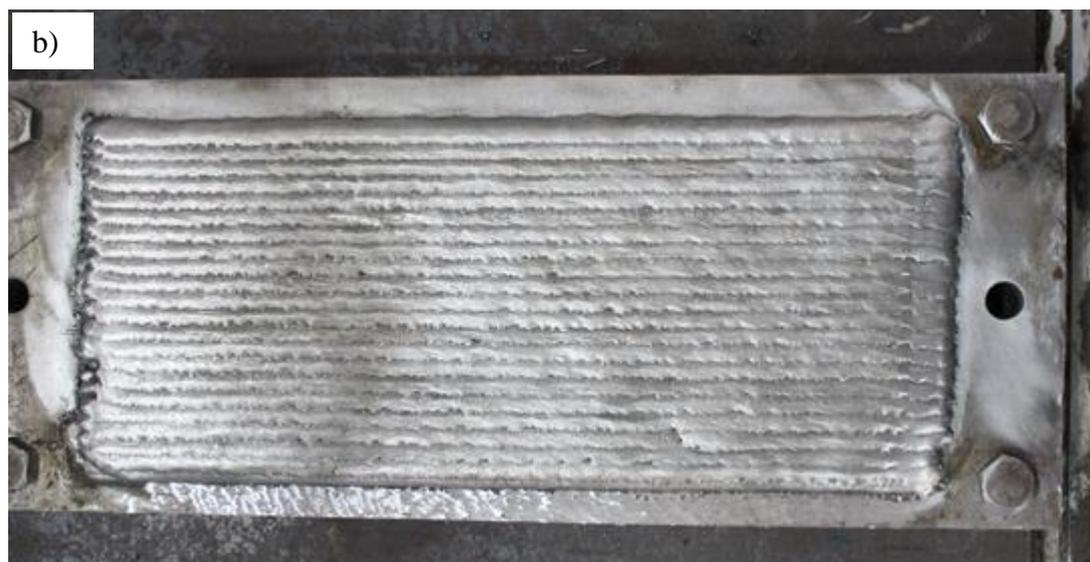
Fonte: Elaborado pela autora.

A energia utilizada na soldagem do revestimento da liga *in-situ* B foi de 0,70 kJ/mm, na primeira camada a velocidade de soldagem foi de 1000 mm/min enquanto que nas demais camadas foi de 1050 mm/min. Os valores de velocidade de soldagem foram ajustados conforme a variação das velocidades de alimentação com a intenção de se manter o volume de material depositado nessas condições.

Esse revestimento foi composto por 05 camadas, para que se fosse possível atingir a altura mínima de reforço de 15 mm de revestimento. O revestimento da liga *in-situ* B visualizado na Figura 41 foi soldado com 370 mm de comprimento e 170 mm de largura e 17 mm de altura.

Figura 41 - Revestimento da liga *in-situ* B (65% AWS ERNiCrMo-4 e 35% AWS ERNiCrMo-3) a) a) Revestimento acabado com 05 camadas b) Fase intermediária.





Fonte: Elaborado pela autora.

Na soldagem do revestimento da liga *in-situ* C também se optou pela soldagem com defasagem entre as correntes, mantendo a mesma frequência de pulsação utilizou-se como base para a definição dos parâmetros de soldagem dessa condição os definidos anteriormente para soldagem do revestimento da liga *in-situ* B, diferenciando nas velocidades de alimentação, como se pode conferir na Tabela 9 por se tratarem de materiais e terem suas particularidades. os parâmetros utilizados na primeira camada estão detalhados na Tabela 9.

Tabela 9 - Parâmetros de soldagem da primeira camada do revestimento da liga *in-situ* C (65% AWS ERNiCrMo-4 e 35% AWS ERNiCrMo-3).

Revestimento C sobre metade base									
Arame Mestre – AWS ERNiCrMo-3					Arame Seguidor – AWS ERNiCrMo-4				
Ip1 (A)	tp1 (ms)	Ib1 (A)	tb1 (ms)	Valim1 (m/min)	Ip2 (A)	tp2 (ms)	Ib2 (A)	Valim2 (m/min)	Def (ms)
420	2	200	6	11,8	420	2	50	6,9	4

Fonte: Elaborado pela autora.

Os parâmetros utilizados a partir da segunda camada foram ajustados também com o intuito de se manter a altura do arco. Os valores podem ser conferidos na Tabela 10.

Tabela 10 - Parâmetros de soldagem da 2^a à 5^a camada do revestimento da liga *in-situ* C (65% AWS ERNiCrMo-4 e 35% AWS ERNiCrMo-3).

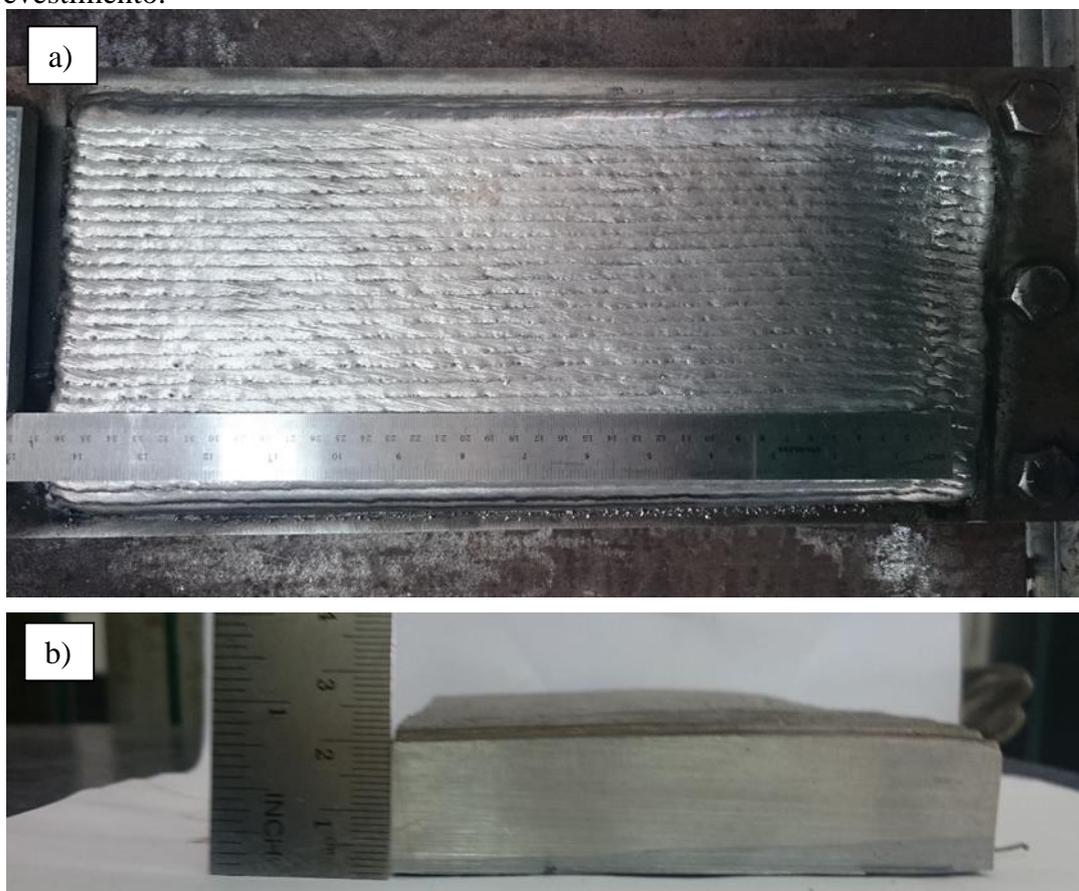
Revestimento C sobre liga de níquel									
Arame Mestre – AWS ERNiCrMo-3					Arame Seguidor – AWS ERNiCrMo-4				
Ip1 (A)	tp1 (ms)	Ib1 (A)	tb1 (ms)	Valim1 (m/min)	Ip2 (A)	tp2 (ms)	Ib2 (A)	Valim2 (m/min)	def (ms)
420	2	200	4	12,4	420	2	50	7,3	5,8

Fonte: Elaborado pela autora.

As energias utilizadas foram de 0,65 kJ/mm na primeira camada e de 0,62 kJ/mm nas camadas subsequentes. Na primeira camada, a velocidade de soldagem foi de 950 mm/min enquanto que nas demais camadas foi de 1000 mm/min.

A soldagem do revestimento da liga *in-situ* C foi composta de 05 camadas, para que se fosse possível atingir a altura mínima de reforço que era de 15 mm de revestimento. O revestimento da liga *in-situ* C visualizado na Figura 42 foi soldado com 370 mm de comprimento e 190 mm de largura e 15 mm de altura.

Figura 42 - Revestimento da liga *in-situ* C (65% AWS ERNiCrMo-3 e 35% AWS ERNiCrMo-4) a) Revestimento acabado com 05 camadas b) Detalhe da altura do revestimento.



Fonte: Elaborado pela autora.

5.2 Caracterização Microestrutural dos Revestimentos

Após o estudo para a definição dos parâmetros de soldagem, bem como, a soldagem dos revestimentos, procedeu-se avaliação das características metalúrgicas dos materiais envolvidos dando ênfase aos aspectos microestruturais dos metais de solda resultantes, que a partir desse tópico serão referenciados como liga *in-situ* A, liga *in-situ* B, liga *in-situ* C, ressaltando que o metal de solda de cada um dos respectivos revestimentos A, B e C foram produzidos durante a soldagem.

5.2.1 Macrosegregação das ligas

A análise da composição química das ligas obtidas foi realizada por meio de fluorescência de raio-X e os resultados encontram-se na Tabela 11.

Tabela 11 - Composição química das ligas (%peso)

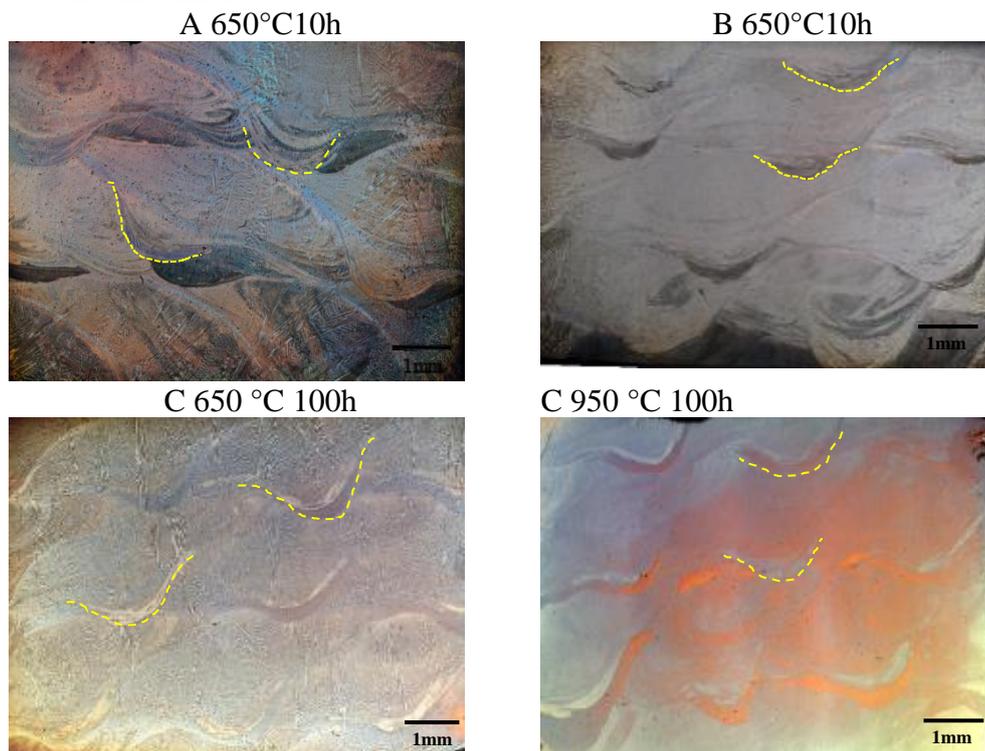
	Al	Si	P	Ti	Va	Cr	Mn	Fe	Ni	Nb	Mo	W	Co
A	0,5	0,9	0,1	0,1	0,1	17,8	0,2	4,6	56,6	1,5	15,6	1,5	0,1
B	0,7	1,1	0,1	0,0	0,2	17,3	0,3	3,9	56,3	1,2	16,9	2,0	0,1
C	0,5	0,8	0,1	0,1	0,0	18,8	0,2	2,2	59,4	2,0	14,5	1,2	0,1

Fonte: Elaborado pela autora.

É possível destacar que o teor dos elementos como Mo, Cr, Nb e W são aproximadamente a média ponderada entre as composições da liga Inconel 625 e da Hastelloy C 276 de acordo com as respectivas proporções, indicando que os parâmetros utilizados atingiram o objetivo de obter um metal de solda com combinações pré-estabelecidas de cada material.

A partir das macrografias do metal de solda foram identificadas regiões com diferenças em termos de contraste por ataque químico. Tais heterogeneidades macroestruturais são apresentadas na Figura 43. Essas regiões foram inicialmente observadas nas condições como soldado, ou seja, resultado da solidificação própria da poça de fusão, e que permaneceram presentes e observadas nas condições submetidas à tratamento de envelhecimento térmico.

Figura 43 – Macrografias apresentando a heterogeneidade em diferente temperaturas e tempos de envelhecimento



Fonte: Elaborada pela autora.

A distinção das regiões em termos dos diferentes contrastes indica a possibilidade de diferenciá-las, nesse sentido posteriormente as análises de microscopia ótica foram realizadas análises em MEV para identificar tais regiões e realizar microanálises de composição química por meio de análises de EDS.

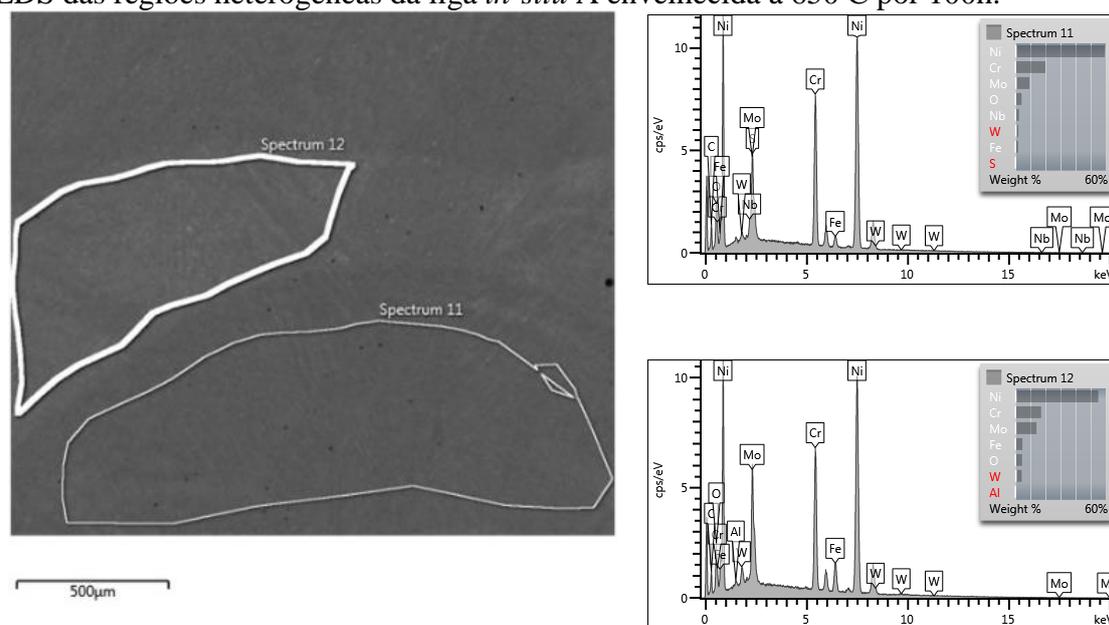
Na Figura 44 é possível observar duas regiões que possuem composições distintas. Os resultados mostrados na Tabela 12, são referentes às análises de EDS realizadas nas regiões indicadas na Figura 44 a). Os resultados indicaram que a composição química da região indicada pelo espectro 11 apresenta-se com uma mistura parcial entre as ligas, indicada pela presença simultânea de elementos que são exclusivos de cada uma das ligas, como a do Nb característico da liga Inconel 625 e do W da liga Hastelloy C-276.

Embora exista a presença desses dois elementos foi possível verificar que o teor de elementos como Cr, Mo se aproximam mais da composição apresentada pela liga Inconel 625, porém o teor de Nb foi menor que o da referida liga em sua condição pura. Além disso, o teor de Fe apresenta-se consideravelmente maior que o da liga Inconel 625, sendo a presença deste elemento em maior concentração o resultado da mistura entre as ligas, por meio da contribuição da liga Hastelloy C-276 na produção da liga *in-situ* A.

Na Figura 44 é observada uma região estreita, mais clara que corresponde ao espectro 12. A sua composição química é igualmente apresentada na Tabela 12. Com base na análise dos resultados de EDS, observa-se que os elementos presentes nessa região coincidem com os contidos na liga Hastelloy C-276. Ressalta-se que o percentual de Cr apresentado nessa região foi elevado, apesar do Nb não ter sido contabilizado na composição química dessa região, ressalta-se que o percentual do Cr próximo ao da liga *in-situ* A, sendo maior que o da liga Hastelloy C-276, enquanto que o percentual de Mo nessa região apresenta uma em relação ao existente na Hastelloy C-276.

Logo, embora não tenha sido contabilizado a participação de Nb, as observações a respeito do percentual de Cr e Mo são indícios de que nessa região houve uma mistura parcial entre os materiais de adição, porém com maior participação da liga Hastelloy C-276.

Figura 44 – Imagem obtida por MEV no modo SE e composição química obtida por EDS das regiões heterogêneas da liga *in-situ* A envelhecida à 650 C por 100h.



Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 12 - Composição química das diferentes regiões da liga *in-situ* A envelhecida à 650 C por 100h.

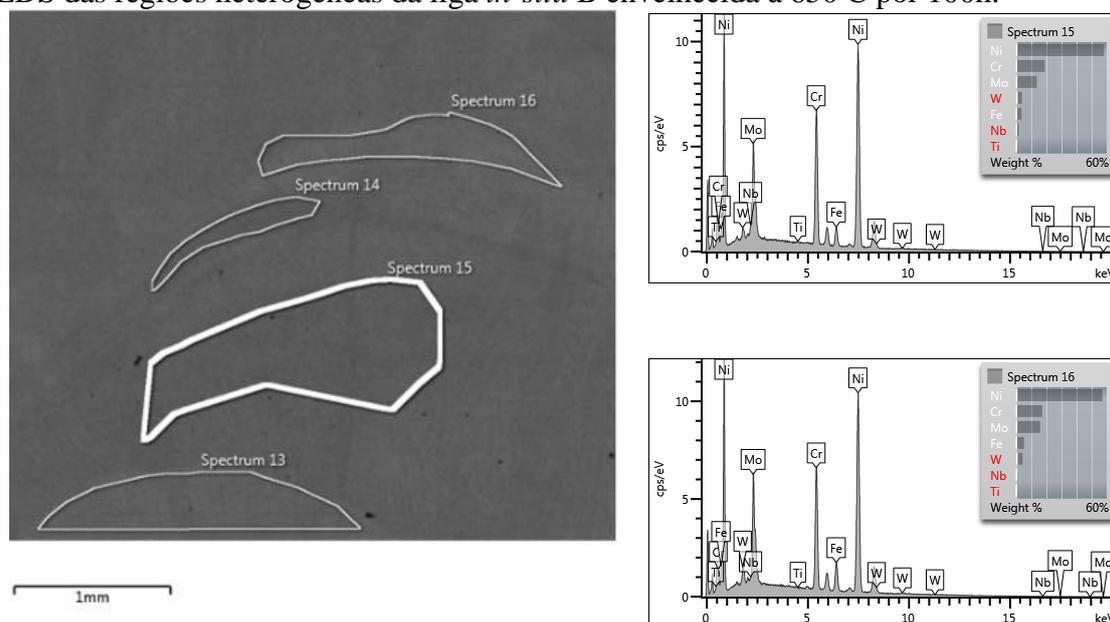
Espectro	Al	Cr	Fe	Ni	Nb	Mo	W
11		20,0	2,0	59,3	2,5	9,4	2,1
12	0,3	17,1	4,7	55,1		14,1	4,2

Fonte: Elaborado pela autora.

A mesma metodologia foi aplicada à análise das demais ligas. Ao analisar a composição química do metal de solda da liga *in-situ* B, apresentada na Figura 45, identificou-se a presença de diferentes regiões com padrão micrográfico ligeiramente diferentes, com base em alterações de contraste na formação da imagem de MEV operando no modo SE.

A região correspondente à análise obtida no espectro 15, tem sua composição química apresentada na Tabela 13. A análise dos dados de concentração dos elementos mostrou que esta região possui composição química semelhante à esperada para a liga *in-situ* B, indicando que nessa região foi obtido um metal de solda com a participação das duas ligas, bem próximo da proporção estabelecida nessa condição. Embora a região indicada pelo espectro 16 apresenta uma discreta participação do Nb, a composição química encontrada é muito próxima àquela esperada para a liga Hastelloy C-276, conforme é mostrada na Tabela 13.

Figura 45 – Imagem obtida por MEV no modo SE e composição química obtida por EDS das regiões heterogêneas da liga *in-situ* B envelhecida à 650 C por 100h.



Fonte: Elaborado pela autora.

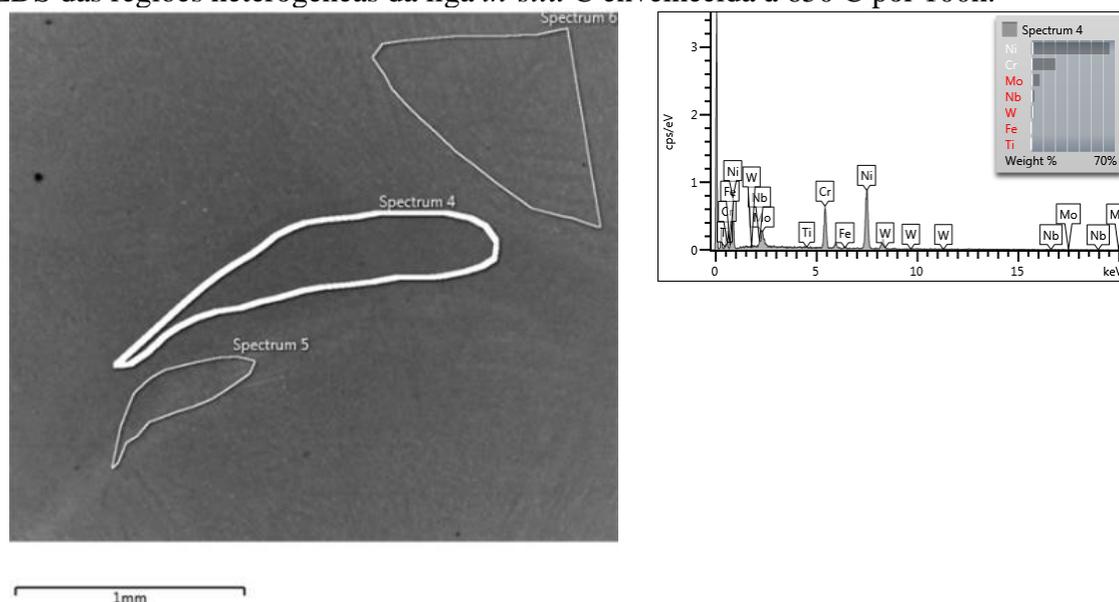
Tabela 13 - Composição química das diferentes regiões da liga *in-situ* B envelhecida à 650 C por 100h

Espectro	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	Mo	W
15	0,1	18,9	3,5	58,3	1,7	13,6	3,9
16		17,3	5,2	57,1	0,4	15,8	4,2

Fonte: Elaborado pela autora.

A análise do metal de solda da liga *in-situ* C, foi semelhante ao apresentado pelas outras duas ligas. Na Figura 46 visualiza-se uma região mais escura (espectro 4) cuja a composição química obtida que é mostrada na Tabela 14 e aproxima-se mais da liga Inconel 625 do que a da mistura, e a região mais clara (espectro 5), possui combinação de elementos que indica a mistura das ligas, porém não nas proporções estabelecidas.

Figura 46 - Imagem obtida por MEV no modo SE e composição química obtida por EDS das regiões heterogêneas da liga *in-situ* C envelhecida à 650 C por 100h.



Fonte: Elaborado pela autora.

Tabela 14 - Composição química das diferentes regiões da liga *in-situ* C envelhecida à 650 C por 100h.

Espectro	Ti	Cr	Fe	Ni	Nb	Mo	W
4	0,2	20,4	1,1	65,5	2,9	7,1	1,6
5		18,6	4,8	56,9	2,1	10,0	2,3

Fonte: Elaborado pela autora.

Em diversos trabalhos é destacada uma heterogeneidade na interface entre metal de base e metal de solda distintos, essa região é caracterizada pela mistura incompleta entre os materiais.

Em soldagens dissimilares realizadas por Banovic *et al.* (2002) foi possível observar a presença de duas regiões distintas, as zonas compostas pela mistura total das ligas e as zonas não misturadas. O autor explica que esse comportamento ocorre próximo a linha de fusão devido a presença da camada limite estagnada.

Na soldagem com ligas de níquel Silva (2010) e Aguiar (2011) observaram na interface entre o metal de solda e o metal de base uma zona parcialmente misturada (ZPM). Silva (2010) explica que a mistura incompleta entre o volume líquido do metal de solda e o metal de base fundido no contorno da poça de fusão e o gradiente de composição química observado na ZPM pode ser atribuído ao mecanismo de escoamento do metal líquido no interior da poça de fusão.

Segundo Fox *et. al.* (2004) um líquido escoando sobre uma superfície sólida apresenta uma zona cuja velocidade varia desde a velocidade de escoamento até zero na adjacência com o sólido, a qual é denominada de camada limite.

Assim, embora existam diversas forças motrizes no processo de soldagem, que causam uma intensa agitação no metal líquido na poça de fusão, ainda assim, na linha de fusão onde a agitação é enfraquecida, o líquido pode encontrar-se estagnado ou sob escoamento laminar, impedindo, desse modo, sua completa mistura. (SAVAGE, *et al.*, 1976).

A heterogeneidade encontrada nas diversas regiões das amostras analisadas é resultado do arranjo de várias regiões com composições químicas distintas, que por vezes se aproxima da composição da mistura e em outros locais assemelha-se a das ligas isoladas.

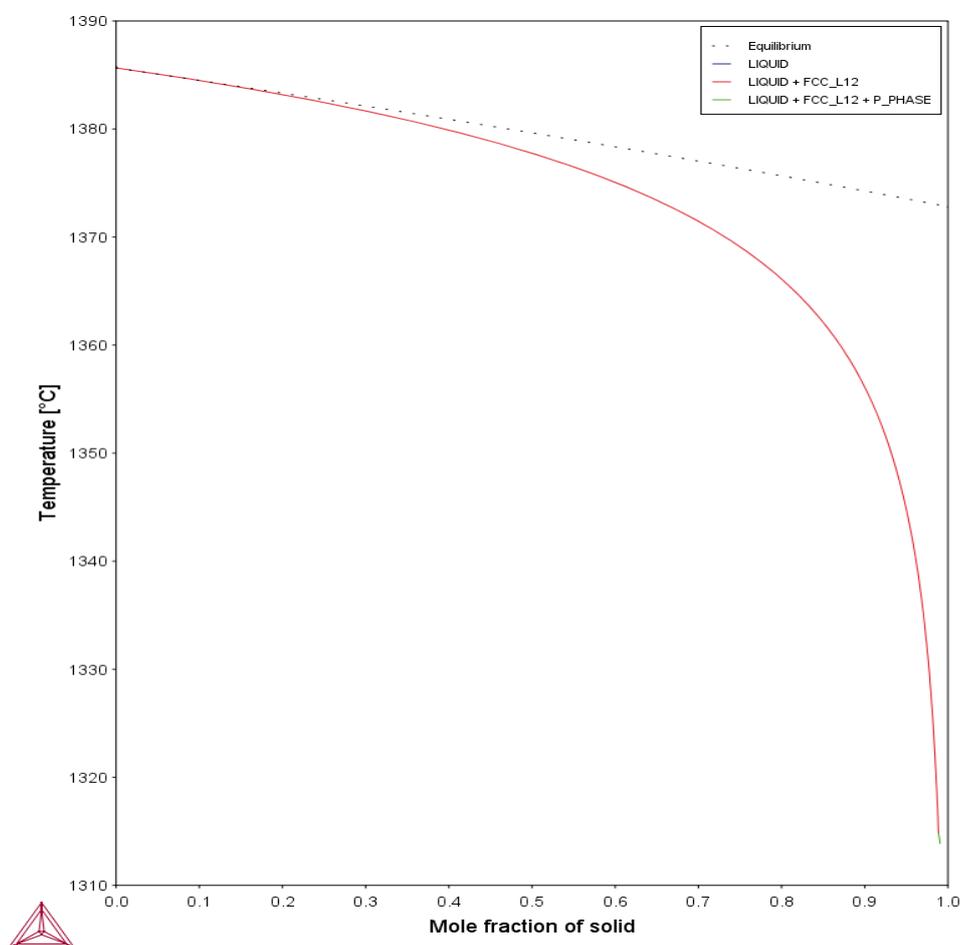
A macrosegregação foi observada ao longo de várias regiões das diversas camadas do metal de solda dos revestimentos, não se limitando apenas à interface entre aço e liga de níquel. Destacando que essa heterogeneidade foi apresentada tanto nas soldagens com mesma velocidade de alimentação para os dois eletrodos, como para as realizadas com velocidades distintas entre eles.

Esse resultado difere do apresentado anteriormente com soldagem de revestimentos com uma única camada realizada, pelo processo duplo arame misturando as ligas Inconel 625 e Hastelloy C 276, por Pessoa (2014) nas quais os metais de solda resultantes que apresentaram homogeneidade de composição química.

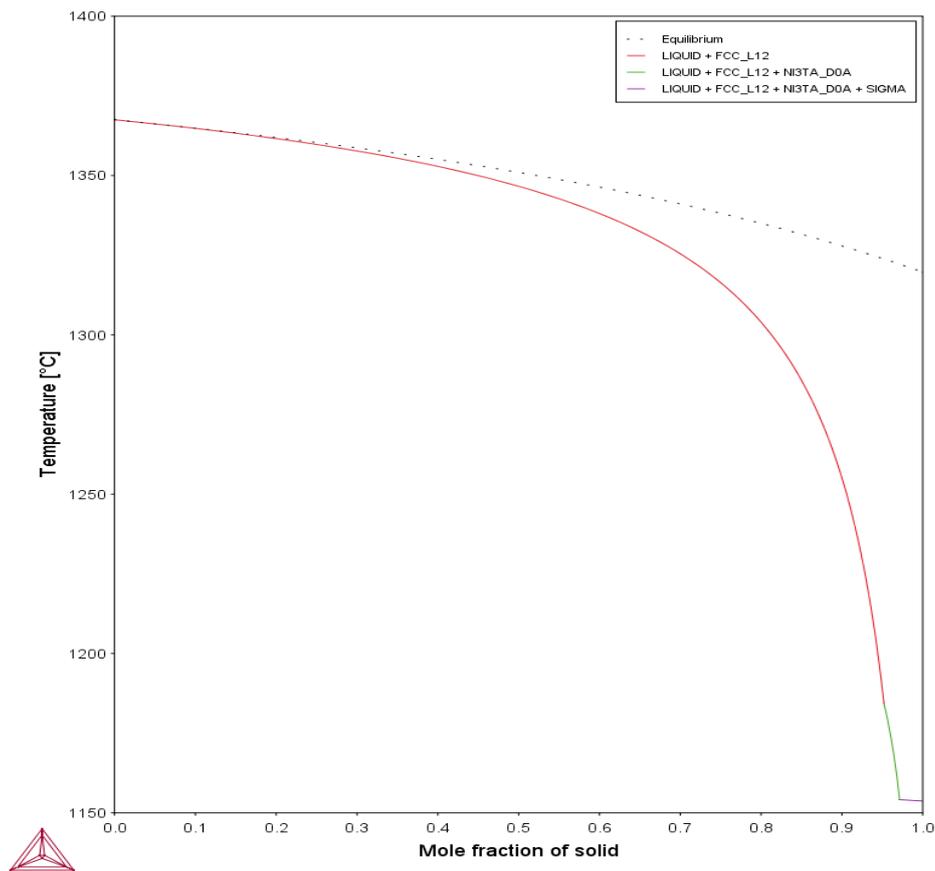
O autor explicou que essa homogeneidade foi resultado da intensa convecção do metal líquido, tendo sido os movimentos convectivos da poça de fusão suficientes para equalizar a distribuição dos elementos químicos em nível macroscópico. A macrosegregação encontrada pelo autor limitou-se a região da interface entre o aço carbono e a liga de níquel.

Utilizou-se o programa de simulação Thermocalc® para levantar os gráficos de solidificação das ligas Inconel 625, Hastelloy C 276, liga *in-situ* A, liga *in-situ* B e liga *in-situ* C, que utiliza o modelo desenvolvido por Scheil-Guliver para descrever a rejeição do soluto e a fração sólida em função da queda de temperatura num processo de resfriamento. Pela análise da Figura 47 foi possível identificar as faixas de solidificação das ligas Hastelloy C 276 que foi 1385°C – 1313°C e da liga Inconel 625 que foi 1367°C – à 1153°C.

Figura 47 - Simulação de gráfico de Scheil paras as ligas Hastelloy C276 e Inconel 625
a)



b)

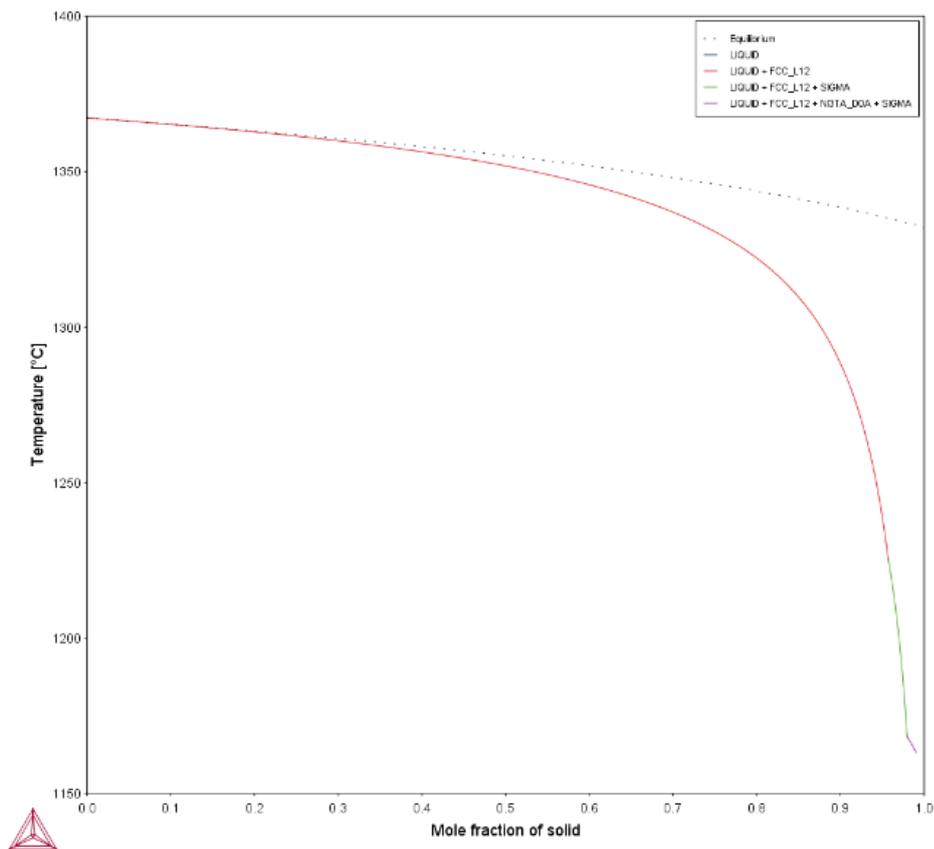


Fonte: Elaborada pela autora.

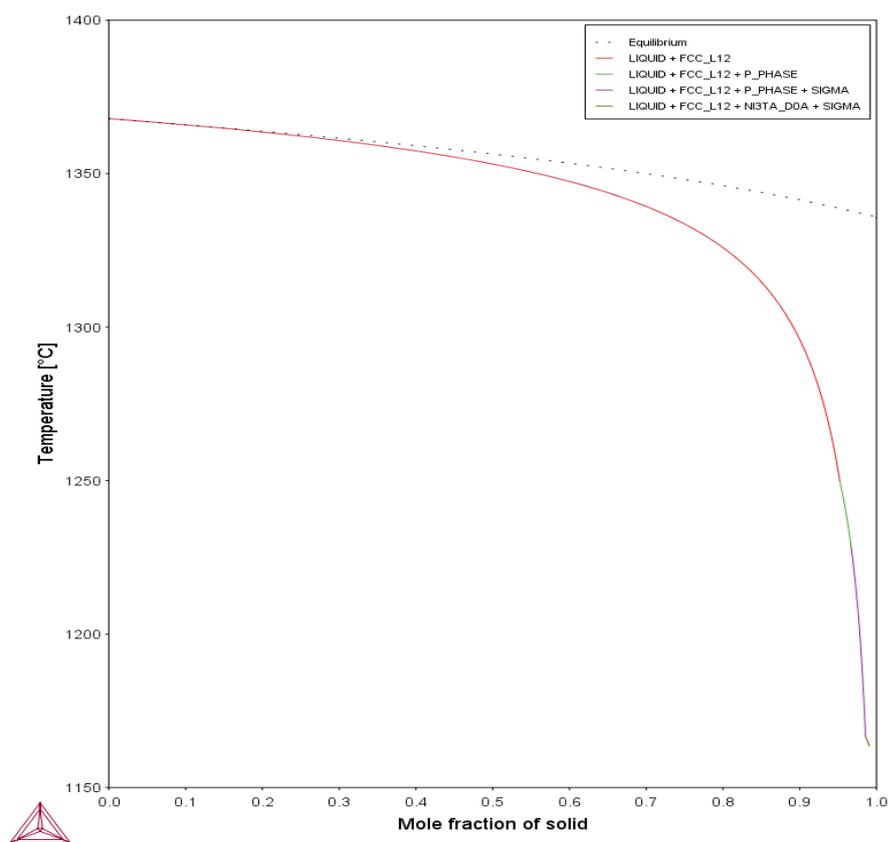
Pela análise da Figura 48 observou-se a faixa de solidificação das ligas resultantes das misturas realizadas nas diferentes proporções de metais de adição realizadas no trabalho que foram: liga A 1367°C - 1163°C, liga B 1368°C – 1163°C, liga C 1349°C – 1158°C.

Figura 48 - Simulação de gráfico de Scheil para: a) liga A (50% Hastelloy C 276 + 50% Inconel 625) b) liga B (65% Hastelloy C 276 + 35% Inconel 625). e c) liga C (65% Inconel 625 + 35% Hastelloy C 276).

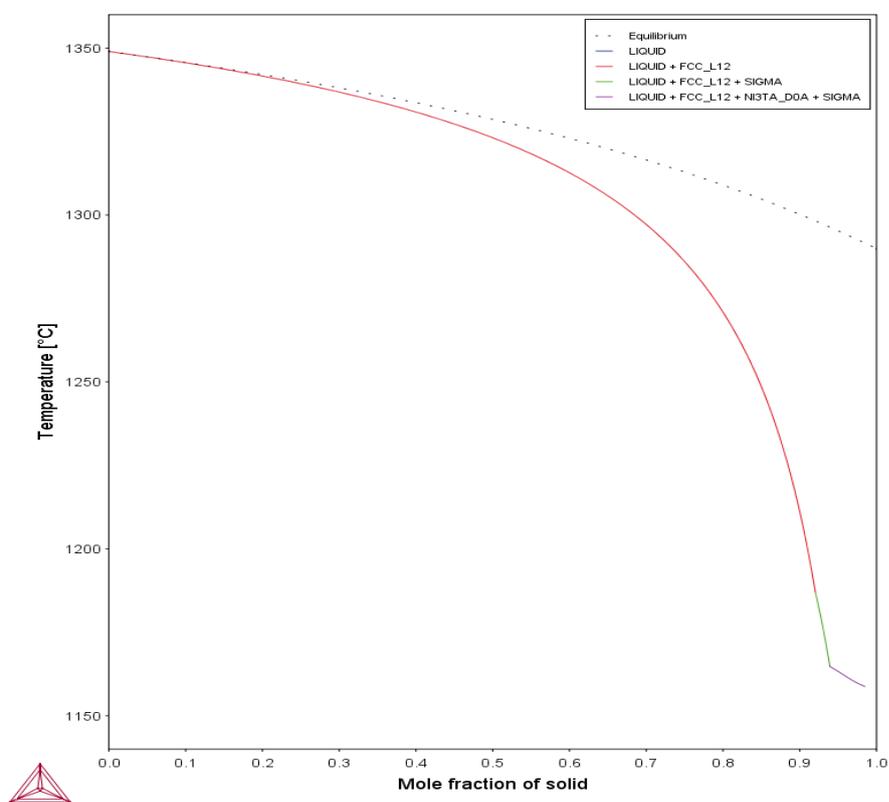
a)



b)



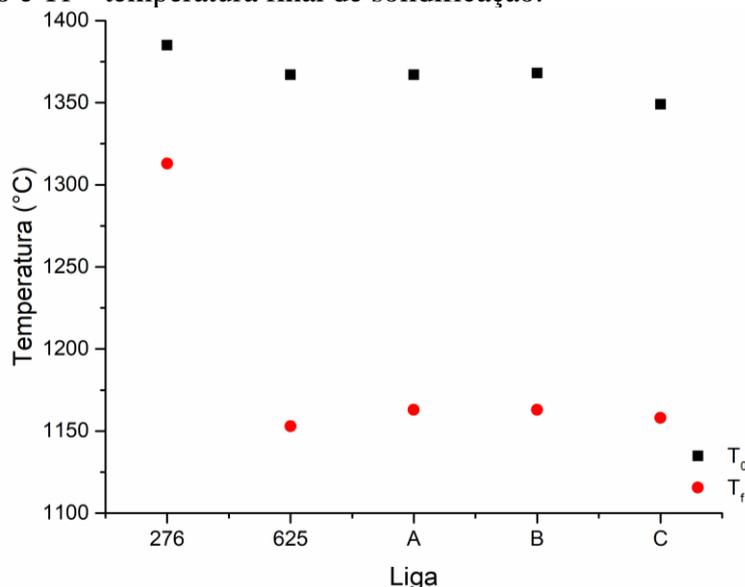
c)



Fonte: Elaborado pela autora.

A partir das informações retiradas do gráfico de Schiel levantou-se o gráfico obtido na Figura 49, e visualiza-se claramente que a Hastelloy C276 possui menor faixa de solidificação que ocorre em temperatura mais elevada que as demais ligas. Enquanto que a liga Inconel 625 apresenta a maior faixa de solidificação, as ligas *in-situ* A, B e C possuem faixas semelhantes.

Figura 49 - Faixa de solidificação das ligas de trabalho, onde: T₀ – temperatura inicial de solidificação e T_f – temperatura final de solidificação.



Fonte: Elaborado pela autora.

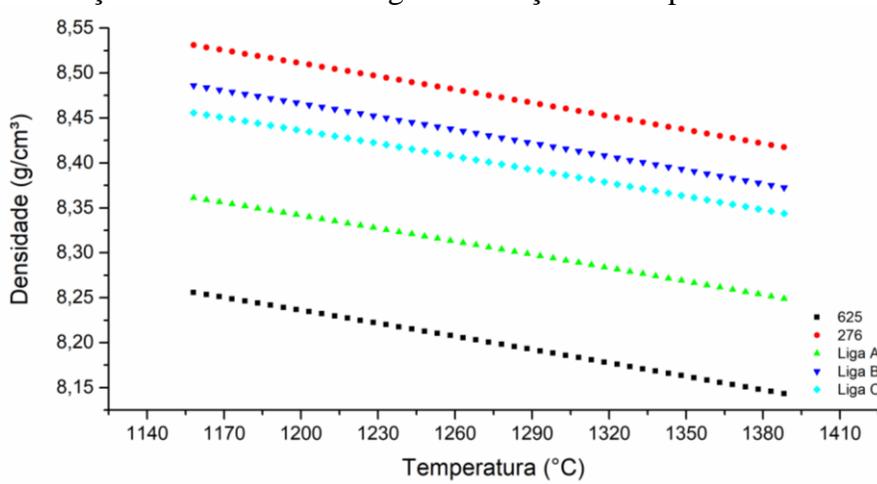
Yang e Kou (2008) propuseram alguns mecanismos para explicar a macrosegregação próximo a interface em soldas dissimilares que baseiam -se na diferença entre as temperaturas líquidos do metal de solda (T_{LW}) e a temperatura líquidos do metal de base (T_{LB}).

Como trata-se de soldagem de revestimento de várias camadas sobrepostas os metais de base são as próprias ligas *in-situ* A, B e C sobre as quais são depositados os metais de solda que são as ligas Hastelloy C276 e Inconel 625.

Utilizando o software JMATPRO levantou-se o gráfico que corresponde a densidade dos materiais soldados em função da temperatura, considerando o intervalo de temperatura de solidificação das ligas. Pela análise da Figura 50 é possível visualizar que, para todas as faixas de solidificação, a densidade da liga Hastelloy C-276 é maior que as das demais ligas avaliadas neste trabalho. Logo, um dos fatores que justifica a ocorrência destas zonas de macrosegregação é que ela possa estar associada à tal diferença de densidade. Assim, durante a fusão das ligas, o metal fundido referente a liga Hastelloy C-

276 afunda na poça de fusão por ter maior densidade que a da própria poça de fusão, que terá a composição das ligas *in-situ* A, B ou C.

Figura 50 - Variação da densidade das ligas em função da temperatura



Fonte: Elaborado pela autora.

Nas soldagens dos revestimentos A e B o eletrodo que está a frente, em relação a velocidade de soldagem, é o correspondente a liga Hastelloy C-276. Nessas condições de soldagem, próximo a interface referente a sobreposição dos cordões identificou-se faixas com contrastes mais claros nas Figura 44 e Figura 45, que pelos resultados obtidos nas análise de EDS observou-se que sua composição química aproxima-se da composição química da liga Hastelloy C-276.

Entende-se que durante a soldagem uma parcela da liga Hastelloy C-276 no estado líquido atingiu a parte mais profunda da poça de fusão e não foi completamente misturada com os outros materiais fundidos presentes na poça de fusão, que correspondem a liga Inconel 625 que foi depositada e as porções dos cordões soldados anteriormente que foram fundidos.

Assim, a liga Hastelloy C-276 depositada tende a descer para a parte inferior da poça de fusão, por ter maior densidade que as demais ligas presentes naquele volume de material fundido. Nessa região o material sofre menos influência devido as forças de convecção. Pela alta velocidade de soldagem, o arco passa rapidamente em cada região gerando uma elevada velocidade de solidificação da poça. Como a liga Hastelloy C-276 possui faixa de temperatura de solidificação mais alta e muito menor, uma parte dela se solidifica antes que tenha se misturado completamente com os outros materiais presentes na poça de fusão e permanece como faixas no conjunto solidificado.

A maior parte do volume fundido referente a liga Inconel 625 tende a permanecer na parte superior da poça, por ter a menor densidade dentre as ligas. Nesse caso, esse material é bastante influenciado pelas forças de convecção atuantes na poça. Unindo esse efeito ao fato dessa liga ter a sua faixa de solidificação mais extensa e semelhante às das ligas A e B possuem mais tempo para se misturarem durante o resfriamento.

Na soldagem do revestimento C a liga Inconel 625 vem a frente em relação ao sentido de deslocamento da tocha. Na Figura 46 observa-se uma faixa discreta com contraste mais escuro próxima a interface entre a sobreposição dos revestimentos com composição próxima a liga Inconel 625.

A liga Inconel 625 depositada é direcionada pelas forças de convecção para próximo a linha de fusão, onde existe nessa região uma camada estagnada de metal líquido devido a fusão de uma parcela dos cordões soldados anteriormente. A porção dessa liga que se aproxima do fundo da poça tende a se manter com a mesma velocidade da camada resfriada sem que ocorra completa mistura entre as ligas fundidas.

A liga Hastelloy C 276 por ser depositada em cima da liga Inconel sofrerá consequências da convecção da poça no sentido se misturar, porém tenderá a descer para região mais profunda da poça em decorrência de sua densidade ser maior que as dos demais materiais presentes na poça. Porém, a liga Hastelloy C-276 solidificará antes de atingir os limites de fusão da poça e de se misturar totalmente com os outros materiais por causa da sua faixa de solidificação, que como destacado anteriormente ocorre em uma faixa menor e em temperaturas mais altas.

Os mecanismos apresentados por Yang e Kou (2010) explicam as origens de regiões ricas em metal de adição e em metal de base próximas as interfaces de soldas dissimilares a partir do efeito da convecção da poça e das distintas temperaturas líquidos dos metais de solda (T_{LMS}) e de base (T_{LMB}).

Para a condição de $T_{LMS} > T_{LMB}$ Yang e Kou (2010) explicam que as zonas ricas em metais de adição podem ser resultados do efeito da rápida solidificação desse material ao ser resfriado próximo à limite de fusão da poça. Uma camada limite é formada pelo metal de base fundido, o metal de adição penetra nessa camada mais fria de metal de base e é super-resfriado formando zonas ricas em metal de adição.

Os autores ainda explicam que quando a $T_{LMS} < T_{LMB}$ a formação de uma zona rica em metal de adição é justificada pelo fato de haver uma mistura parcial entre esse material com a poça de fusão, formando o metal rico de metal de adição próximo a zona de fusão, pelo fato do metal base ter uma temperatura de solidificação mais alta quando ele transportado para uma região mais fria e resfriado rapidamente antes da sua mistura.

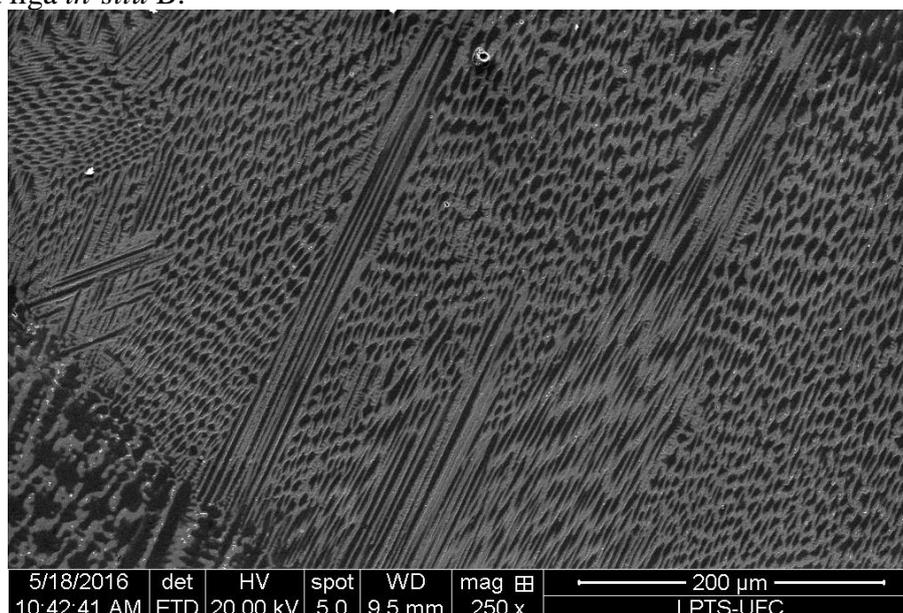
Supõem-se que a macrosegregação apresentada nos metais de soldas das ligas produzidas pela mistura *in-situ* seja o efeito das diferenças entre as faixas de temperaturas de solidificação e das densidades das ligas, bem como, das forças de convecção presentes na poça. Assim, a liga Hastelloy C-276 tende destacar-se mais na heterogeneidade dos metais de solda pela sua menor faixa de solidificação e maior densidade.

5.2.2 Formação Microestrutural das ligas *in-situ*

5.2.2.1 Microsegregação

A Figura 51 mostra a microestrutura dos metal de solda da liga *in-situ* B, que foi semelhante as ligas *in-situ* A e C, que apresentaram predominantemente estrutura com morfologia celular dendrítica e colunar dendrítica.

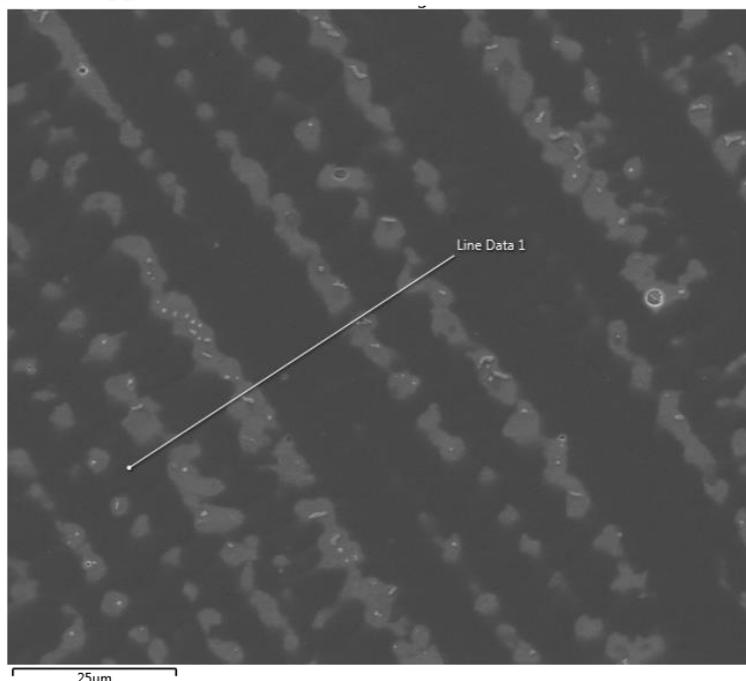
Figura 51 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura resultante no metal de solda da liga *in-situ* B.



Fonte: BARRETO (2018).

Nas análises do metal de solda das ligas *in-situ* observou-se que, na condição bruta de solidificação, as microestruturas destas ligas foram constituídas por uma matriz γ e precipitados interdendríticos e intergranulares, vistos na Figura 52.

Figura 52 – Imagem de MEV no modo SE da região dendrítica e interdendrítica do metal de solda da liga *in-situ* A.



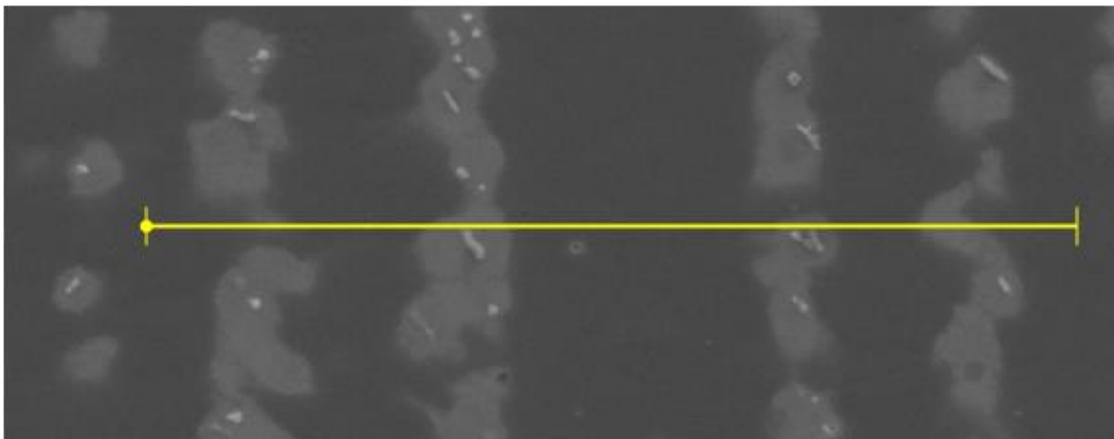
Fonte: BARRETO (2018).

Nas análises de composição química de todas as ligas *in-situ* A, B e C indicaram uma forte segregação de elementos como Mo e Nb para a região interdendrítica. A matriz γ , como pode ser visto nos diagramas de Scheil da Figura 48, é o primeiro sólido a ser formado, porém durante a solidificação grande quantidade de átomos de Mo e Nb não solubilizados nessa matriz e segregados para o líquido remanescente.

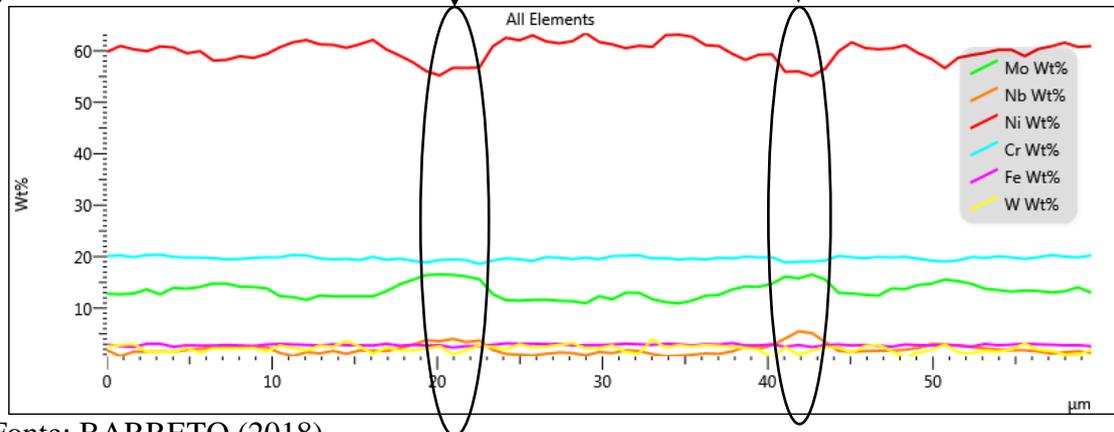
Na Figura 53 b) é possível observar no perfil de composição química obtido para a liga *in-situ* A que as regiões marcadas, que correspondem às regiões interdendríticas, possuem o percentual de Mo e Nb maior que o identificado nas regiões de centro de dendrita.

Figura 53 – Imagem de MEV no modo SE e perfil de composição química das regiões dendríticas e interdendríticas da liga *in-situ* A.

a)



b)



Fonte: BARRETO (2018).

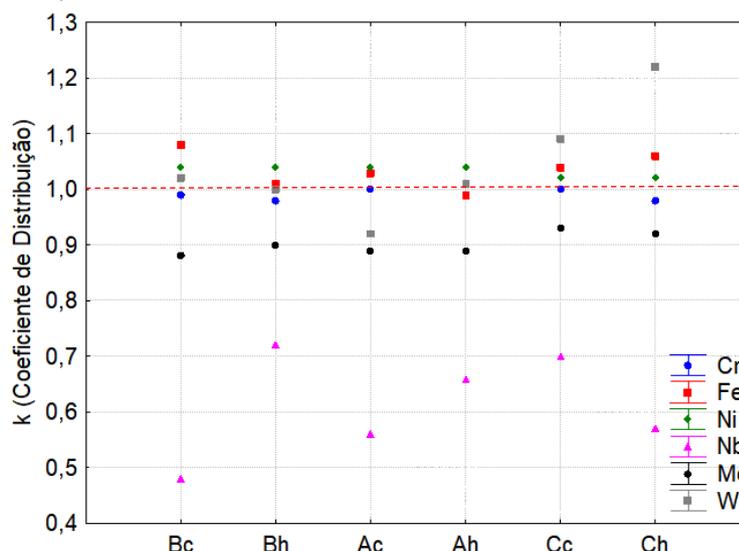
Silva (2010) explica que a mudança do modo de solidificação de celular dendrítico para colunar dendrítico é motivada pela maior quantidade de soluto segregado.

As microestruturas obtidas com as misturas das ligas foram semelhantes as apresentadas nas soldagens de revestimentos com ligas Inconel 625, Hastelloy C276 e Inconel 686 (SILVA, 2012; XU *et. al.*, 2013; MANIKANDAN, 2014, AGUIAR, 2010).

A distribuição dos elementos no metal de solda não ocorre de maneira uniforme. Esse comportamento deve-se ao processo de microsegregação que se desenvolve durante a solidificação. Cieslak (1991) destaca que o coeficiente de distribuição (k), que representa termodinamicamente a tendência de um dado elemento segregar para o líquido ou ser incorporado no sólido durante o processo de solidificação, tendo um papel fundamental neste processo.

O gráfico da Figura 54 mostra os valores do coeficiente de distribuição calculados para as regiões onde ocorreram a mistura das ligas e para as regiões onde houve maior participação da liga Hastelloy C-276, com a finalidade de identificar se existiu alteração no mecanismo de segregação dos elementos entre as distintas regiões identificadas nas ligas *in-situ* discutida anteriormente no tópico de macrosegregação.

Figura 54 - Coeficiente de segregação para as regiões de macrosegregação das ligas *in-situ* A, B e C na condição como soldado. Onde: A_C, B_C e C_C correspondem as regiões de misturas das ligas e A_h, B_h e C_h correspondem as regiões de maior participação da liga Hastelloy C-276,



Fonte: BARRETO (2018).

O mecanismo de microsegregação dos elementos Cr, Fe e Mo ocorrido nas condições de soldagem analisadas foi o mesmo para as diferentes faixas de composição química (regiões de macrosegregação) apresentadas nos metais de solda (BARRETO, 2018).

O autor também calculou os coeficientes de distribuição para o Mo e Nb, encontrando valores de $k < 1$, denotando que esses elementos segregaram para o líquido remanescente durante a solidificação, sendo o Nb de menor coeficiente de segregação.

O comportamento apresentado por esses elementos está em conformidade com os resultados apresentados pela literatura para as soldagens com as superligas de níquel da família NiCrMo. No metal de solda composto pela mistura das ligas Hastelloy C 276 e Inconel 625 Pessoa (2014) encontrou k_{Mo} (0,70 - 0,76) e k_{Nb} (0,33 - 0,42),

apresentando o nióbio como elemento de maior potencial de segregação para o líquido interdendrítico.

Banovic *et. al* (2002) obteve valores relativamente baixos de k_{Mo} (0,73 – 0,86) e de k_{Nb} (0,05 – 0,45) em diferentes níveis de diluição de soldas realizadas com a liga Inconel 625. Aguiar (2011) e Silva (2010) também encontraram valores de coeficiente de distribuição $k < 1$ para esses elementos nas soldagens realizadas com a mesma liga.

Nas soldagens com Hastelloy C 276 Aguiar (2011) encontrou $k_{Mo} = 0,86$ para metais de solda de revestimentos obtidos pelo processo MIG/MAG, semelhante ao encontrado por Silva (2010) k_{Mo} (0,79-0,86) quando se utilizou esse metal de adição nas soldagens com processo TIG, o valor de k_{Mo} calculado por Perricone *et. al* (2003) foi aproximadamente 0,81, bem aproximado dos encontrados na literatura e neste trabalho.

Para elementos como o Ni e Cr o quociente k foi maior que um, logo, esses elementos foram incorporados ao sólido durante a solidificação. Os resultados encontrados por Pessoa (2014) para o coeficiente de distribuição desses elementos foi k_{Ni} (1,06 – 1,14) e k_{Cr} (1,04 – 1,11) mostrando que esses elementos tendem a permanecer no centro de dendrita.

Em todas as condições vistas no gráfico apresentado na Figura 54 é possível observar que $k_{Nb} < 1$ indicando que o líquido remanescente é enriquecido desse elemento durante a solidificação.

Pela análise do gráfico da Figura 54 percebeu-se que as regiões com maior participação da liga Hastelloy C-276 nas ligas *in-situ* A e B mostraram o valor do k_{Nb} maior que o apresentado pela região de mistura das ligas. Já em relação a liga *in-situ* C observou-se o comportamento contrário, o valor do k_{Nb} para as regiões com maior participação da liga Hastelloy C-276 foi menor do que o apresentado nas regiões onde se existe uma maior mistura das ligas.

A solidificação das zonas enriquecidas da liga Hastelloy C-276 tende a ocorrer mais rápido que as demais regiões pela sua faixa de solidificação ser menor e em temperaturas mais altas, como já foi discutido anteriormente.

Durante a solidificação dessa região, apesar de haver segregação de nióbio para o líquido interdendrítico, como a fração desse elemento nessa região é baixa é provável que parte desses átomos de nióbio sejam acomodados no sólido. Provavelmente

em decorrência desses fatores o k_{Nb} nessas áreas tende a ser maior que o valor desse parâmetro na região onde ocorreu a completa mistura entre as ligas.

Em geral os valores de k calculados para o W, apresentados na Figura 54, resultaram em valores de $k_w > 1$ destacando que o W participou da formação da matriz durante a solidificação.

Os valores obtidos para a liga *in-situ* C foram maiores que os coeficientes de distribuição do W para as ligas *in-situ* A e B. A participação do Fe na composição global da liga *in-situ* C é a menor dentre as outras ligas de trabalho, o baixo percentual desse elemento nesta liga pode ter aumentado a solubilidade do W na matriz γ .

Devido o Fe apresentar similaridade com o Ni, principalmente em termos de estrutura cristalina, com $Z = 26$ levemente menor que o do Ni que é $Z = 28$, esse elemento possui grande afinidade com o Ni, sendo facilmente incorporado ao sólido durante a solidificação. Alguns trabalhos reportam que a adição de Fe nas ligas a base de níquel implica numa redução da solubilidade do Ni, especialmente para elementos como elevado número atômico, como Mo e W.

Ao analisar o k_w nos metais de solda de revestimentos soldados com a ligas Inconel 686, Miná (2015) observou o coeficiente de distribuição do W foi maior que um para as condições que apresentaram baixas diluição, correspondendo as soldagens com menor participação do Fe na zona fundida. Enquanto que para amostras de maior diluição o k_w foi menor que 1.

Maltin *et al.* (2014) observou-se que na matriz γ -Ni o tungstênio apresenta uma grande solubilidade, atingindo uma fração percentual de aproximadamente 39,9% em peso, a temperatura de 1445°C, sem a presença de outras fases. Já a matriz γ -Fe não solubiliza o tungstênio em temperaturas abaixo de 500°C. Portanto, em elevados teores de ferro inseridos na zona fundida, o coeficiente de segregação do tungstênio pode passar a ser menor que um.

Na avaliação da microestrutura de soldas da liga Inconel 686 Silva (2016) obteve k_w maior que 1 para as condições de soldagem com menores diluições.

AGUIAR (2010) ao soldar a liga Inconel 686 e Hastelloy C-276 por processo MIG/MAG, obteve resultados distintos, na qual o tungstênio apresentou $k = 1,1$ para a liga 686 e $k = 0,84$ para a liga C276. Além disso, o autor comparou o coeficiente de segregação do W ($k = 0,93$) e do Mo ($k = 0,84$) para a liga Hastelloy C-276 e destacou

que o W não apresentou um potencial de segregação tão grande quanto o Mo por consequência da sua menor difusividade. Nota-se então um comportamento variável para a partição do tungstênio.

Cieslak (1986) explica que pela dispersão apresentada por elementos minoritários presentes na liga, como o Fe, W, e Ti o perfil de segregação apresentado por eles são bem menos distintos.

Segundo a literatura, essa microsegregação que ocorre na zona de fusão das ligas NiCrMo conduz a uma situação, na qual o centro de dendrita é empobrecido de Mo, e as regiões interdendríticas são enriquecidas de Mo, no caso da liga Inconel 625 esse comportamento também é observado para o Nb (DUPONT *et al.*, 2009; SILVA, 2010, AGUIAR, 2011).

O teor de Cr apresentado nas regiões de centro de dendrita e interdendrítica foram semelhantes, percebe-se pelos valores de k_{Cr} na Figura 54 que foram muito próximos de 1.

Esse resultado é semelhante aos apresentados na literatura para o coeficiente de distribuição do Cr que resultou em valores muito próximo de 1,0. Logo, não se percebe variação entre centro e interdendrítico, destacando que o Cr não segrega durante a solidificação (CIESLAK, 1988; DUPPONT *et al.*, 2003; SILVA, 2010, AGUIAR, 2010).

A ocorrência da microsegregação de elementos químicos para o líquido remanescente durante a soldagem está associada a formação das fases secundárias (CIESLAK, 1991, OGBORN, *et. al.* 1995, DUPONT, 1996, BANOVIC *et. al.*, 2002).

Aguiar (2011) explica que a solidificação dos metais de solda ocorre em condições fora do equilíbrio. A segregação de certos elementos para o líquido pode ocasionar uma supersaturação do líquido no final da solidificação. Com isso, um elemento pode exceder o limite de solubilidade na fase líquida, favorecendo a precipitação de outras fases.

5.2.2.2 Precipitação e Rota de solidificação das ligas *in-situ*

Na microestrutura do metal de solda das ligas *in-situ* A, B e C foram observados diferentes tipos de precipitados, sendo possível diferenciá-los em razão de aspectos morfológicos. Assim, são reportados precipitados cúbicos que possuem elevado

teor de Nb em sua composição química, e outros precipitados com morfologia disforme, por consequência desses últimos assumirem a forma final do líquido presente entre as dendritas durante a solidificação. Essas fases são formadas principalmente por elementos, como Mo, Cr, W e Nb.

Na Figura 55 observa-se os precipitados cúbicos da liga *in-situ* A em destaque, esses microconstituintes são ricos em Nb e Mo, elementos que conforme discutido anteriormente tendem a permanecer no líquido remanescente durante a solidificação da ligas de níquel.

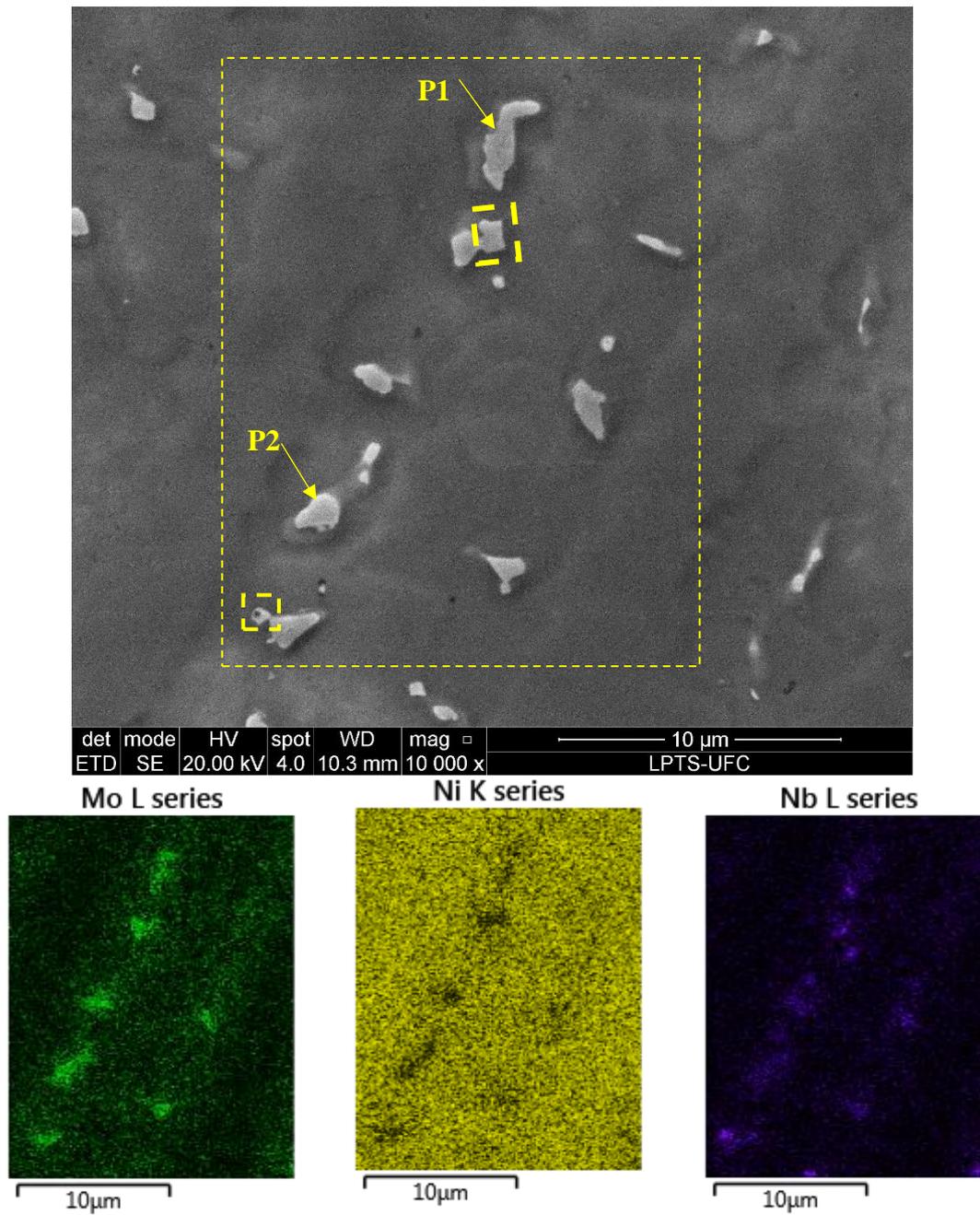
Os precipitados de morfologia cúbica foram encontrados por Silva (2010) e Aguiar (2010), nas soldagens realizadas com a liga Inconel 625. Na análise de EDS nesses precipitados com morfologia cúbica, Aguiar (2010) observou que a concentração de Nb foi consideravelmente maior que o percentual desse elemento na liga, pela a presença simultânea do Ti e a ausência do Si na microestrutura o autor a identificou como carboneto de nióbio.

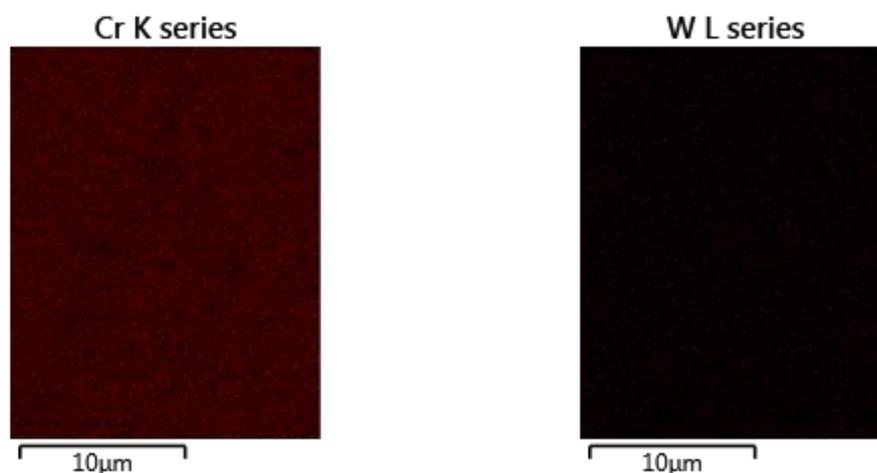
Silva *et al.* (2013) identificou precipitação de uma complexa partícula, cujo o mapa de composição química por EDS mostrou intensa participação de Nb em torno de um núcleo com intensa participação de Ti e N em sua composição química. O autor destacou que o núcleo dos precipitados maiores, correspondia a partículas de nitreto que permanecem no estado sólido durante a fusão da liga Inconel 625 e no momento da solidificação essas porções atuam como nucleantes na formação de complexos carbonitreto.

Pessoa (2014) identificou nas soldagens com as misturas das ligas Inconel 625 e Hastelloy C-276 precipitados com bastante intensidade de Nb e Ti, correspondendo praticamente à mesma localização, indicando a precipitação de carbonetos de titânio/nióbio (NbTi)C. O autor explicou que a maior quantidade da liga Inconel 625 favorece a precipitação destes carbonetos pela presença de Nb da liga.

Assim a precipitação cúbica encontrada nas ligas *in-situ* A, B e C estão diretamente relacionada à liga Inconel 625, pois não há esse tipo de precipitado na liga Hastelloy C-276. Além disso, a literatura destaca que estes precipitados cúbicos estão presentes já no arame-eletrodo, e por isso, não é algo que surge na reação da poça de fusão, mas sim da própria elaboração da liga Inconel 625.

Figura 55 – Imagem de MEV no modo SE e análise de EDS das fases secundárias formadas na liga *in-situ* A envelhecida durante 10h à 650°C.





Fonte: Elaborado pela autora.

Outra fase apresentada nas ligas *in-situ* A, B e C possui uma morfologia variada e sua composição química é majoritariamente formada por Ni, Mo e Cr. Na Figura 55, que corresponde a microestrutura da liga *in situ* A, a fase está destacada como P1 e P2.

É possível destacar, pela análise da Tabela 15, a grande semelhança entre a composição química dessas microestruturas presentes na liga *in-situ* A com as fases P e μ , identificadas por Cieslak (1986) nas soldagens realizadas com a liga Hastelloy C276, porém em virtude da aproximação da concentração dos elementos nas fases P e μ Raghavan *et al.* (1986) destaca que existe grande dificuldade em distingui-las pela composição química.

Tabela 15 - Composição química das fases apresentadas pela liga *in-situ* A envelhecida à 650°C por 10h.

Fases		Composição (% peso)						
		Ni	Mo	Cr	Nb	Fe	W	Ti
P1		38,6	31,2	17,1	6,9	3,6	2,7	0,1
P2		41,3	27,8	17,0	7,4	4,1	2,4	
Cieslak et al., 1986 (Liga C276)	P	33,5 ± 0,6	39,7 ± 1,5	15,7 ± 0,6	-	3,7 ± 0,2	6,5 ± 1,6	-
	μ	33,2 ± 0,8	40,9 ± 0,6	15,2 ± 0,9	-	3,5 ± 0,3	6,2 ± 1,6	-

Fonte: Elaborado pela autora

Apesar da semelhança dos teores de Mo, Ni e Cr, principais elementos formadores das fases P e μ , com os observados na literatura por Cieslak (1986), Silva (2010), Aguiar (2010) na soldagem da liga Hastelloy C276, observa-se a presença de Nb na composição química da fase presente nessa liga.

Raghavan *et al.* (1982) destacam que a composição química das fases TCP pode ser bastante complexa, sendo influenciada pela composição da liga e pela forma como precipitaram, se durante a solidificação (como no caso da soldagem ou fundição) ou por envelhecimento (como no caso de tratamentos térmicos ou mesmo operação em altas temperaturas).

Segundo Dupont (2003) em virtude do seu forte potencial de segregação o Nb é o elemento que controla as reações ao final da solidificação das superligas de níquel que contém esse elemento. O autor explica que embora ocorra a segregação tanto do Mo como do Nb na solidificação da poça de fusão da liga Inconel 625, ao final se formam NbC e Laves, que são fases ricas desse elemento.

A composição nominal das ligas *in-situ* A, B e C diferem das ligas NiCrMo tradicionais, que tendem a formar a fase P na solidificação e μ no envelhecimento, por essas não possuírem adição de Nb. A presença desse elemento, que durante a solidificação da poça de fusão apresenta maior índice de segregação, nos leva a entender ser um dos principais participantes na formação das fases TCPs resultantes na soldagem e no envelhecimento das ligas *in-situ* A, B e C.

A Figura 56 mostra a simulação realizada pelo programa JMATPRO para solidificação. Utilizou-se a composição do precipitado P1 indicado na Figura 55. Em se tratando de um precipitado de morfologia disforme, entende-se que, essa fase foi se formada a partir do líquido presente na frente de solidificação.

Esse volume foi enriquecido de soluto, em virtude da segregação dos elementos, de tal forma, que sua composição se tornou diferente da composição da liga, bem como, o seu intervalo de solidificação.

Segundo Silva (2010), esse líquido só será termodinamicamente estável caso sua temperatura esteja acima da temperatura líquidos, se algum ponto no interior desse volume estiver abaixo a condição de existência somente do líquido será instável, sendo possível a coexistência de sólido e líquido na camada limite. Essa queda de temperatura é chamada de super resfriamento constitucional.

Pela simulação é observado que este constituinte pode ter solidificado em duas fases, σ ou P como início de solidificação aproximadamente em 1700 K (1427 °C). Por meio de análise diferencial térmica (DTA) da solidificação de ligas NiCrMo, Cieslask *et al.* (1986) identificou que essas duas fases se formam em torno de 1285°C (1558 K).

O autor destaca que a precipitação da fase σ ocorreu no estudo realizado na liga C-22 enquanto que a fase P formou-se como resultado da solidificação do líquido residual no estudo da liga C276.

A fim de considerar tanto o processo de solidificação como as transformações no estado sólido durante o resfriamento das ligas, Cieslak *et al.* (1986) destacaram que para a composição que solidifica inicialmente em $\gamma+\sigma$ à 1250°C ao ser resfriada à 850°C ocorre transformação das fases resultando numa microestrutura composta por $\gamma+P$, enquanto que a que solidifica em $\gamma+P$ à 1250°C transforma-se em $\gamma+\mu$ a 850°C.

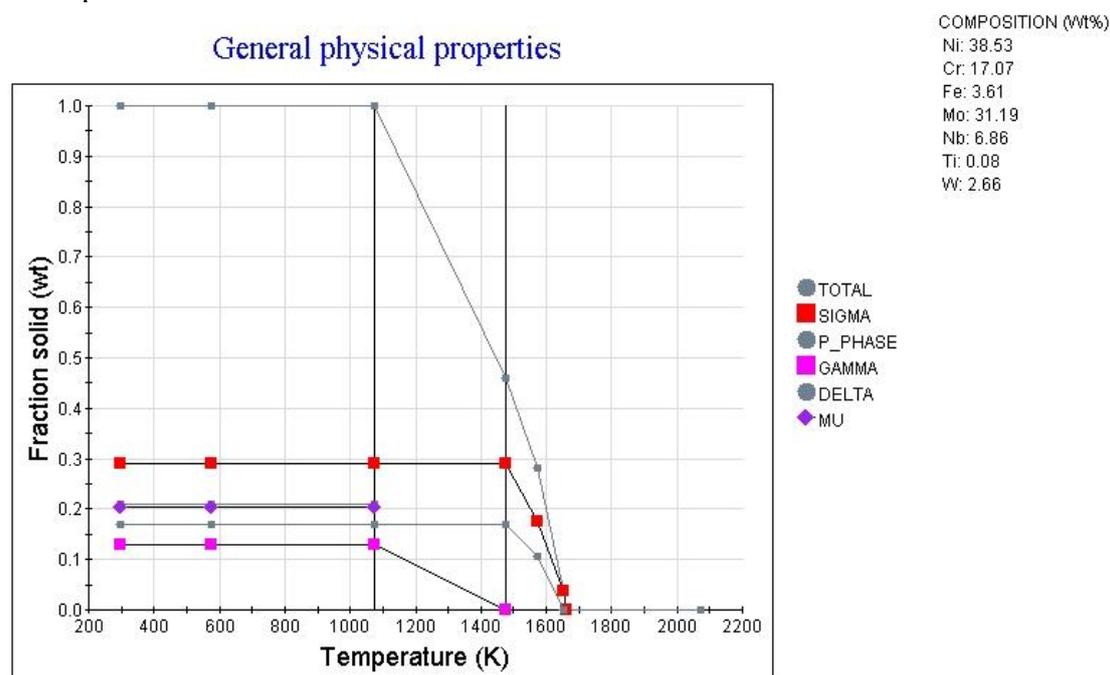
O gráfico de Scheil considera a segregação do soluto, porém não corresponde fielmente as condições fora de equilíbrio existentes no processo de soldagem. O gráfico da Figura 48 a) e c) levantado para a liga *in-situ* A e C aponta a formação da fase σ , que tem uma estequiometria distinta da apresentada pela fase investigada. Para a liga *in-situ* B, que apresenta um maior percentual de Mo na liga, e se aproxima mais da composição do precipitado, o gráfico da Figura 48 b) aponta a formação da fase P.

Levando em consideração que as ligas estudadas são composta pela mistura da Inconel 625 e Hastelloy C-276, e com auxílio do gráfico de Scheil levantado para as ligas *in-situ* A, B e C na Figura 48 supõem-se que a microestrutura apresentada na Figura 56 corresponde a fase P.

Em virtude do nível de energia utilizado nas soldagens das ligas acredita-se que a velocidade de resfriamento tenha sido muito elevada não havendo tempo suficiente para a difusão dos átomos necessários promover a transformação $P \rightarrow \mu$ relatada por Cieslak (1986).

É importante destacar que a formação da fase P nas ligas *in-situ* A, B e C ocorre em decorrência da forte influência exercida pela liga Hastelloy C-276 na microestrutura dessas ligas, devido a alta concentração de Mo e participação de W em sua composição química.

Figura 56 - Simulação da solidificação do precipitado da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C por 10h.



Fonte: Elaborada pela autora.

Apesar da fórmula química da fase P ser $\text{Cr}_9\text{Ni}_{20}\text{Mo}_{21}$ observa-se na literatura a participação de outros elementos como Fe e/ou W (SILVA 2010, PAN ET AL. 2005, CIESLACK *et al.*, 1986)

Cieslak et al. (1986) propuseram um conjunto de equações para incorporar os efeitos destes elementos sobre a microestrutura, analogamente aos conceitos Cr_{eq} e Ni_{eq} proposto para os aços inoxidáveis cujo objetivo é prever o modo de solidificação e a estabilidade de fases em temperatura ambiente.

Segundo Cieslack (1986) a equação para o Ni_{eq} (Eq. 1.0) combina os efeitos do níquel e do ferro, visto que esses elementos possuem similaridade em termos de coeficiente de partição permanecendo preferencialmente na matriz γ e possuem estrutura cristalina CFC. O Cr possui característica distinta dos demais elementos, como sua concentração não varia praticamente entre a matriz e o precipitado sua equação de Cr_{eq} é composta somente pelo seu percentual. Já a equação do Mo_{eq} considera o efeito do W similar ao do Mo devido sua natureza refratária, estrutura cristalina CCC, similaridade em termos de ligação química e por sua preferência de migração para formação de fases TCP.

$$Ni_{eq} = \%Ni + \%Fe + \% \sum X_i \quad \text{Equação 8}$$

$$Cr_{eq} = \%Cr \quad \text{Equação 9}$$

$$Mo_{eq} = \%Mo + \%W \quad \text{Equação 10}$$

Pela Tabela 15 é possível observar que o elemento majoritário desta fase é o Mo, mas neste caso, a participação do Nb na fase é consideravelmente relevante, sendo superior ao percentual de participação do W que é um dos principais elementos formadores da fase P.

As informações apresentadas na Tabela 16 exibe características importantes dos elementos Nb, Mo e W. A partir desses dados, ressalta-se a semelhança entre esses elementos, que possuem raios atômicos próximos, estrutura cristalina CCC e distribuição eletrônica semelhante.

Tabela 16 - Características atômicas do Nb, Mo e W.

Elemento	Z (N° atômico)	Raio atômico (pM)	Distribuição eletrônica	Estrutura Cristalina
Nb	41	146	[Kr] 4d ⁴ 5s ¹	CCC
Mo	42	139	[Kr] 5s ¹ 4d ⁵	CCC
W	74	135	[Xe] 4f ¹⁴ 5d ⁴ 6s ²	CCC

Fonte: Callister (2016).

Pela aproximação dos atributos desses elementos e destacando que o Nb, assim como Mo, tende fortemente a segregar para o líquido durante a solidificação e participar da formação de fases secundárias supõem -se que o Nb participou como formador da fase P resultante da solidificação das ligas *in-situ* A, B e C formadas pela mistura das ligas Inconel 625 e Hastelloy C-276.

Logo, o Mo foi considerado como o elemento de maior potencialização para a formação das fases TCP's, pois a concentração desse elemento nas fases foi de 38% a 41%, sendo bem superior ao percentual encontrado na composição global da liga *in-situ* A. Em seguida destaca-se o Nb, cujo percentual de participação na fase foi quase o dobro do encontrado para o W, porém mesmo se apresentando em grande participação na fase sua concentração não foi suficiente para estabilizar uma fase rica em Nb. Acredita-se então que a TCP do tipo P foi preservada, com a incorporação do Nb assumindo as posições no cristal referentes àquelas assumidas pelo Mo e pelo W.

A precipitação de microestruturas com a participação simultânea de elementos, como Cr, Mo e Nb já tem sido reportada na literatura. Aghaji *et al.* (2016) identificou a precipitação de carbonetos $M_{23}C_6$ com elevado teor de Nb, Mo e Cr em sua composição química na liga Inconel 718. Os autores demonstraram que o Nb e Mo participaram dessas partículas com a utilização de microscopia de transmissão e difração de raio -X. O parâmetro de rede obtido foi semelhante ao apresentado pela literatura, porém sua medida foi maior em virtude da elevada quantidade de Nb e Mo dissolvidos no carboneto $M_{23}C_6$.

As fases secundárias podem ter as suas estequiometrias alteradas em função da concentração de elementos presentes na solidificação, no caso das ligas *in-situ* A, B e C a presença simultânea de elementos como Mo, Nb e W no líquido interdendrítico pode ter motivado a formação de uma fase P com uma nova estequiometria.

Desse modo, considerou-se no presente estudo uma adequação da equação anteriormente desenvolvida para o Mo_{eq} , incorporando também a participação do Nb para o cálculo do Mo_{eq} . Sendo proposto no presente estudo a equação 4.4.

$$Mo_{eq} = \%Mo + \%W + \%Nb \quad \text{Equação 11}$$

Utilizando as equações 4.1, 4.2 e 4.4 com os dados de EDS obtidos na Tabela 15 foram obtidos os seguintes valores Cr_{eq} foi 17%, o Ni_{eq} foi 43,7% e o Mo_{eq} foi 39,16% os quais se assemelham com o reportado por Shoemaker *et al.* (1957) $Cr_{18}Ni_{40}Mo_{42}$.

Segundo Dupont e Rabino (1999) a composição nominal da liga influencia na formação das fases precipitadas. Desse modo, acredita-se que a composição química da poça de fusão formada simultaneamente por elementos das ligas Inconel 625 e Hastelloy C-276, promoveu um novo modelo de solidificação combinando microestruturas específicas de cada uma das ligas.

Esses autores destacam que a solidificação da liga Inconel 625 ocorre em três etapas, a reação primária $L \rightarrow \gamma$, na qual se tem a formação da matriz γ e a segregação do Nb e Mo para o líquido, a segunda etapa é a formação do constituinte eutético γ/NbC ($L + \gamma + NbC$), formado pelo líquido enriquecido de Nb e pela presença de C, e por último a precipitação da eutético $\gamma/Laves$ ($L + \gamma + NbC + Laves$), que é estabilizada pelo Nb, Mo e Si (DUPPONT E ROBINO, 1999, DUPPONT *et al.*, 2003).

Silva *et al.* (2013) ao observar a presença de precipitados ricos em Ti e Nb por meio de análises de MEV, verificou posteriormente por MET que tais partículas eram na verdade duas partículas constituídas por um núcleo rico em Ti e envolvido por uma camada rica em Nb. A análise qualitativa de elementos intersticiais indicou uma alta concentração de N na região do núcleo, enquanto toda a partícula apresentou C em sua constituição, concluindo se tratar de um núcleo de nitreto de Titânio envolvido por uma casca de carboneto de Nb.

Essas partículas de nitreto de titânio possuem ponto fusão consideravelmente maior que o da liga Inconel 625, isso permite que elas permaneçam no estado sólido ainda que estejam dentro do líquido fundido. Portanto, durante a solidificação da poça, esses nitratos desenvolvem um excelente papel de nucleadores de NbC (carbonetos de nióbio) (SILVA *et. al*, 2013).

Desse modo, Silva *et al.* (2013) propõem uma nova rota de solidificação para liga Inconel 625 considerando que TiN está presente no estado sólido na fase líquida, (L + TiN), em seguida o primeiro sólido a se formar a partir do metal líquido é a matriz γ -CFC (L + γ + NiT). Contudo, devido aos pontos de nucleação e a concentração de Nb e C na liga, forma-se a partir do TiN uma casca de carboneto de titânio e nióbio (L+ γ + TiN+ (NbTi)C) que dependendo da taxa de solidificação pode evoluir para o crescimento de braços de carbonetos (L+ γ + TiN+ (NbTi)C(capa) + (NbTi)C (braços)) e por último, com o líquido interdendrítico com alta concentração de Nb causando a precipitação da fase Laves (L+ γ + TiN+ (NbTi)C(capa) + (NbTi)C (braços) + Laves).

Por outro lado, ligas como a liga Hastelloy C-276 possui elevado teor de Mo, adição de W e ausência de Nb, formam ao final da solidificação fases TCP's ricas em Mo e W. Enquanto que para a liga Hastelloy C276, Cieslak *et al.* (1986) explicam que o primeiro sólido a se formar é a matriz γ (L+ γ), durante a solidificação ocorre a formação da fase P (L+ γ + P), pela segregação do Mo e W para líquido interdendrítico, o autor explica que no resfriamento parte da fase P é transformada na fase μ (γ + P + μ).

Perricone *et al.* (2003) destacam a influência de elementos como Fe e W na sequência de solidificação da liga Hastelloy C 276, os autores concluíram que a inclusão do W na simulação da solidificação da liga expandiu a faixa de formação da fase P de tal forma que a proposta de sequência de solidificação dá-se da seguinte forma: L \rightarrow L+ γ \rightarrow L+ γ + P \rightarrow γ + P.

O percentual de concentração de Nb nas ligas *in-situ* A, B e C é aproximadamente 1,54%, 1,17% e 2,00%. Por serem essas ligas resultado da mistura das ligas Inconel 625 e Hastelloy-C76, os respectivos percentuais de concentração de Nb em cada uma das ligas *in-situ* é aproximadamente 50%, 65% e 35% da concentração desse elemento presente na liga Inconel 625.

Como discutido anteriormente o Nb apresenta um elevado potencial de segregação dentre os elementos que compõe as ligas *in-situ* A, B e C, porém pela quantidade reduzida de Nb presente na poça, devido a mistura com a Hastelloy C-276, a quantidade segregada desse elemento é bem menor.

Em decorrência disso, a concentração de Nb nos precipitados deu-se de forma menos significativa do que normalmente é encontrada para a fase Laves. Logo, é possível que a quantidade de Nb no líquido residual interdendrítico seja inferior ao necessário para estabilizar termodinamicamente a fase Laves destacando a ausência dessa fase no diagrama simulado no JMATPro, que indicou a solidificação do líquido com fase P ou sigma. Reforçando assim, as suspeitas de que a solidificação das ligas *in-situ* A, B e C correspondam a um misto dentre as rotas de solidificação das ligas Inconel 625 e Hastelloy C-276.

Nas soldagens realizadas com a mistura das ligas Pessoa (2014) e Barreto (2018) destacaram que o Nb apresentou o maior potencial de segregação dentre os elementos que constituem a composição química da mistura das ligas Inconel 625 e Hastelloy C 276. Os autores destacaram a participação desse elemento principalmente na formação de carbonetos.

Já nas soldagens realizadas apenas com a liga Inconel 625 a participação do nióbio é destacada tanto na formação de carbonetos como na precipitação de fase Laves, Florren (1994) identificou na composição da fase Laves uma participação de 19% de Nb, Dupont (1996) estudando soldas de revestimento encontrou a presença de fase Laves com 22,1 % de Nb, Silva *et al.* (2018) identificou a fase Laves 27% em morfologias alongada em forma de bastonetes ou morfologia eutética com 27% de nióbio em sua composição química.

Porém nas ligas *in-situ* A, B e C não foi observada a precipitação de fases que combinasse a morfologia e a significativa participação de nióbio, apresentada na literatura, para a fase Laves precipitada na solidificação da liga Inconel 625. Os

precipitados com significativa participação de nióbio foram os carbonetos, no qual também foi possível destacar a presença de Titânio.

Esses precipitados enriquecidos de Nb e Ti encontrados na liga possuem morfologia semelhante aos apresentados na microestrutura soldada da liga Inconel 625 por Silva *et* (2013). Logo, considerou-se a presença de TiN (nitreto de titânio) no estado sólido no metal fundido da mistura (L+TiN).

Assim, entende-se que a rota de solidificação da liga inicia com a formação do primeiro sólido composto pela matriz γ (L+(TiN)+ γ), mas possuindo partículas nanométricas de TiN, que com o prosseguimento da solidificação o líquido interdendrítico enriquecido de Nb utiliza-se dos TiN dispersos na poça como nucleantes para a formação de NbC (L+(TiN)+ γ +NbC(TiN)), que possui a maior temperatura de solidificação entre as microestruturas resultantes, 1325 °C. Com isso, parte do Nb disponível será consumido para a formação do NbC, diminuindo ainda mais a concentração do Nb para o líquido residual interdendrítico.

Contudo, mesmo esse consumo de Nb devido à formação de carbonetos de nióbio, possa não ser suficiente para acomodar toda a quantidade do Nb segregado. Em contrapartida, durante a solidificação o líquido interdendrítico também é fortemente enriquecido em Mo e W, que são elementos que favorecem a formação da fase P. Logo, o líquido remanescente ao ser resfriado promove a formação de uma fase P com morfologia disforme e participação de Nb em sua estequiometria (L+(TiN)+ γ +NbC(TiN+P)).

Após ter participado da formação dos carbonitretos de nióbio e da fase P, o teor de Nb residual no líquido não foi suficiente para a formação da fase Laves, que é uma microestrutura característica da liga Inconel 625.

Assim, é provável que a menor quantidade de Nb global nas ligas *in-situ* A, B e C, devido à mistura com a liga Hastelloy C-276, associado à participação do Nb para a formação dos carbonitretos de nióbio, reduziu consideravelmente a quantidade de Nb disponível no líquido residual nos volumes interdendríticos, sendo insuficiente para a estabilização da fase Laves rica em Nb, que é uma microestrutura característica da liga Inconel 625. Associado a isso, o aumento do teor de Mo pela contribuição da participação da liga Hastelloy C-276 na composição da liga *in-situ* pode ter favorecido a formação da

fase P, a qual pode ter incorporado os átomos de Nb à sua estrutura cristalina, ocupando posições referentes aos átomos de Mo.

Além disso, deve-se considerar que, na solidificação das ligas *in-situ* A, B e C, o Fe tende a permanecer na região de centro de dendrita e o Mo segregado para o líquido interdendrítico é consumido na formação da fase P. Logo, ao atingir a temperatura solidus da fase Laves (1266°C), a ausência simultânea desses elementos no líquido interdendrítico também podem ter influenciado para suprimir a formação da fase Laves nas ligas estudadas.

A partir do estudo da rota de solidificação em separado das ligas Inconel 625 e Hastelloy C-276, considerando os aspectos composicionais em nível global das ligas *in situ*, da microsegregação dos elementos e da taxa de resfriamento propõem-se neste trabalho a seguinte rota de solidificação para as ligas *in situ* A, B e C:



As composições globais das ligas *in situ* A, B e C promoveram a coexistência no líquido segregado de elementos como Nb, Mo e W, essa distribuição de elementos foi determinante para traçar a rota de solidificação dessa liga. Ressaltando que, a concentração de Mo e W no líquido interdendrítico foram, de tal forma, influenciadores para a formação da fase P que um novo elemento, Nb, foi acrescentado a estequiometria desta fase.

5.2.3. Envelhecimento

Os resultados a seguir relatam a evolução microestrutural dos metais de solda das ligas *in situ* A, B e C resultantes dos tratamentos de envelhecimento nas temperaturas de 650°C e 950°C. Identificando as alterações microestruturais em decorrência de modificações dos microconstituintes previamente existentes ou nucleação de novas fases devido ao processo de difusão dos elementos de liga promovido pelo fenômeno de envelhecimento.

Raghavan *et al.* (1982) ressaltam que a composição química das fases TCP pode ser altamente complexa, sendo influenciada pela composição química da liga e pela forma como estas fases precipitam, se durante a solidificação (como no caso da soldagem

ou fundição) ou por envelhecimento (como no caso de tratamentos térmicos ou mesmo em operação em alta temperatura).

5.2.3.1 Liga *in-situ* A (50% Hastelloy C276 + Inconel 625) à 650°C

Nesse tópico foi identificadas as características da microestrutura apresentada pela liga *in-situ* A ao ser submetido ao envelhecimento à temperatura de 650°C.

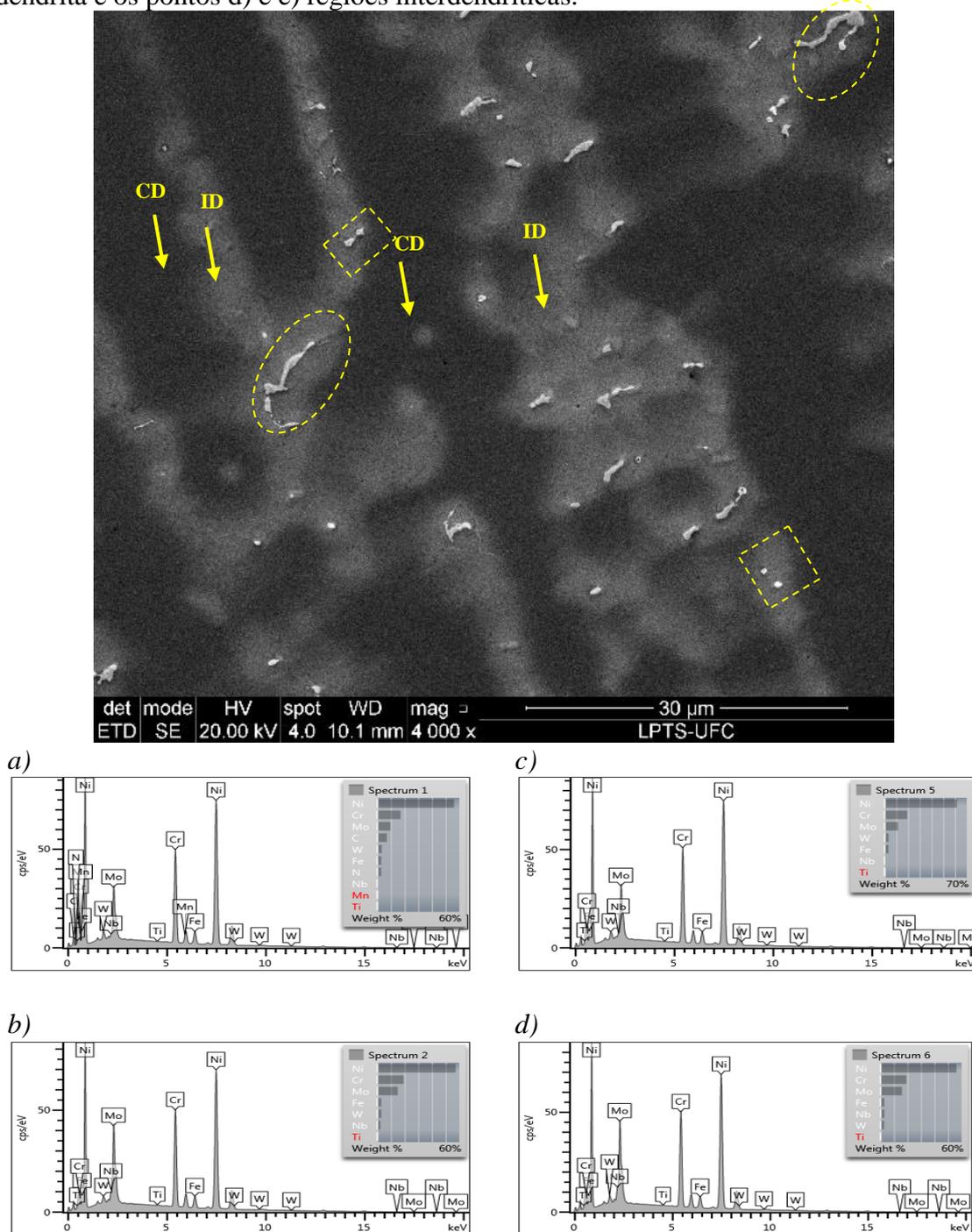
A partir da evolução microestrutural da liga *in situ* A, envelhecida à 650°C para diferentes tempos, Figura 57, Figura 58, Figura 59, Figura 60 observa-se as microestruturas, com morfologias cúbicas e disforme que são resultado do processo de soldagem, as partículas precipitadas nos contornos de grãos que correspondem ao efeito do envelhecimento.

As amostras envelhecidas durante 10h não apresentaram modificação relevantes que diferenciam significativamente essa microestrutura da condição como soldada, como pode ser visto na Figura 57 que mostra precipitados de forma disforme e cúbica.

A partir da condição de 50h de envelhecimento foi possível observar na Figura 58 que esse tratamento forneceu energia necessária para a formação de precipitados localizados nos contornos de grãos. Esse comportamento permaneceu para a condição de 100h e 200h, como pode ser visto na Figura 59 e na Figura 60.

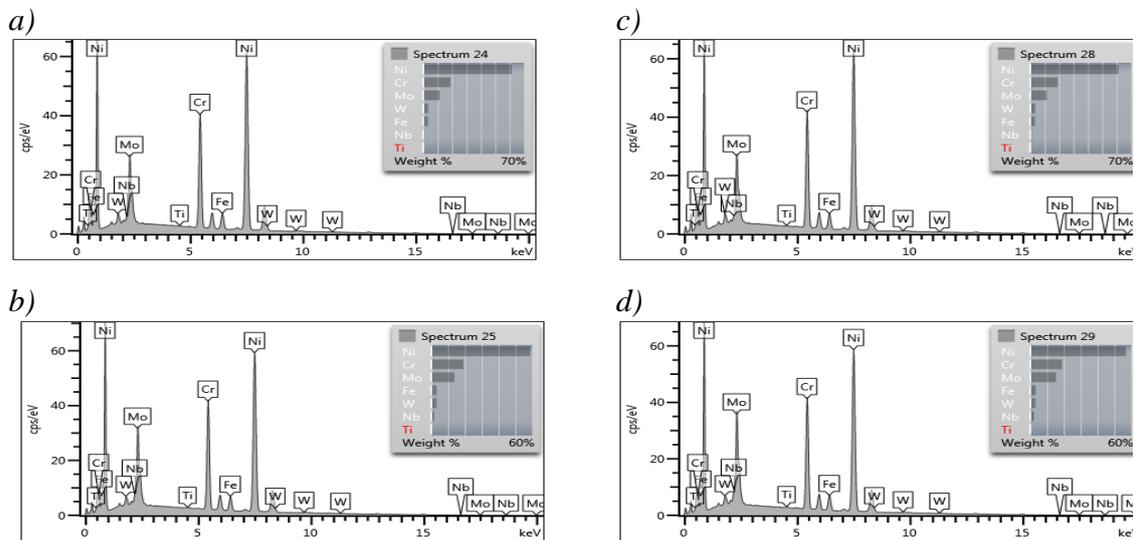
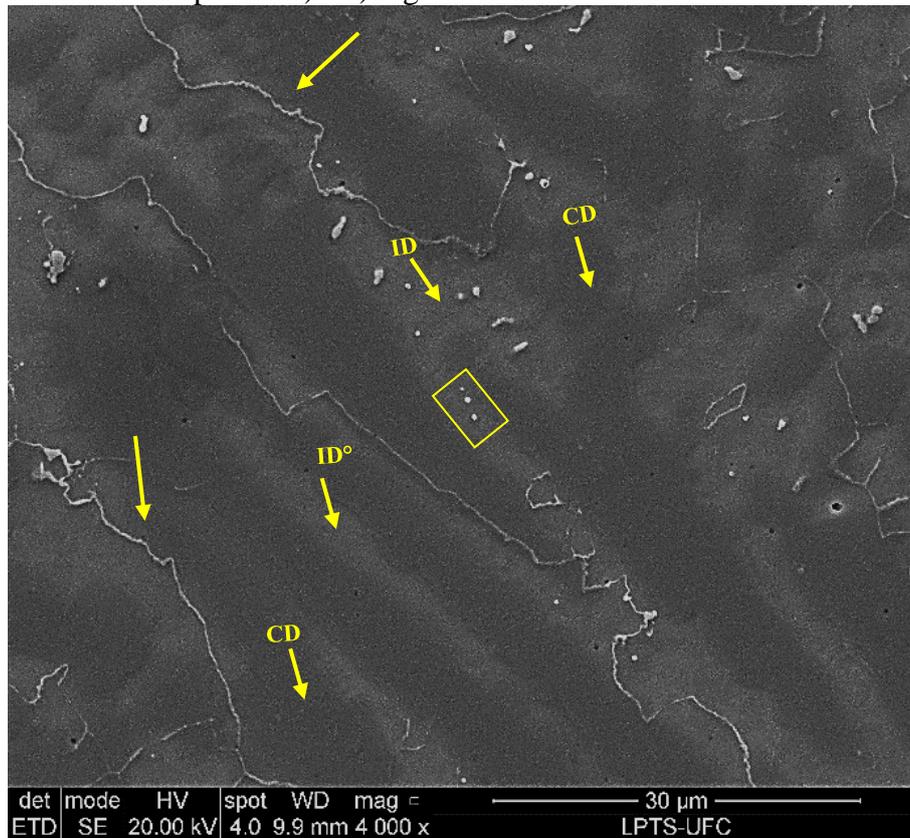
A Figura 60, que corresponde a amostra envelhecida à 200h, além da precipitação nos contornos de grãos é possível destacar cadeias de precipitados nas regiões interdendríticas. Essa condição de envelhecimento foi suficiente para que os elementos presentes na região interdendrítica se organizassem de forma a precipitar fases bem maiores que as observadas nas condições anteriores. Pela aproximação de alguns precipitados à essas cadeias, supõem-se que elas foram formadas a partir dos precipitados disformes resultantes do processo de solidificação da liga.

Figura 57 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura liga *in-situ* A tratada à 650°C durante 10h. As análises de EDS dos pontos b) e c) referem-se as regiões de centro de dendrita e os pontos d) e e) regiões interdendríticas.



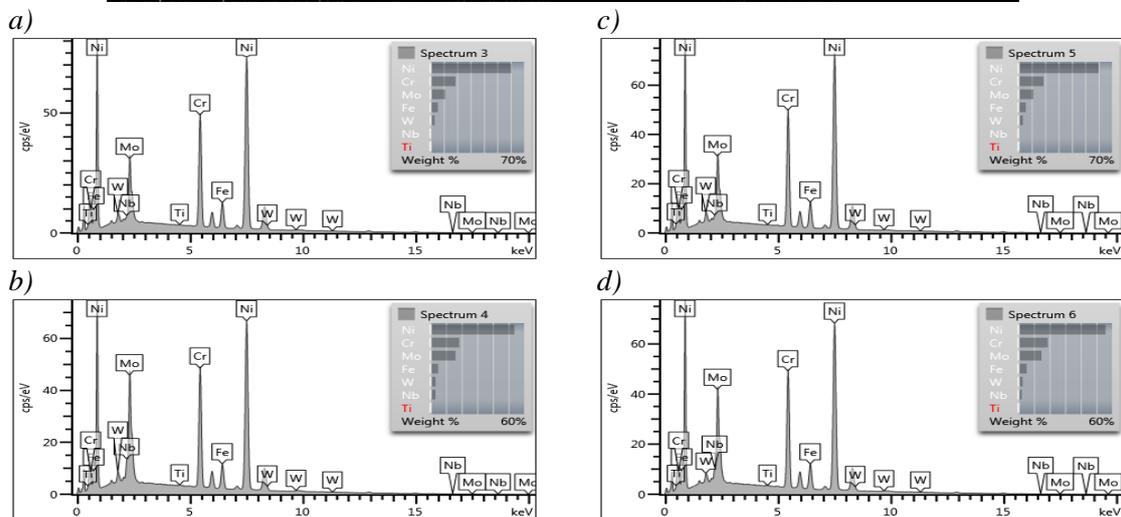
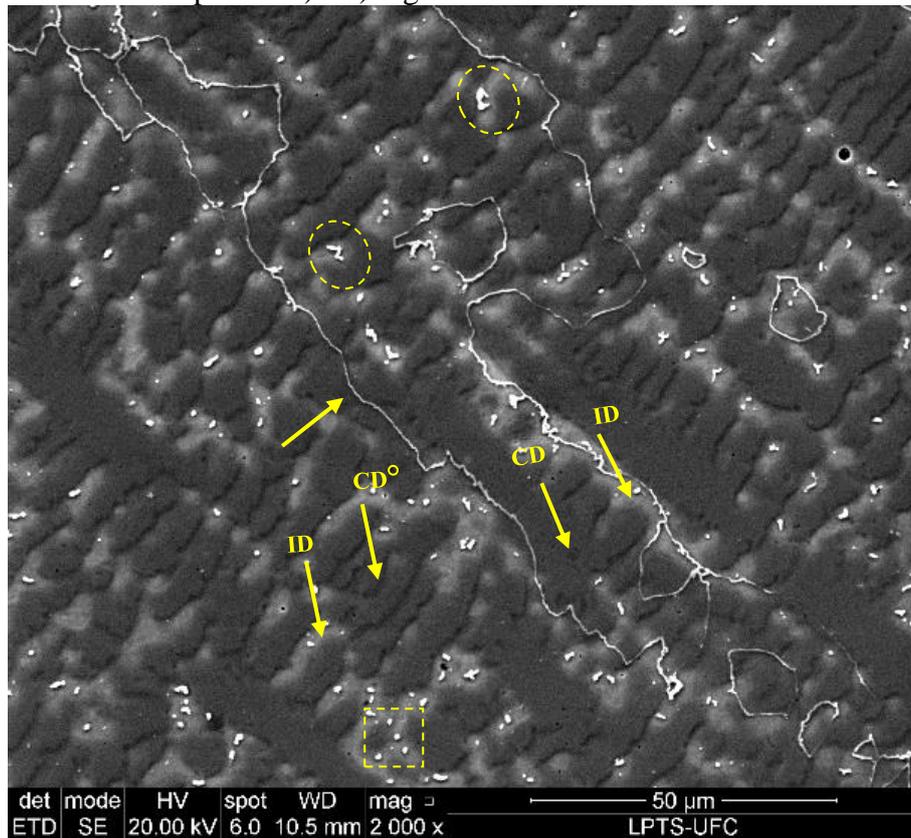
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 58 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura liga *in-situ* A tratada à 650°C durante 50h. As análises de EDS dos pontos b) e c) referem-se às regiões de centro de dendrita e os pontos d) e e) regiões interdendríticas.



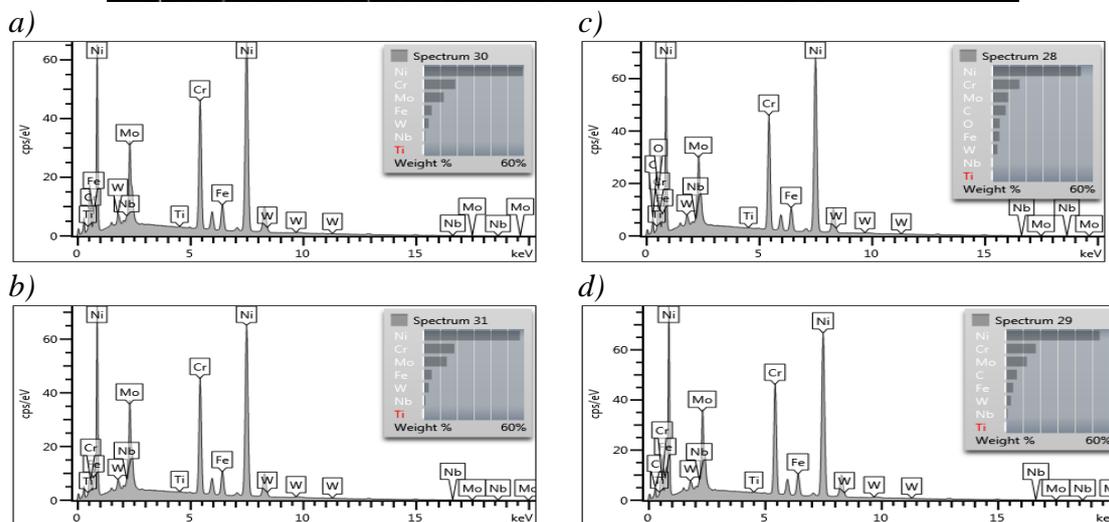
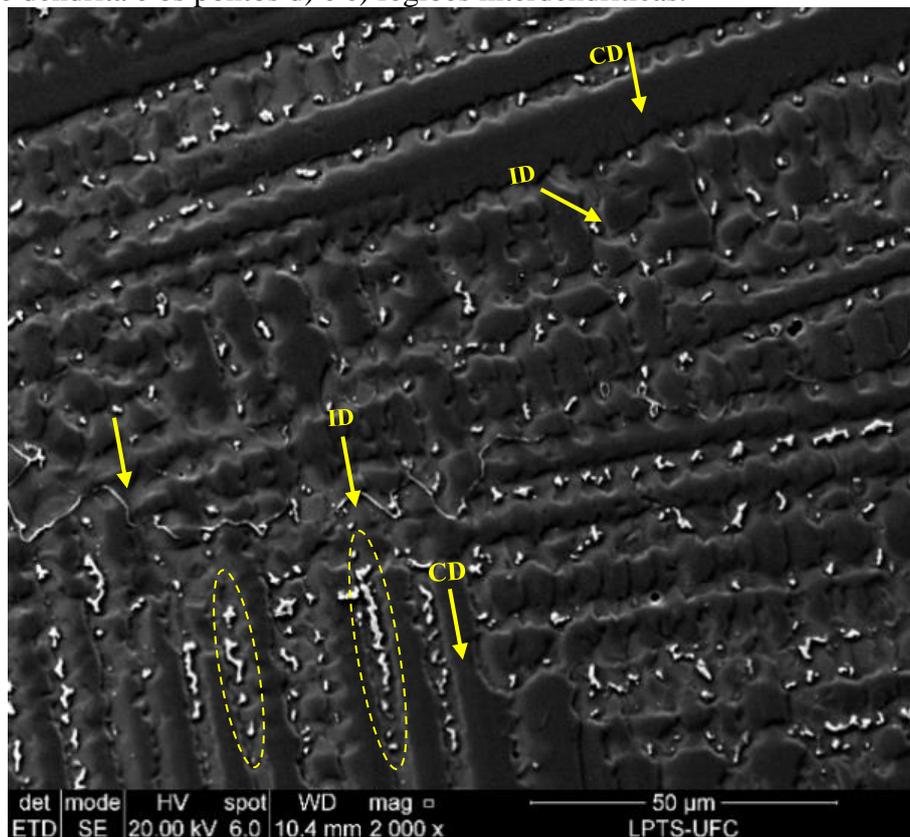
Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 59 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura liga *in-situ* A tratada à 650°C durante 100h. As análises de EDS dos pontos b) e c) referem-se as regiões de centro de dendrita e os pontos d) e e) regiões interdendríticas.



Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 60 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura liga *in-situ* A tratada à 650°C durante 200h. As análises de EDS dos pontos b) e c) referem-se as regiões de centro de dendrita e os pontos d) e e) regiões interdendríticas.



Fonte: Elaborado pela autora.

O tempo de 10h de envelhecimento da liga A *in-situ* na temperatura de 650°C não foi suficiente para que a difusão dos elementos resultasse em alterações relevantes na microestrutura dessa liga. Logo, não apresentou diferenças significativas com relação a microestrutura apresentada na condição como soldada nos revestimentos com misturas

das ligas Inconel 625 e Hastelloy C276 e com as ligas à base de níquel avaliadas isoladamente (BARRETO, 2018, PESSOA, 2014, AGUIAR,2010 e SILVA,2010).

Ao envelhecer a liga Inconel 625 na temperatura de 650°C Albuquerque *et al.* (2012) não relatou diferenças microestruturais entre a condição como soldada e a condição envelhecida durante 10h. No entanto, o aumento do tempo de exposição para 100 h, foi determinante para que se observasse o início da dissolução da fase Laves. Após 200h de envelhecimento a fase Laves foi completamente dissolvida.

Os autores destacam que outra importante mudança microestrutural observada em amostras envelhecidas por 100 e 200 horas foi a precipitação de novas partículas nos contornos de grãos e subgrãos de solidificação. Para a condição de envelhecimento de 100 h, foi observada uma precipitação descontínua formada por precipitados muito finos, dispersos nos contornos de grãos. Para a condição de 200 h de envelhecimento, uma precipitação fina e contínua ao longo dos contornos de grãos foi observada na maioria dos casos.

Pu *et al.* (2018) ao envelhecer da liga Hastelloy C 276 homogeneizada destacaram que a essa precipitação ocorre em virtude dos contornos de grãos atuarem como os principais defeitos planares, podendo proporcionar locais efetivos de nucleação para a fase secundária. Além disso, os contornos de grão são regiões de alta desordem e, portanto facilitam a difusividade da grande quantidade de elementos segregados, como Mo, Cr e W

No envelhecimento da liga Hastelloy C-276, Raghavan *et al.* (1982) observaram que ao envelhecer essa liga na faixa de temperatura de 923K (650°C) à 1173 K (900°C) os precipitados nuclearam de forma heterogênea nos contornos de maclas e nos contornos de grãos.

Ao envelhecer metais de solda da liga Inconel 686 na temperatura de 650°C Silva (2015) observou que a partir de 10h de tratamento houve a precipitação de longas fases nos contornos de grãos, além de fases precipitadas ao longo das dendritas.

Essa precipitação nos contornos identificada na liga *in situ* A foi atribuída ao tratamento de envelhecimento, visto que Pessoa (2014) e Barreto (2014) não observaram precipitados localizados especificamente nessa região na condição bruta de solidificação do metal de solda composto pela mistura das ligas.

Ao comparar os tempos de envelhecimento à 650°C em que ocorreu a precipitação de filmes contínuos nos contornos de grãos da liga *in situ* A (50h) com as ligas Inconel 625 (200h) e Inconel 686 (10h), e destaca-se que a liga Inconel 625 foi a liga que necessitou de maior tempo de envelhecimento para que a microestrutura apresentasse essa alteração.

A liga Inconel 625 possui 3,53% de Nb em sua composição química, a liga *in situ* A 1,54% e a liga Inconel 686 não possui esse elemento em sua composição química. Segundo a rota de solidificação proposta para as ligas *in situ* neste trabalho e a proposta por Silva *et al.* (2013) para a liga Inconel 625, na solidificação dessas ligas a primeira precipitação observada é a formação de carbonetos de nióbio que nucleiam a partir das partículas de TiN presentes na poça líquida. Logo, uma grande parte do carbono presente na liga participa da formação desses carbonetos.

No caso da liga Inconel 625, que apresenta maior percentual de Nb, volume de precipitação de carbonetos de nióbio tende a ser maior, pela elevada quantidade desse elemento presente no líquido interdendrítico. Em virtude disso, a quantidade de carboneto que permanece em solução na matriz após a solidificação dessa liga tende a ser menor. Já para a liga Inconel 686, que não apresenta em sua rota de solidificação a formação de carbonetos, os átomos de carbono permanecem em solução depois da solidificação.

Ao ser submetida ao envelhecimento à 650°C, o carbono presente na matriz que tem alta difusividade na matriz desloca-se para os contornos de grãos e fica disponível, na concentração necessária, formando-se em tempos mais curtos a precipitação nos contornos de grãos.

Enquanto que a liga *in situ* A durante a solidificação apresenta a precipitação de carbonetos de nióbio, logo tem menor quantidade de carbono disponível na matriz que a liga Inconel 686, necessitando de um tempo maior para que no contorno de grãos se obtenha a concentração de carbono necessária para a que ocorra a precipitação nessa região.

Por fim, a liga Inconel 625 que apresenta maior concentração de Nb, durante a solidificação, promove um elevado volume de precipitação de carbonetos, consumindo grande quantidade do carbono disponível para a formação de carbonetos de nióbio. Nessa liga, apenas após 200h de envelhecimento foi possível observar a precipitação nos

contornos. Desse modo, entende-se que a participação do Nb nas ligas de níquel pode postergar a formação de precipitação de filme nos contornos de grãos.

As análises de EDS nas amostras tratadas durante 10h, 50h, 100h e 200h da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C foram utilizadas para identificar a composição química nas regiões de centro de dendrita e interdendrítica com a finalidade de estudar a distribuição dos elementos ao longo dos tempos de envelhecimento.

A Tabela 17 mostra valores médios de composição química, obtidas por EDS, para cada uma das regiões estudadas. Observa-se que as médias das concentrações dos elementos Ni e Fe foram maiores nas regiões de centro de dendrita (CD), indicando que esses elementos se mantiveram na matriz durante o envelhecimento. O Mo e o Nb apresentaram médias de concentração maiores nas regiões interdendríticas (ID). As médias apresentadas pelo Cr para as regiões não tiveram diferenças significativas.

Tabela 17 – Análise de EDS semi-quantitativa da composição química da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C.

	10h						50h					
	Pontos				Médias		Pontos				Médias	
	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID
Ni	62,1	57,3	61,7	56,2	61,9	56,7	61,6	58,7	61,4	56,9	61,5	57,8
Cr	18,9	19,3	19,3	19,2	19,1	19,3	18,9	19,2	19,1	18,9	19,0	19,0
Mo	11,1	15,0	11,4	15,9	11,3	15,5	11,6	13,8	11,6	15,3	11,6	14,5
W	3,6	3,0	3,4	2,8	3,5	2,9	3,5	3,2	3,5	3,2	3,5	3,2
Nb	0,9	2,3	0,9	2,9	0,9	2,6	1,0	1,8	1,0	2,3	1,0	2,0
Ti	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Fe	3,3	3,0	3,2	2,9	3,3	3,0	3,4	3,3	3,3	3,4	3,4	3,3

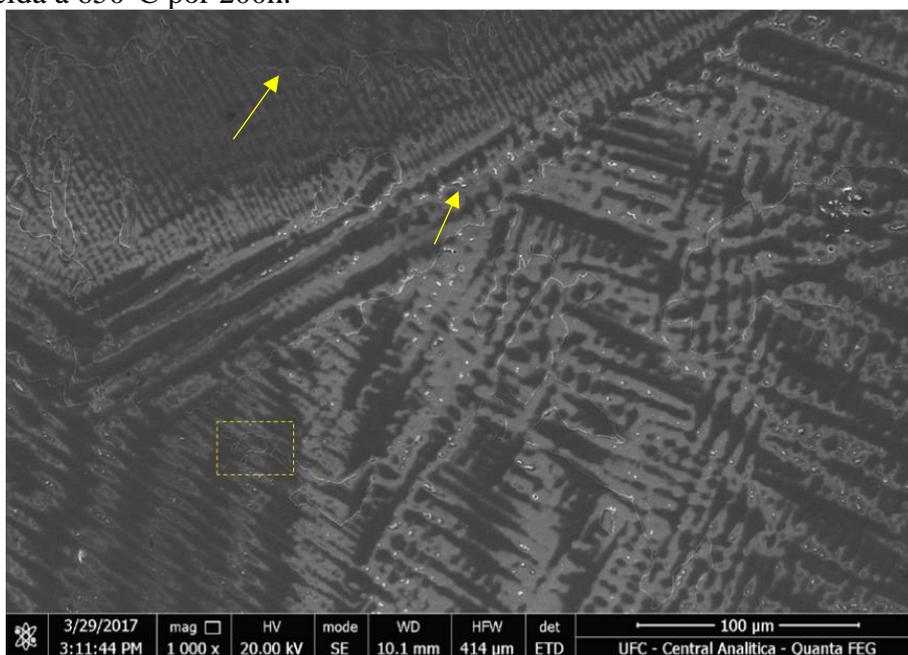
	100h						200h					
	Pontos				Médias		Pontos				Médias	
	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID
Ni	60,4	53,8	60,0	55,8	60,2	54,8	59,2	57,6	60,2	57,9	59,7	57,7
Cr	18,7	18,5	18,9	18,9	18,8	18,7	19,1	18,5	18,6	18,8	18,9	18,6
Mo	11,1	16,1	11,2	14,8	11,2	15,5	12,2	14,1	11,6	13,6	11,9	13,8
W	3,2	3,3	3,4	2,8	3,3	3,1	3,3	3,3	3,7	3,5	3,5	3,4
Nb	0,9	3,3	0,8	2,2	0,9	2,7	1,0	1,3	0,8	1,5	0,9	1,4
Ti	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,1
Fe	5,5	5,0	5,6	5,3	5,6	5,2	5,1	3,3	5,0	4,8	5,0	4,1

Fonte: Elaborado pela autora.

Para realizar uma análise mais detalhada das fases presentes na microestrutura resultante do envelhecimento da liga *in-situ* A envelhecida na temperatura 650°C, optou-se por investigar a condição envelhecida durante 200h pela possibilidade de encontrar uma variedade maior nas fases precipitadas. Nesta condição observou-se precipitações em diversas regiões e morfologias distintas.

A Figura 61 mostra a microestrutura da liga *in-situ* A envelhecida na temperatura de 650°C por 200h, nessa condição foi possível destacar principalmente a formação de precipitação nos contornos de grãos e de subgrãos, precipitação na região interdendrítica, precipitação com morfologia cúbica.

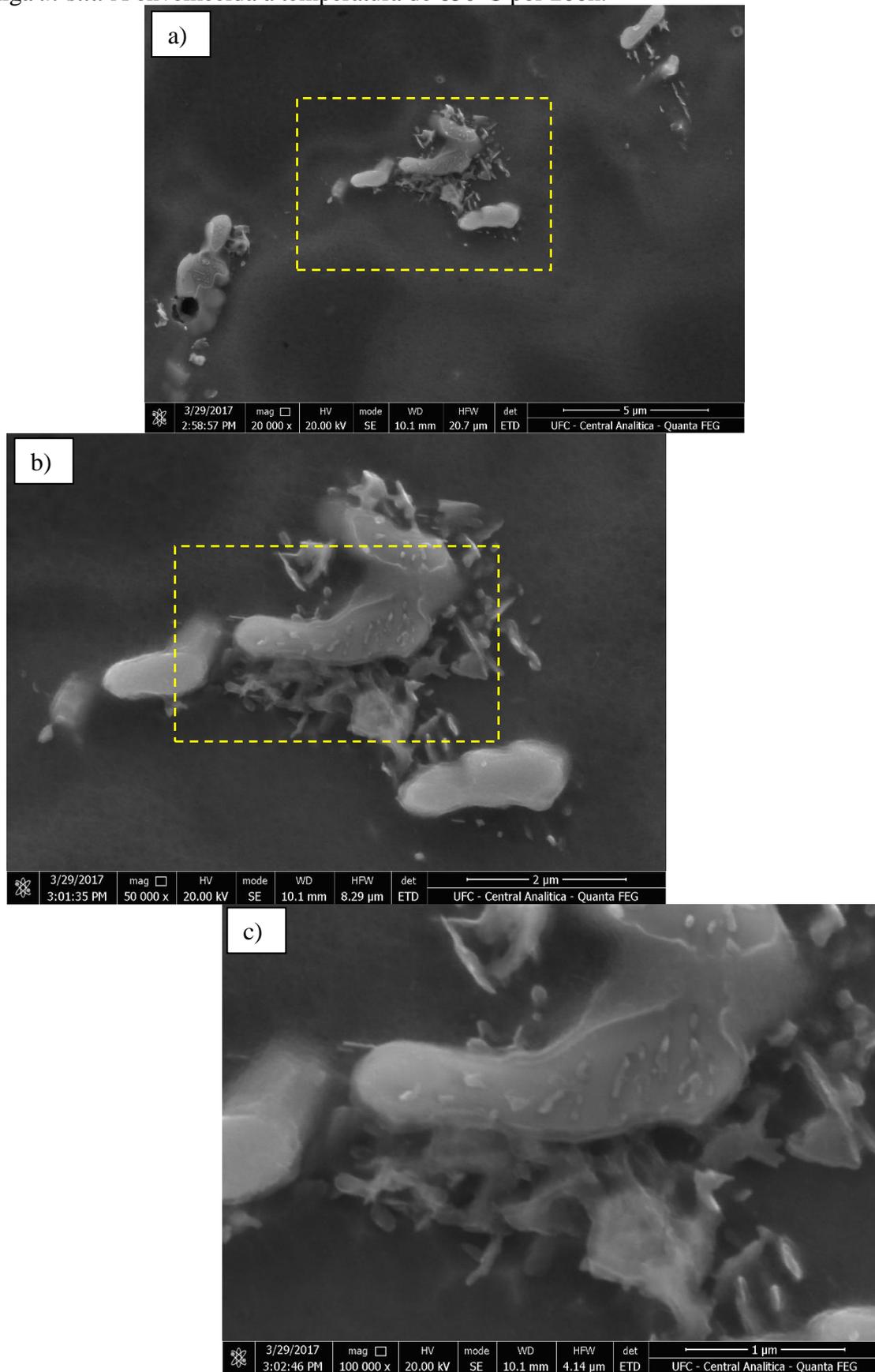
Figura 61 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C por 200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

A precipitação interdendrítica apresentada na liga *in situ* A envelhecida à 650°C por 200h pode ser visualizada na Figura 62 a). A partir da Figura 62 b) e da Figura 62 c) observa-se contrastes distintos em um mesmo precipitado maior, levando a suposição de haver precipitados menores nucleando a partir do precipitado maior.

Figura 62 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe da precipitação interdendrítica na liga *in-situ* A envelhecida à temperatura de 650°C por 200h.



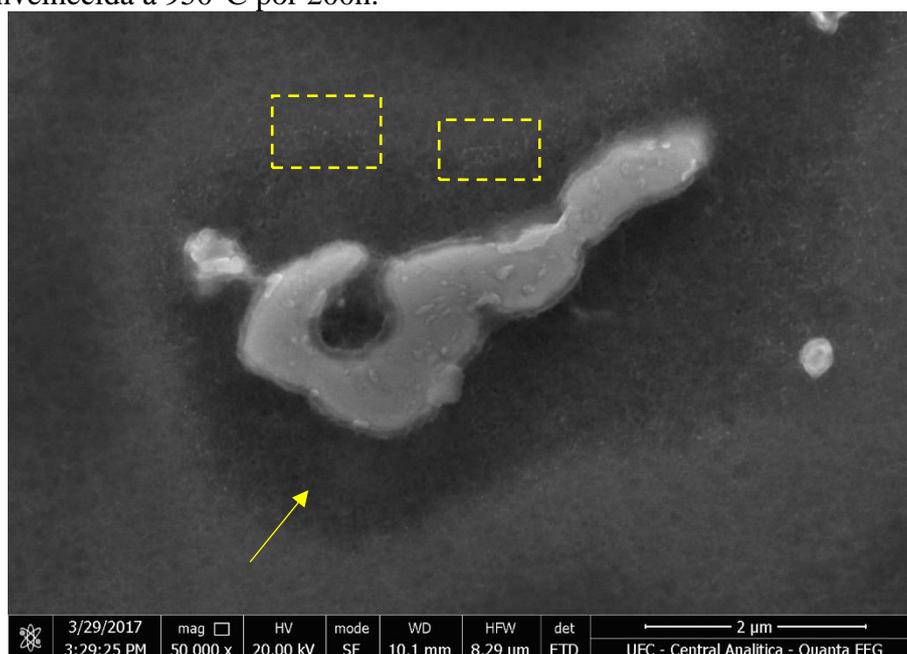
Fonte: Elaborado pela autora.

A fase secundária visualizada na Figura 63 é outro exemplo de precipitação secundária com contrastes distintos na superfície da fase. Observa-se em torno da fase uma região mais escura (indicada pela seta) e uma região mais clara um pouco mais afastada com a presença de pequenas partículas (indicadas pelos retângulos).

A região mais escura provavelmente está relacionada ao fato da interface do precipitado está empobrecida de elementos formadores de fases secundárias. Destacando que durante o envelhecimento os elementos na interface do precipitado podem ter se difundido para o precipitado colaborando para a formação dessas partículas menores mais brilhantes.

Como a região imediatamente próxima do precipitado é empobrecida de elementos participantes de fases secundárias, as fases nanométricas se formam em uma região pouco mais afastada do precipitado.

Figura 63 – Imagem de MEV no modo SE de fase secundárias interdendrítica da liga *in-situ* A envelhecida à 950°C por 200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

Miná *et al.* (2016) ao investigar as precipitações no metal de solda da liga Inocnel 686 observou a existência de precipitados disformes, com a presença de finos precipitados agregados, que segundo os autores poderiam estar na superfície e/ou no interior do precipitado. Essas fases foram identificadas apenas nos metais de solda dos revestimentos que apresentaram elevadas diluições.

A região escura em torno dos precipitados também foi reportada na literatura para o envelhecimento da liga Inconel 718. Aghajani *et al.* (2016) observou uma região escura em torno dos precipitados de NbC, indicando depreciação no teor de nióbio dessa região, desse modo, esse local não apresentou teor de Nb necessário para a precipitação de γ' .

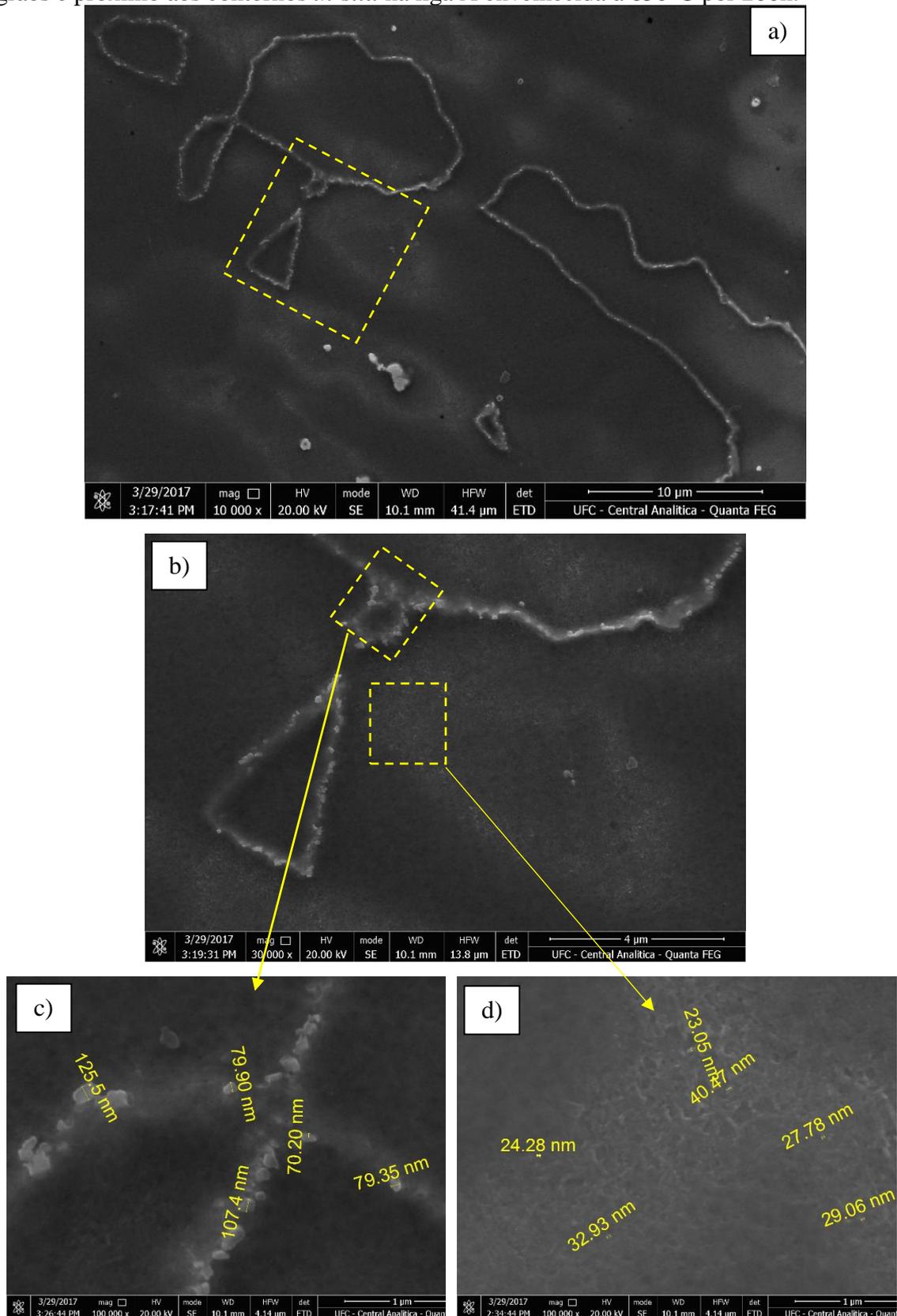
A Figura 64 apresenta a região selecionada na Figura 61 em maiores magnificações. Nessa região destaca-se dois principais tipos de precipitados, os apresentados nos contornos de grãos e subgrãos e uma precipitação formada por partículas nanométricas precipitadas tanto próximo dos contornos como no seu interior.

A Figura 64 c) mostra que a precipitação nos contornos de grãos dessa região é composta por partículas precipitadas próximas uma das outras, as medidas das dimensões dessas partículas variaram, nessa região, de 70 – 125 nm.

Conforme discutido anteriormente, a precipitação nos contornos de grãos da liga *in-situ* A é resultado da maior concentração de elementos segregados durante a solidificação, bem como, da difusão desses elementos que ocorre durante o envelhecimento para essa região que, pela sua desordem, facilita o deslocamento dos átomos e a precipitação de fases secundárias.

Outro destaque observado na microestrutura da liga *in situ* A envelhecida na temperatura de 650 °C por 200h é evidenciado na Figura 64 d), que consiste em uma precipitação intragranular que se apresenta em porções de partículas nanométricas, com dimensão na faixa de 23-40 nm. Foi possível perceber a presença dessa precipitação em várias regiões da liga *in situ* A nessa condição de envelhecimento.

Figura 64 – Imagens de MEV no modo SE da precipitação encontrada nos contornos de grãos e próximo aos contornos *in-situ* na liga A envelhecida à 650°C por 200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

Como discutido anteriormente, o Nb é, dentre os elementos da composição da liga, o que apresenta maior potencial de segregação, sendo direcionado para o líquido interdendrítico. Porém, o processo de solidificação de soldagem não ocorre no equilíbrio, e é resfriado rapidamente, principalmente quando se utiliza baixos níveis de energia, como é o caso.

Desse modo, uma parte do Nb presente no material fundido não tem tempo suficiente para segregar para o líquido e durante a solidificação é acomodado na matriz. Durante as 200h de envelhecimento da liga *in situ* A à temperatura de 650°C, esse nióbio que permaneceu em solução sólida na matriz, que é majoritariamente formada pelo Ni, organiza-se com o níquel de forma a compor a fase γ'' (Ni_3Nb).

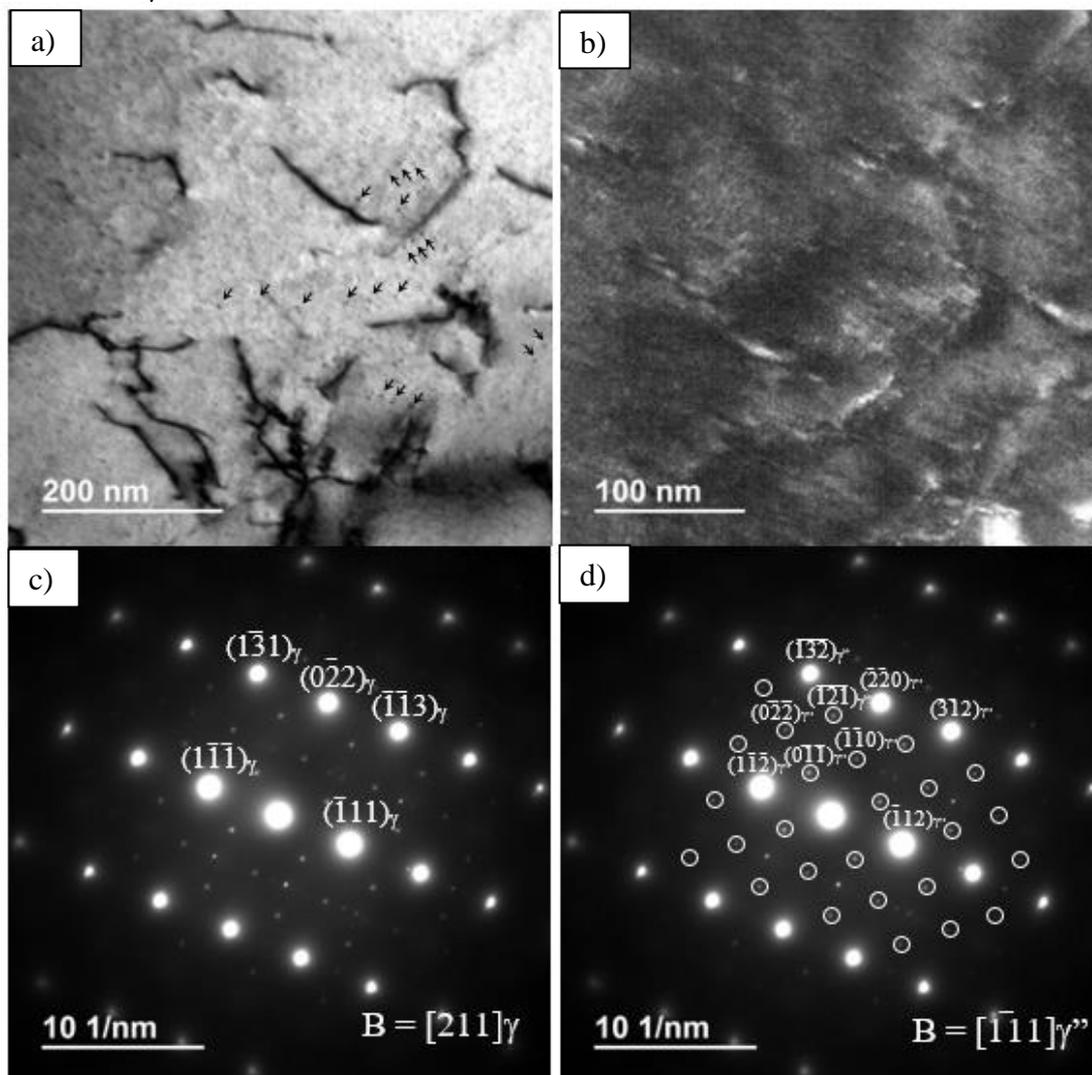
A fase γ'' (Ni_3Nb) é uma fase de dimensão nanométrica formada em elevadas temperaturas (600°C – 800°C) que possui estrutura cristalina tetragonal de corpo centrada, em geral sua precipitação é intragranular. Essa fase é responsável pelo aumento da resistência mecânica das ligas de níquel em virtude de seu crescimento ser alinhado de acordo com a matriz γ .

As Figura 65 a) e b) correspondem às imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão da liga *in situ* A envelhecida à temperatura de 650°C por 200h em campo claro e em campo escuro, respectivamente. Pela imagem da Figura 65 a) as fases nanométricas (indicadas pelas setas) estão precipitadas na matriz. Os segmentos mais escuros correspondem as discordâncias existentes na microestrutura. As fases nanométricas funcionam como bloqueio ao movimento dessas discordâncias.

O padrão de difração indexado visto na Figura 65 c) foi caracterizado como matriz γ , esse padrão refere-se aos pontos com brilho mais intenso, o padrão de difração dos os ponto menores indexados estão na Figura 65 d) cuja fase identificada corresponde a γ'' .

Logo, as fases nanométricas intragranulares visualizadas na liga *in situ* A envelhecidas à temperatura de 650°C durante 200h correspondem a fase γ'' (Ni_3Nb).

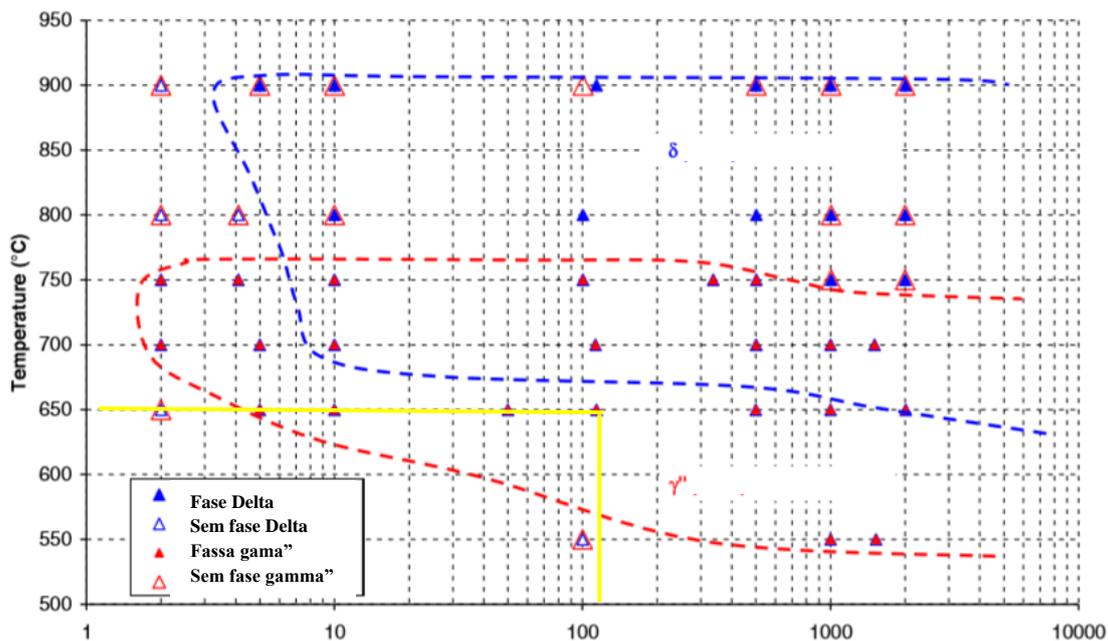
Figura 65 - Imagem de TEM em a) campo claro (BF), b) campo escuro (DF) mostrando precipitados nanométricos dispersos na matriz que atuam no sentido de bloquear linhas de discordâncias. O respectivo c) padrão de difração de área selecionada (SAD) da matriz mais γ'' .



Fonte: Elaborada pela autora.

Ao utilizar o diagrama de tempo, temperatura e transformação levantado para a liga Inconel 625 visto na Figura 66, a condições de envelhecimento investigada (marcado com as linhas em amarelo) aponta para o campo de precipitação das fases γ'' e da fase δ . Suave *et al.* (2014) explica que o crescimento intragranular da fase γ'' é observado durante o aumento do tempo de exposição à temperatura de 650 °C.

Figura 66 - Diagrama de TTT para fases γ'' e δ para liga Inconel 625.



Fonte: Suave *et al.* (2014).

Ao envelhecer a liga Inconel 625 à temperatura de 650°C por 1h, pós serviço por 60.000h na temperatura de 600°C, Shankar *et al.* (2001) observou a intensa precipitação de finas partículas distribuídas ao longo da matriz.

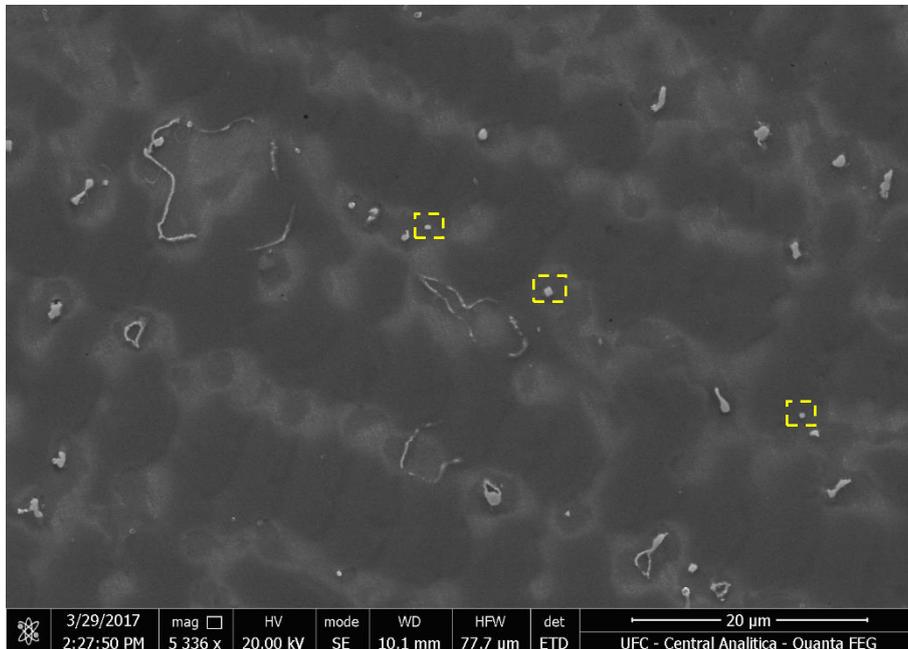
Mathew *et al.* (2007) ao envelhecer a liga Inconel 625 à temperatura de 650°C durante 500h observaram a precipitação intragranular da fase γ'' e, também destacaram a precipitação de carbonetos isolados nos contornos de grãos.

Silva *et al.* (2018) identificaram a precipitação nanométrica da fase γ'' ao envelhecer metais de solda da liga Inconel 625 à temperatura de 650°C por 200h. Os autores explicam que a nucleação desta fase ocorre num padrão heterogêneo, que pode ser atribuído às diferenças micro químicas observadas na microestrutura, devido à microsegregação durante a solidificação.

Desse modo, conclui-se que a precipitação da fase γ'' na liga *in situ* envelhecida na temperatura de 650°C durante 200h, é efeito da contribuição da liga Inconel 625 na composição global da liga *in-situ* A, em virtude da presença de Nb na liga Inconel 625.

Outra fase observada na investigação da microestrutura da liga *in-situ* A corresponde a que apresenta morfologia cúbica, como destacado, na Figura 67.

Figura 67 – Imagem de MEV no modo SE de precipitação com morfologia cúbica identificada na microestrutura da liga *in situ* A envelhecida na temperatura de 650°C por 200h.



Fonte: Elaborada pela autora.

A precipitação de fase de morfologia cúbica ocorreu tanto na região interdendrítica como no centro de dendrita. Com base na discussão prévia da rota de solidificação das ligas *in-situ* entende-se que essa microestrutura é resultante do processo de solidificação da liga *in-situ* A e com características semelhantes às apresentadas pelo carboneto do tipo MC, rico em nióbio.

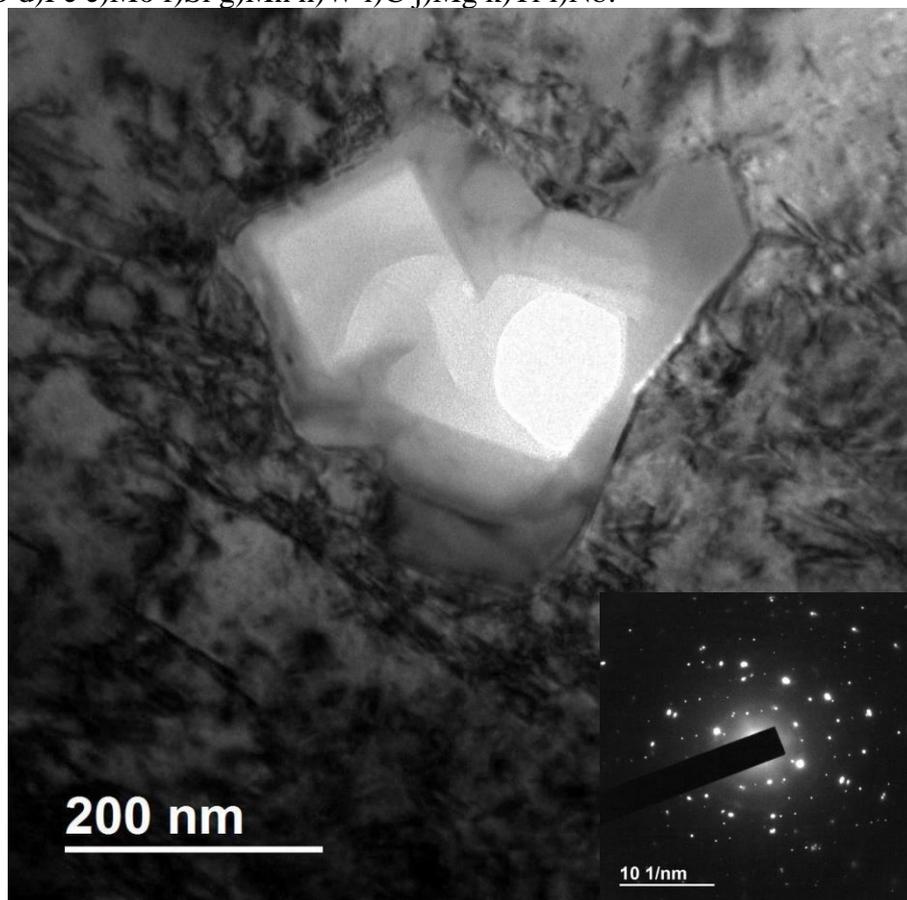
A Figura 68 mostra, por microscopia eletrônica de transmissão, a imagem de precipitados cúbicos nanométricos aglomerado que ocorrem na matriz γ e o respectivo padrão de difração (SAD) na forma de spots/anéis combinados de todos os precipitados nanométricos que ocorrem simultaneamente. A partir do mapa de EDS foi possível destacar que o precipitado é composto principalmente por elementos como Mg, O, C, Ti e Nb.

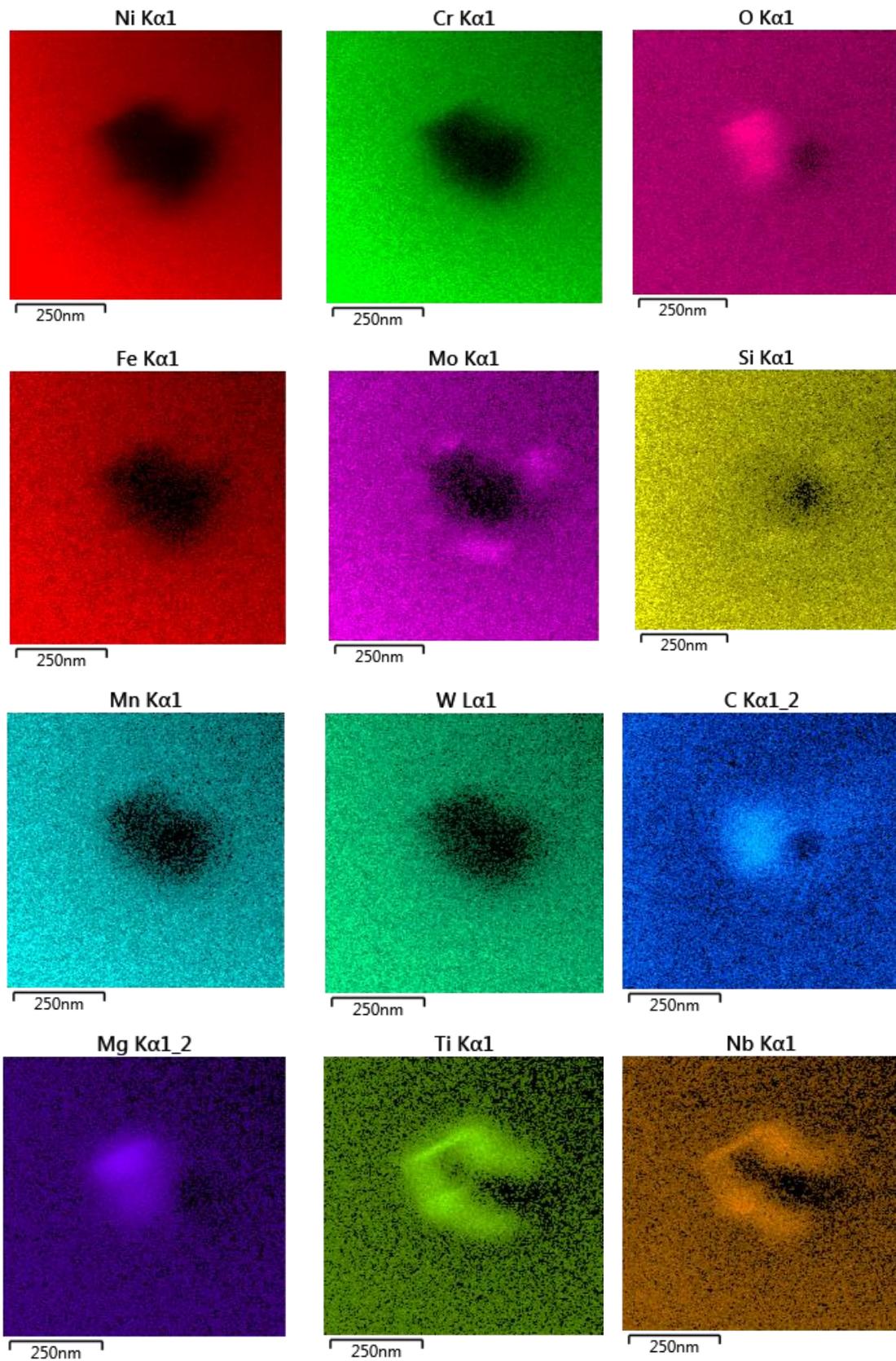
A análise do mapa de composição química permitiu observar que o Mg e O são os elementos que apresentam maior intensidade na região central do precipitado. Na parte mais externa do precipitado destaca-se a concentração de Ti e Nb e a presença de carbono.

Entende-se que esse precipitado com morfologia cúbica se trata de uma estrutura complexa formada por um núcleo de óxido de magnésio, que tem ponto de fusão e estabilidade muito alta, por isso não funde durante o processo de soldagem. Essa estrutura de óxido de magnésio permanece sólida na poça líquida e funciona como nucleador de nitreto de titânio, ou nitreto de titânio e nióbio.

A presença de carbono no mapa de composição indica que em volta dessas estruturas de nitreto de titânio ou de nitreto de titânio e nióbio ocorreu a nucleação de carbonetos ou carbonitretos de titânio e nióbio.

Figura 68 - Imagem TEM em campo claro (BF) evidenciando precipitados cúbicos complexos com núcleo de Mg e TiN e respectivos mapas de EDS dos elementos a)Ni b)Cr c)O d)Fe e)Mo f)Si g)Mn h)W i)C j)Mg k)Ti l)Nb.





Fonte: Elaborado pela autora

A microestrutura apresentada na Figura 68, bem como, os principais elementos formadores dessa fase, são semelhantes ao apresentado por Silva (2010) em estudo sobre a microestrutura do metal de solda da liga Inconel 625.

Silva (2010) explica que o núcleo do precipitado é formado pela fase MgO e que o Titânio (Ti) permanece na porção mais interna do precipitado na forma de nitreto de titânio, ao redor do MgO que é absorvido como impureza durante o processo de soldagem. Já o Nb e o carbono se concentram na parte mais externa do precipitado. Assim o autor destaca que o precipitado é constituído por duas fases, sendo um núcleo de MgO revestido por uma casca constituída a princípio por um carbonitreto de Ti e Nb (TiNb)C que evolui para um carboneto do tipo (NbTi)C.

Os nitretos de titânio TiN presentes no metal de solda no estado sólido no metal fundido, atuam como excelentes agentes nucleadores na formação de carbonetos de titânio e nióbio em forma de capa (SILVA *et al.*, 2013).

Precipitados ricos em titânio foram observados por Silva (2015) em torno de inclusões de óxidos de magnésio e alumínio no metal de solda da liga Inconel 686 envelhecida à 650°C por 10h.

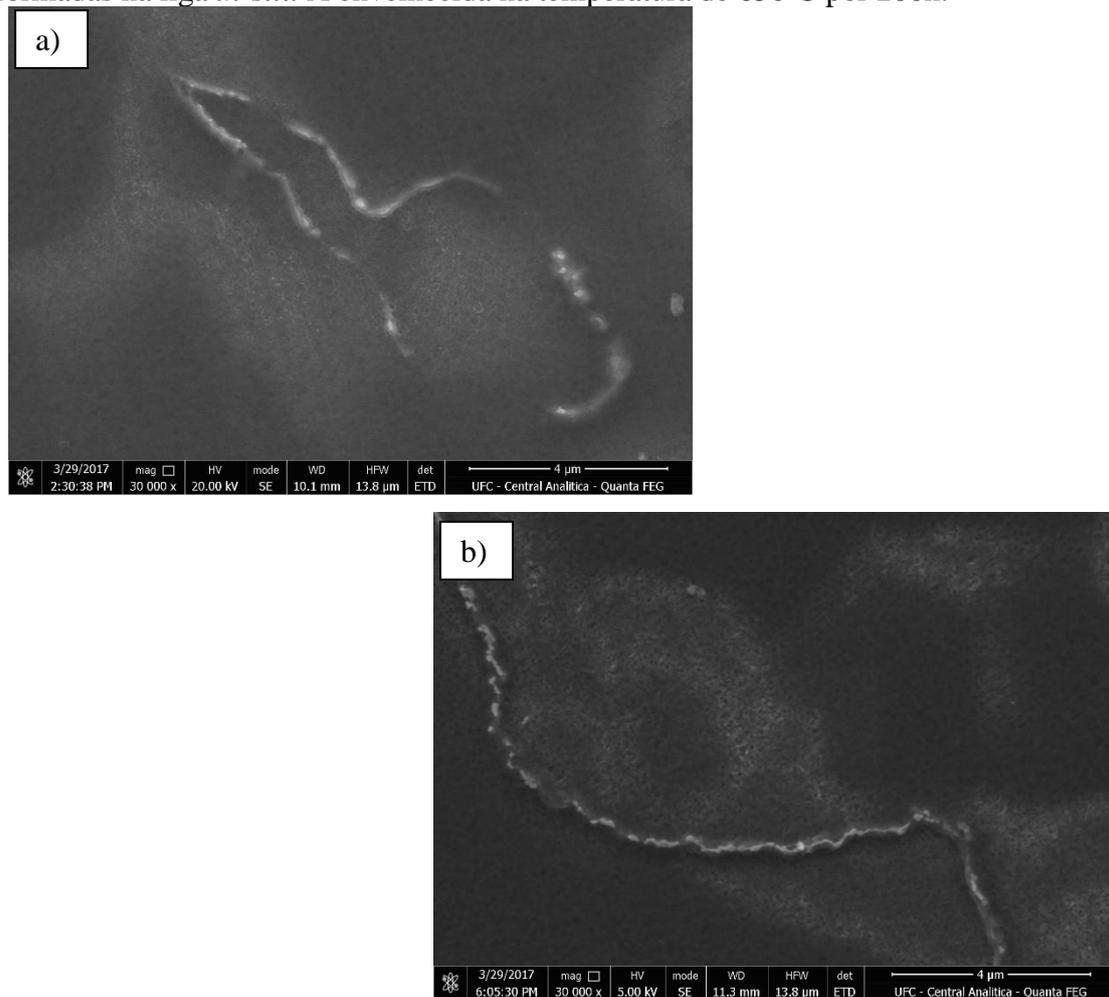
A presença desta fase dá suporte para proposta de solidificação levantada para as ligas *in-situ* deste trabalho, com base na rota de solidificação da liga Inconel 625 sugerida por Silva *et al.* (2013) que destacou a formação de carbonetos de nióbio a partir de nucleadores presentes na poça de fusão, como óxido de magnésio e nitreto de titânio, microconstituintes que possuem alta ponto de fusão e estabilidade termodinâmica na temperatura de 650°.

Dentre os diversos tipos de fases secundárias observados na liga *in situ* A envelhecidas na temperatura de 650°C por 200h a ocorrência de precipitados nos contornos de grãos foi vista em diversas micrografias. A precipitação nos contornos de grãos e subgrãos foi observada tanto em formação de partículas mais isoladas ou em forma de filme, como pode ser visto na Figura 69 a) e na Figura 69 b).

A precipitação nos contornos de grãos foi identificada inicialmente na liga *in situ* A envelhecida à 650°C no tempo de 50h de envelhecimento e continuou presente nas condições de tempos de envelhecimentos mais longos, como 100h e 200h.

Pela análise das micrografias apresentadas na Figura 64, Figura 69 a) e Figura 69 b) percebe-se que, além de todas essas imagens apresentarem precipitados nos contornos de grãos, outra semelhança entre elas, é a concentração de fases secundárias nanométricas.

Figura 69 – Imagem de MEV no modo SE das precipitações nos contornos de grãos formadas na liga *in-situ* A envelhecida na temperatura de 650°C por 200h.

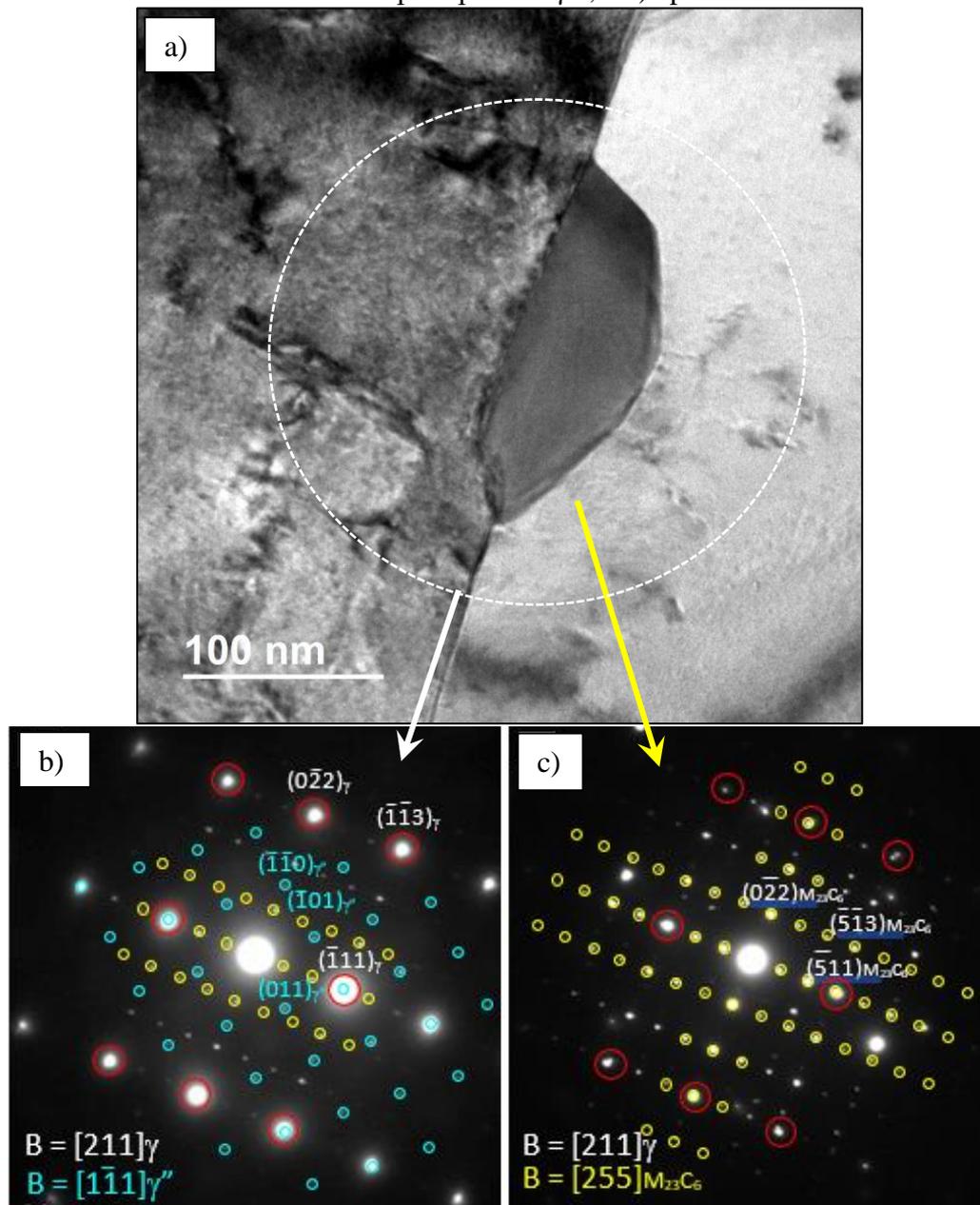


Fonte: Elaborado pela autora.

A Figura 70 a) corresponde a imagem por microscopia eletrônica de transmissão em campo claro de uma partícula precipitada na região de contorno de grão, nessa imagem também é possível observar alguns segmentos escuros que correspondem as discordâncias na matriz γ .

O padrão de difração indexado da Figura 70 b) pelo qual foi possível identificar além da matriz γ a fase nanométrica γ'' . No padrão de difração da Figura 70 c) caracterizou-se três diferentes fases, as duas primeiras já haviam sido identificadas como sendo, a matriz γ e a fase γ'' . A terceira fase corresponde a partícula localizada no contorno de grão que foi indexada como carboneto do tipo $M_{23}C_6$.

Figura 70 – a) Imagem de TEM em campo claro (BF) mostrando precipitados no contorno de grão da fase Ni-fcc respectivos padrões de difração (SAD) mostrando b) carboneto com a matriz de Ni-fcc e precipitados γ'' , e c) apenas o carboneto.



Fonte: Elaborado pela autora.

A partir da análise das imagens de microscopia eletrônica de transmissão foi possível caracterizar a fase nanométrica que se apresenta próxima ao contorno de grão como a fase γ'' , que em se tratando de uma fase que apresenta nucleação e crescimento alinhados com a matriz, promove resistência ao deslocamento das discordâncias.

Ao continuar a investigação do mesmo contorno de grão utilizou a região destacada na Figura 71 a), que corresponde a uma imagem de microscopia eletrônica de transmissão em campo claro em menor magnificação que a imagem da Figura 70, na qual se pode observar mais partículas precipitadas nos contornos de grãos.

A partir da Figura 71 é possível visualizar o mapa de composição química para duas partículas, semelhantes, precipitadas no contorno de grãos, ressaltando que pelo padrão de difração indexado caracteriza-se como carboneto do tipo $M_{23}C_6$.

O mapa de composição química dessas partículas mostra que em uma discreta região, de uma das partículas, a concentração de Cr destacada. Enquanto que, na maior parte dos precipitados, esse elemento não aparece em destaque. O mapa de composição química torna nítida a que a grande participação de elementos, como molibdênio e tungstênio na composição química das duas partículas. O níquel e o ferro não mostraram ter uma participação significativa nesses precipitados.

A precipitação nos contornos de grãos é intensamente abordada na literatura para ligas de níquel da família NiCrMo, com adição de Nb ou com adição de W.

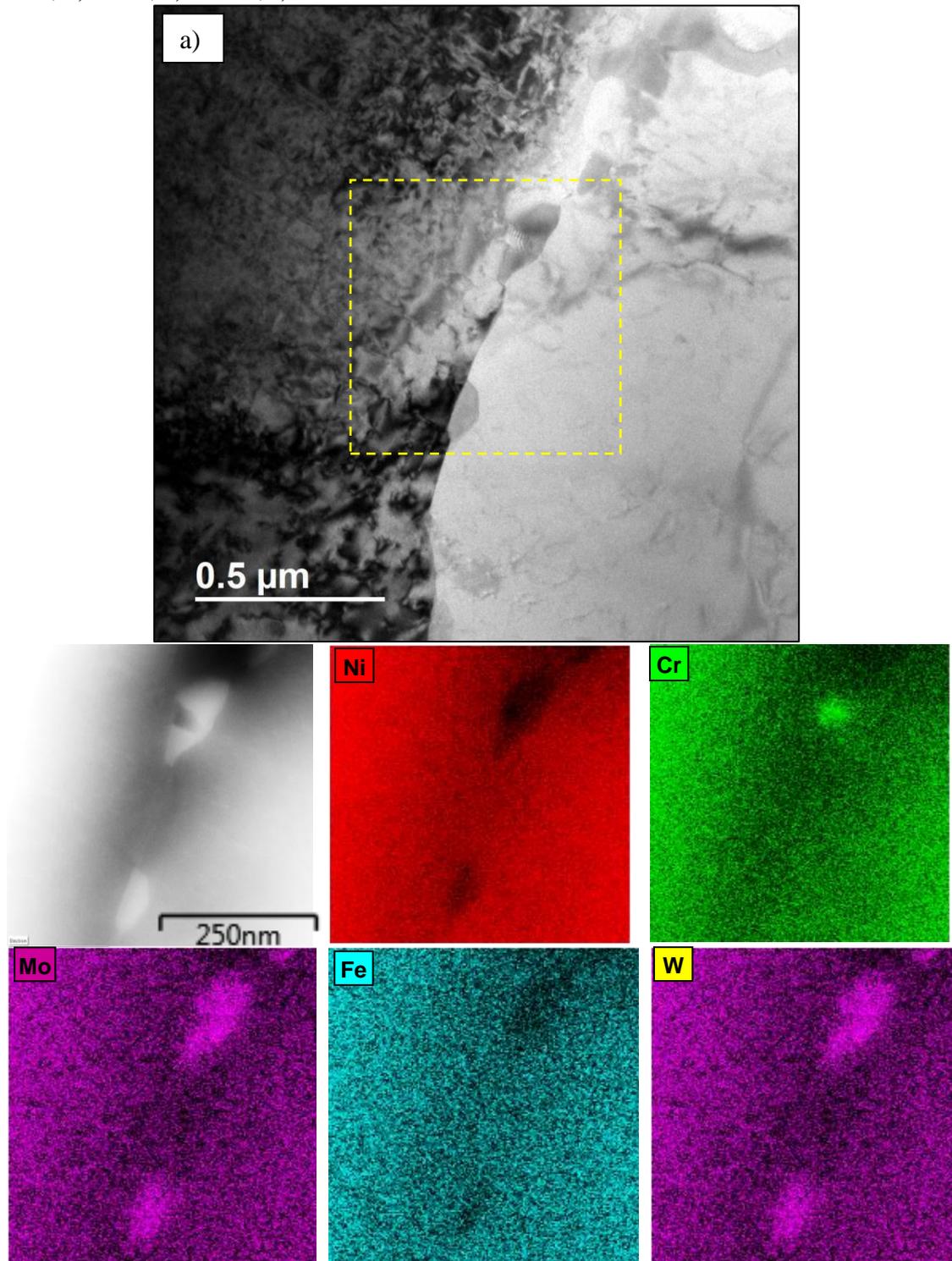
A precipitação intergranular de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ também foi observada por Suave *et al.* (2014) no envelhecimento da liga Inconel 625 à 750°C depois de 100h de tratamento.

Silva (2015) ao envelhecer soldas da liga Inconel 686 observou a formação de carbonetos $Cr_{23}C_6$ no envelhecimento durante 200h e em tempos mais curtos, como 10h, 50h, 100h carbonetos Cr_7C_3 e Cr_3C_2 .

A precipitação localizada nos contornos de grãos da liga Hastelloy C 276 submetida ao envelhecimento de 6-36h à 870°C foi identificada como carbonetos do tipo M_6C (PU *et al.*, 2017). O autor destaca que a segregação de elementos como Mo, Cr, W é direcionada para ocorrer em contornos de grão, onde os elementos que participam abundantemente da formação das fases secundárias estão disponíveis

Silva *et al.* (2018) observou uma precipitação em forma de filme no contorno de grão, ao envelhecer soldas da liga Inconel 625 à temperatura de 650°C durante 200h, pela análise de EDS os autores destacaram um aumento de cromo e a presença de silício e carbono nessas partículas.

Figura 71 - Imagem de STEM em campo claro (BF) mostrando precipitados no contorno de grão da fase Ni-fcc e respectivos mapas de EDS dos elementos: b) Ni-K, c) Cr-K, d) Fe-K, e) Mo-K, f) W-L.



Fonte: Elaborado pela autora.

É importante destacar que, tanto no envelhecimento da liga Inconel 625 com oda Hastelloy C-276, o carboneto do tipo $M_{23}C_6$ são enriquecidos de cromo. No entanto

a partir da análise do mapa de composição química da liga *in situ* A envelhecida à 650°C por 200h identificou-se a participação intensa de Mo e W e não de Cr.

Aghaji *et al.* (2016) identificou ao analisar a liga Inconel 718 após envelhecida a precipitação de partículas de 500nm cujo a análise de EDS mostrou ser o precipitado enriquecido de Nb, Mo e Cr.

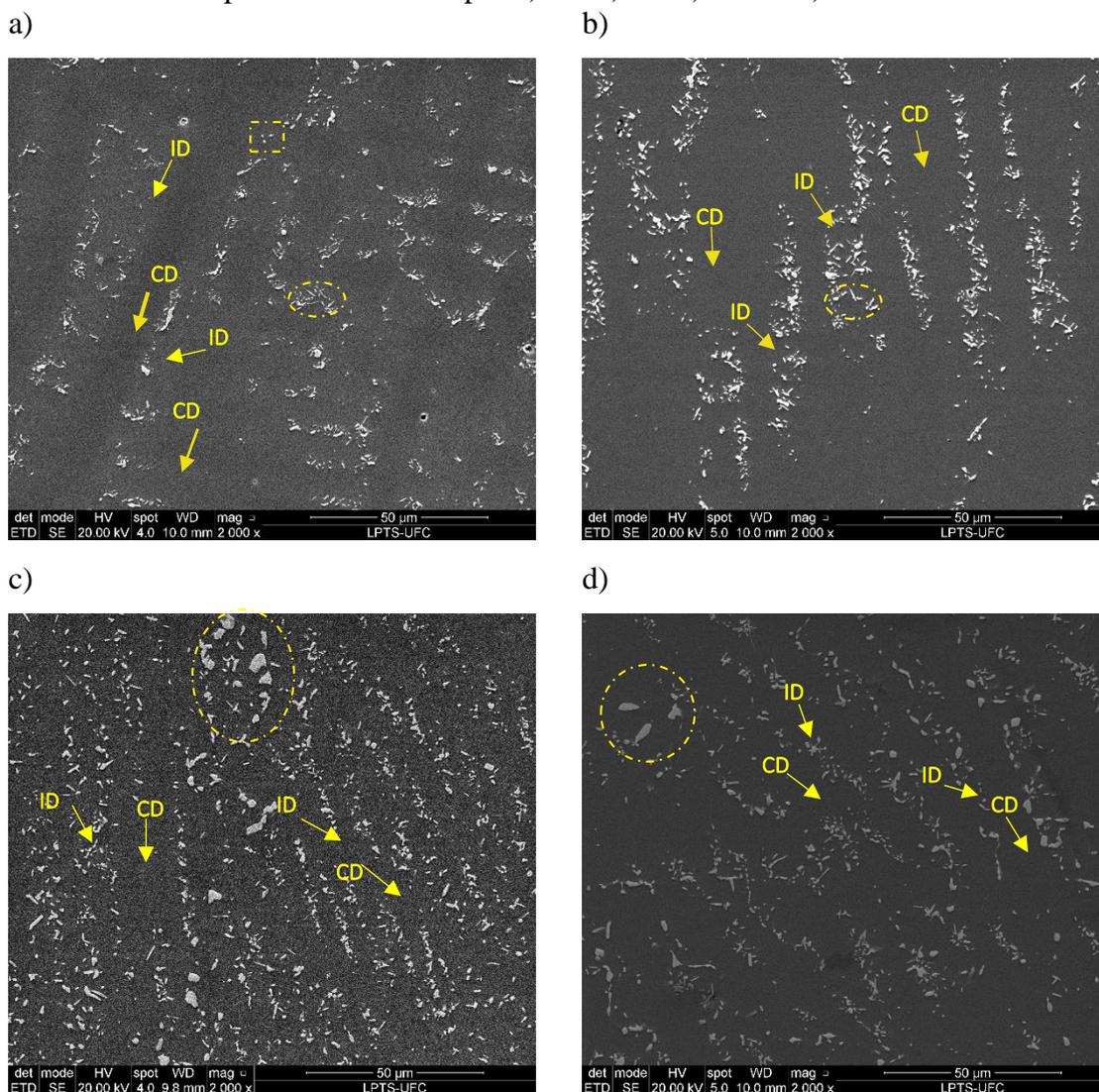
Desse modo, sobre a microestrutura da liga *in situ* A envelhecida à temperatura de 650° C por 200h é possível destacar que a precipitação interdendrítica apresentou contrastes distintos, provavelmente tratando-se de precipitação em menor escala nucleadas internamente ou na superfície da fase maior. A precipitação cúbica, que corresponde aos carbonetos ou carbonitretos de nióbios nucleados durante a solidificação a partir de MgO ou TiN permanecem na microestrutura mesmo após longos períodos de envelhecimento. Além dessas microestruturas, observou-se intensa precipitação intragranular que foi identificada com a fase γ'' e precipitação no contorno de grão caracterizada como carboneto $M_{23}C_6$ rico em Mo e W.

5.2.3.2 Liga *in-situ* A (50% Hastelloy C-276 + 50%Inconel 625) envelhecida à 950°C

A liga *in-situ* A envelhecida à temperatura de 950°C foi analisada a fim de investigar as mudanças microestruturais apresentadas em virtude do envelhecimento.

A Figura 72 mostra a evolução microestrutural da liga *in-situ* A envelhecida à 950°C, nessas condições a região interdendrítica tornou-se intensamente formada de precipitados. Em geral, todas as condições mostraram uma precipitação com morfologia cúbica e agulhada. Nas condições de maiores tempos de envelhecimento 100h e 200h destacam-se precipitados com dimensões maiores que os apresentado nas condições de 10h e 50h.

Figura 72 – Imagem de MEV no modo SE da evolução microestrutural da liga *in-situ* A envelhecida à temperatura de 950°C por a)10h b)50h c)100h e d)200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

A Tabela 18 mostra valores médios de composição química, obtidas por EDS, para as regiões de centro de dendrita e interdendrítica, assim como foi realizado para as condições de envelhecimento da liga *in-situ* A envelhecida à 650° C.

Assim como na primeira temperatura estudada, observou-se semelhança na da distribuição dos principais elementos formadores de fases secundárias. O molibdênio, titânio e nióbio não apresentaram grandes diferenças entre as regiões de centro de dendrita e interdendrítica para cada um dos respectivos tempos de envelhecimento, porém dentre os elementos formadores de fase secundárias o tungstênio foi o que apresentou maior diferença entre as médias de concentração apresentada em cada uma das regiões.

Tabela 18 - Análise de EDS semi-quantitativa da composição química da liga *in-situ* A envelhecida à 950°C.

	10h						50h					
	Pontos				Médias		Pontos				Médias	
	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID
Ni	61,5	59,8	59,6	59,9	60,5	59,8	60,2	60,1	60,1	59,9	60,1	60,0
Cr	19,0	19,3	19,2	19,2	19,1	19,2	19,3	19,3	19,3	19,3	19,3	19,3
Mo	12,0	13,4	13,1	13,2	12,5	13,3	12,9	12,9	12,9	13,1	12,9	13,0
W	3,1	2,8	3,2	2,7	3,2	2,8	2,8	2,8	2,8	3,0	2,8	2,9
Nb	0,8	1,4	1,4	1,4	1,1	1,4	1,1	1,0	1,0	1,1	1,1	1,1
Ti	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0
Fe	3,7	3,4	3,5	3,6	3,6	3,5	3,6	3,8	3,8	3,7	3,7	3,7

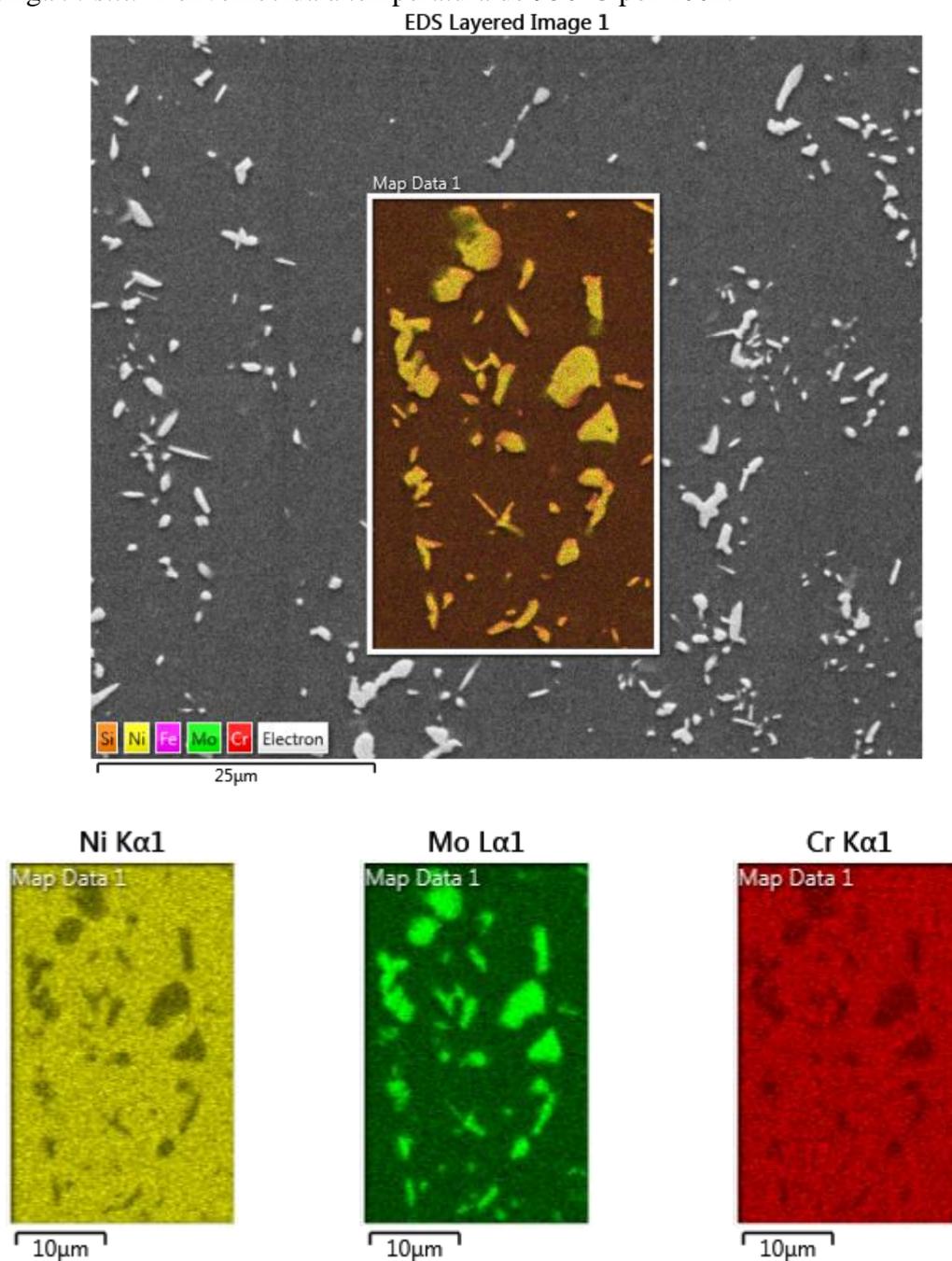
	100h						200h					
	Pontos				Médias		Pontos				Médias	
	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID
Ni	59,0	58,9	58,8	58,8	58,9	58,8	60,0	59,8	60,2	59,8	60,1	59,8
Cr	17,7	17,5	17,7	17,2	17,7	17,4	17,9	17,9	18,2	17,9	18,1	17,9
Mo	13,4	13,3	13,4	13,4	13,4	13,4	13,3	13,6	13,5	13,6	13,4	13,6
W	2,8	3,5	2,9	3,4	2,9	3,4	2,9	3,5	2,7	3,5	2,8	3,5
Nb	0,5	0,4	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,4	0,3	0,4	0,4	0,4
Ti	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	6,6	6,5	6,7	6,6	6,6	6,5	4,8	4,8	5,1	4,8	4,9	4,8

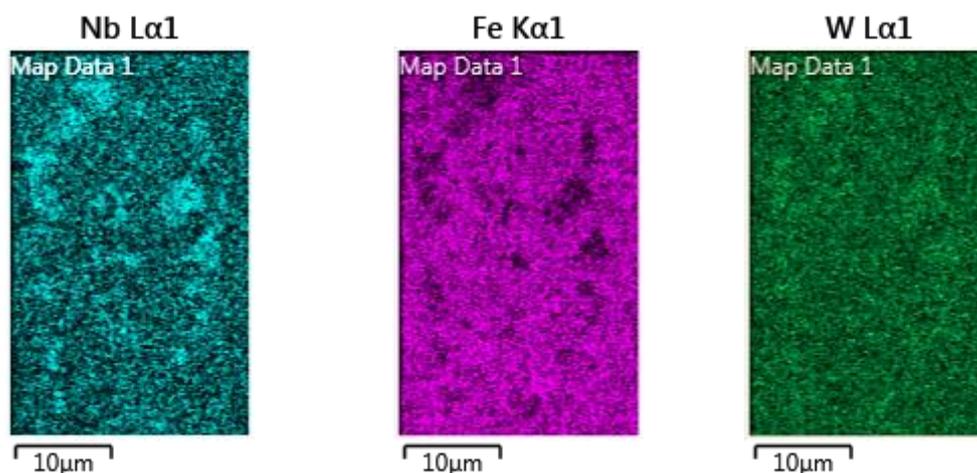
Fonte: Elaborada pela autora.

A Figura 73 mostra o mapa de composição química da região que aparece com precipitados de maiores tamanhos da condição envelhecida por 100h, observa-se que o Nb destaca-se na composição química dessas fases, bem como o Mo, e muito

discretamente o W. Ressalta-se também que pelo mapa o Fe praticamente não participa na composição dessa fase.

Figura 73 – Imagem de MEV no modo SE com detalhe de precipitado rico em Mo e W da liga *in-situ* A envelhecida à temperatura de 950°C por 100h.





Fonte: Elaborado pela autora.

Para que o W difunda do centro de dendrita para a região interdendrítica, por ser um elemento de grande número atômico é necessário um maior nível de energia e um longo intervalo de tempo para que o deslocamento desse átomo ocorra. Em virtude disso, não foi possível observar alterações no comportamento desse elemento para a primeira condição de envelhecimento à 650°C. A discreta participação do W observada no mapeamento dos precipitados da Figura 73 confirma que esse elemento possivelmente não se ligou aos átomos do precipitado, permanecendo na região interdendrítica.

Possivelmente essas fases ricas em Mo e Nb, tratam-se das fases formadas na solidificação da liga *in-situ* A, conforme estudada no item de rota de solidificação das ligas *in-situ*. O aumento na dimensão dessas fases deve-se à difusão dos átomos de nióbio e molibdênio presentes na região interdendrítica que migram no sentido do precipitado.

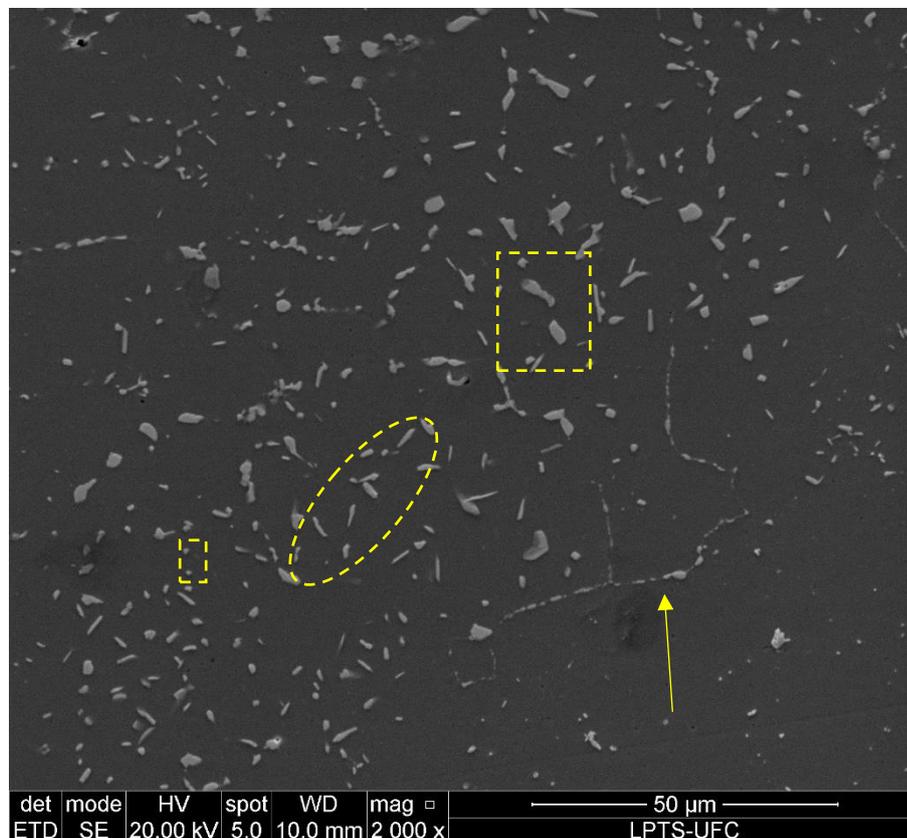
Silva (2015) observou uma discreta evolução no tamanho dos precipitados da liga Inconel 686 envelhecida à 950°C com o aumento do tempo de envelhecimento, o autor explica que precipitados finos dispersos em torno dos precipitados maiores coalesceram aumentando o tamanho dos precipitados.

Assim como na primeira temperatura de tratamento térmico, optou-se por investigar de forma detalhada a condição na qual a liga *in situ* A foi envelhecida à 950°C por 200h.

A microestrutura dessa condição de forma geral é observada na Figura 74. Ressalta-se que os precipitados vistos nessa condição são maiores que os apresentados pela liga *in-situ* A na condição envelhecida pelo mesmo período à 650°C. A morfologia

destacada entre os precipitados foram os cúbicos, mantiveram-se mesmo com longo tempo de envelhecimento, agulhados, em blocos e precipitação nos contornos de grãos.

Figura 74 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura da liga *in-situ* A envelhecida à temperatura de 950°C por 200h com precipitados agulhados, em blocos e nos contornos de grãos.



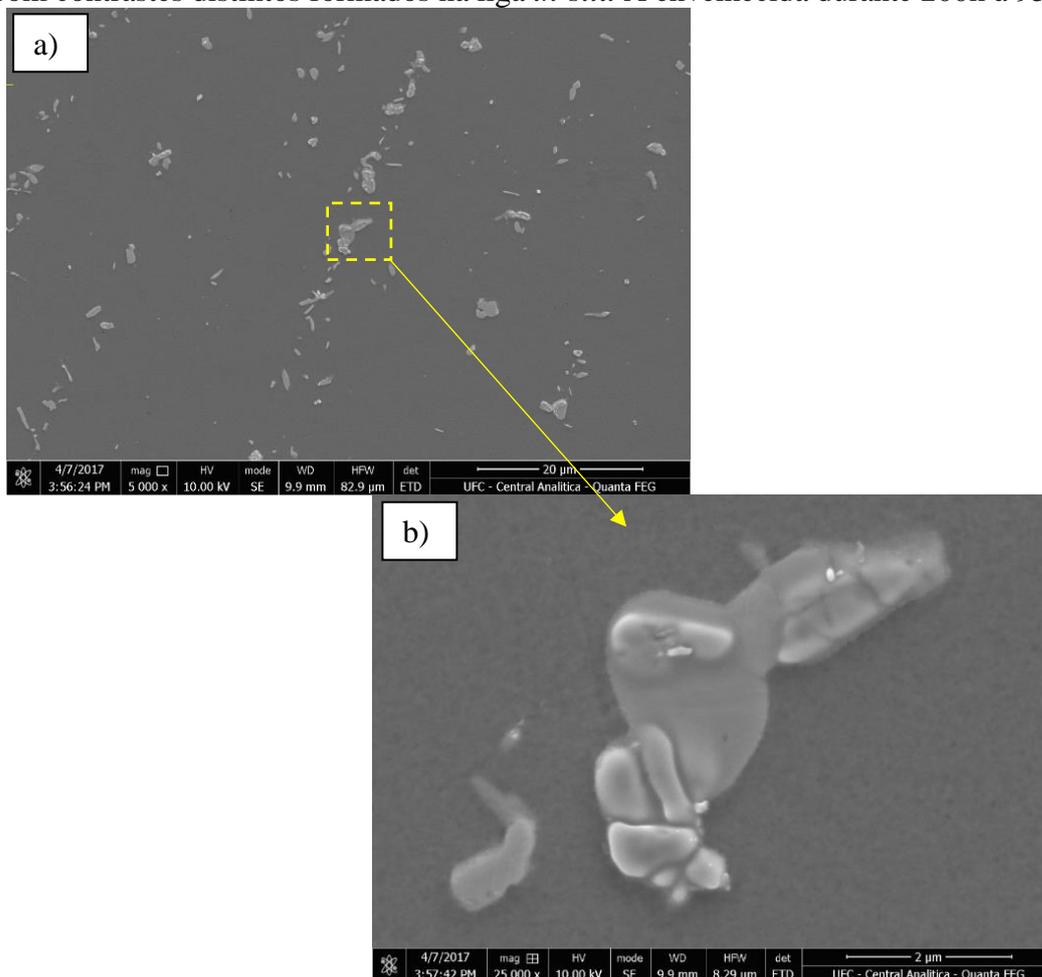
Fonte: Elaborado pela autora.

Nessa condição não foi identificada a precipitação fina intragranular encontrada com intensidade na liga *in-situ* A envelhecidas à 650°C, identificada por microscopia eletrônica de transmissão como γ'' . A ausência dessa fase está relacionada à temperatura de envelhecimento, que nessa condição foi de 950°C, e ocorreu em temperatura mais elevada que a faixa na qual essa fase é estável.

Na Figura 75 a) são apresentados em detalhes algumas morfologias tipicamente observadas na liga *in-situ* A envelhecida à 950°C por 200h. Com base nessa imagem de MEV no modo SE, é possível perceber que os precipitados com morfologia disforme aparentam ser constituídos por diferentes cristais, demonstrando ser não uma única partícula, mas sim um complexo de precipitados formada por partículas aglomeradas.

Essa morfologia disforme foi visualizada na condição bruta de solidificação da liga, porém, devido ao envelhecimento, aparentam as fases terem sofrido alguma alteração, ou ainda um crescimento, tornando-as mais evidentes

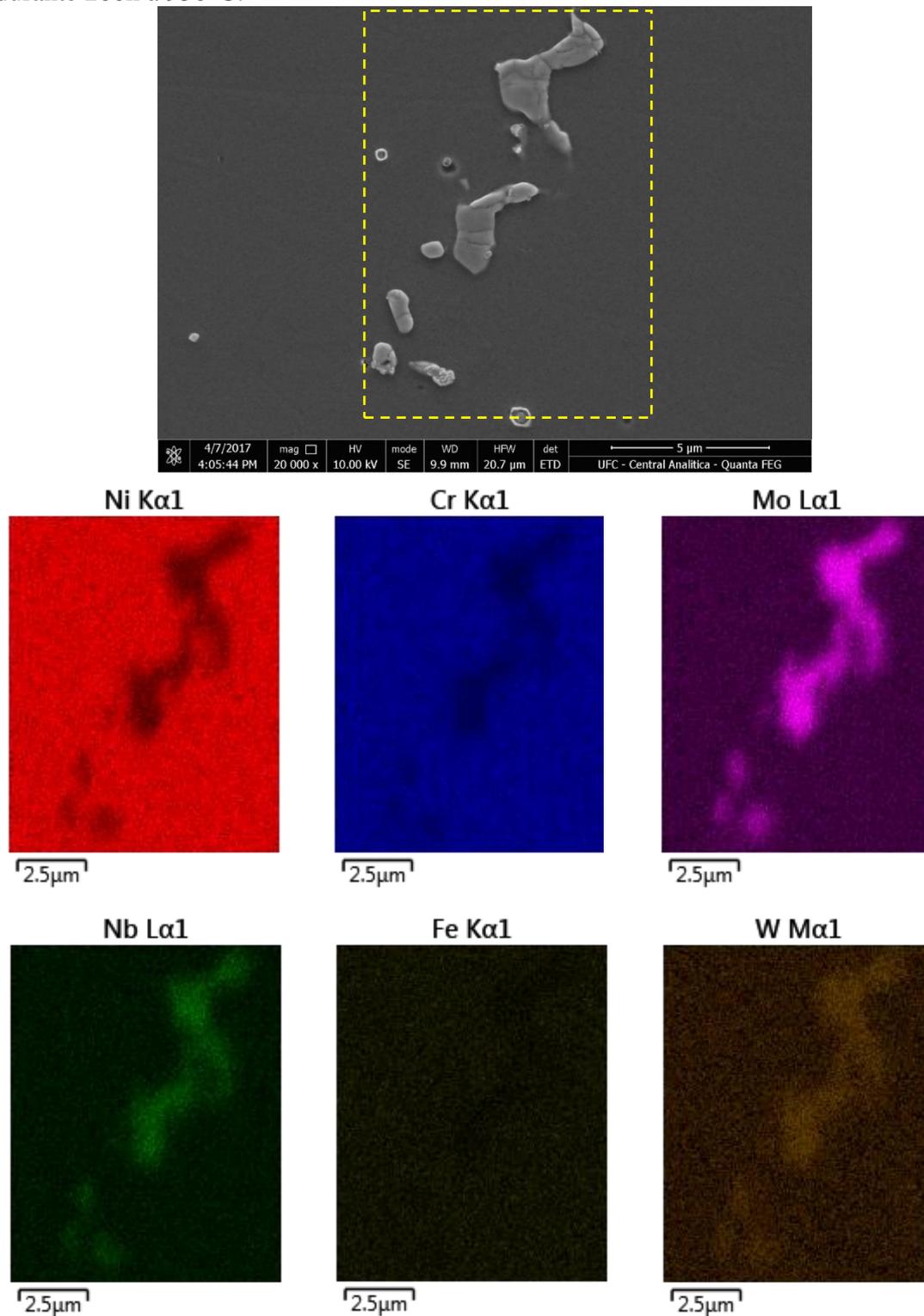
Figura 75 – Imagem de MEV no modo SE dos precipitados interdendríticos disformes com contrastes distintos formados na liga *in-situ* A envelhecida durante 200h à 950°C



Fonte: Elaborado pela autora.

O mapa de composição química, obtido por EDS, de uma região composta por fases de morfologia disforme é destacado na Figura 76. O fato dessas fases serem formadas principalmente por Mo, Nb e W, orienta ao entendimento de que as fases com essa morfologia foram formadas durante a solidificação na região interdendrítica que é enriquecida destes elementos. Reforçando a formação de uma fase TCP formada por Mo, Ne e W simultaneamente.

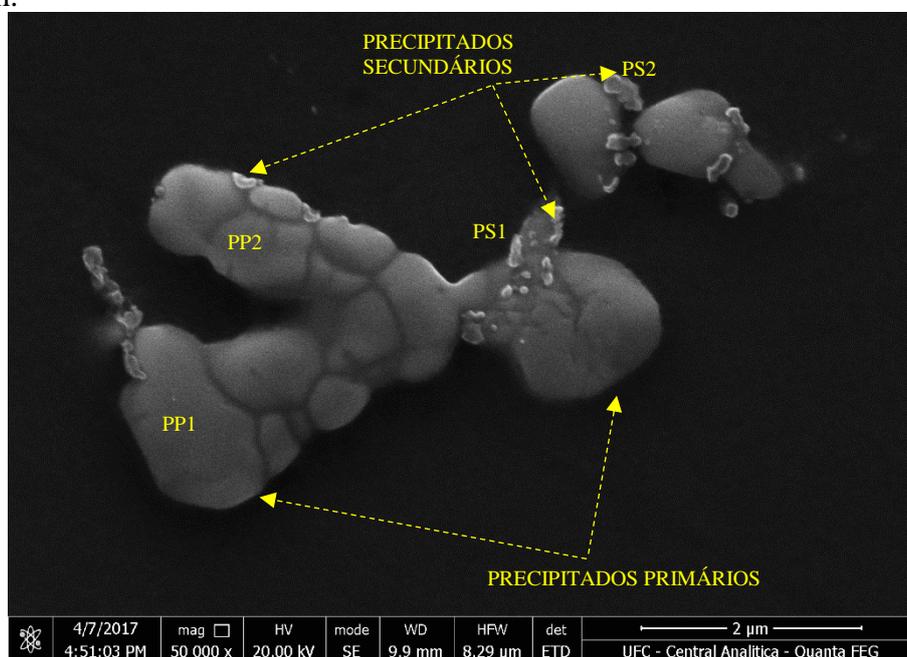
Figura 76 – Imagem de MEV no modo SE e análise de EDS das fases secundárias ricas em Mo, Nb e W como morfologia disforme identificadas na liga *in-situ* A envelhecida durante 200h à 950°C.



Fonte: Elaborada pela autora.

A Figura 77 mostra alguns precipitados maiores sendo agregados/desagregados por precipitados menores. Os precipitados maiores correspondem a fases, geralmente com morfologia disforme formada durante a solidificação, por isso aqui identificados como precipitados primários (PP). Os constituintes menores (PS) correspondem a estruturas de união e dissolução formadas pela difusão dos átomos que permaneceram na região interdendrítica durante a solidificação e com o tratamento térmico difundem-se a formar e posteriormente dissolver a fase.

Figura 77 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe de um precipitado complexo com grãos menores sendo agregados/desagrega vistos na liga *in-situ* A envelhecida à 950°C por 200h.



Fonte: Elaborada pela autora.

As composições químicas obtidas pela análise de EDS sobre os precipitados indicados na Figura 77 são apresentados na Tabela 19. Estes resultados mostram a semelhança entre a composição química dos precipitados, tanto primários como secundários, ambos possuem em sua composição teores de Mo, Nb e W consideravelmente maior que os percentuais referentes à composição global da liga *in-situ* A.

A composição obtida no ponto secundário 2 mostrou-se muito próxima a composição da matriz, logo, subentende-se que devido ao pequeno tamanho do

precipitado a pera de interação não se limitou apenas ao precipitado e estendeu-se para a matriz.

Tabela 19 - Composição química (% peso) obtida por análise de EDS nos pontos do precipitado complexo da liga *in-situ* A envelhecida à 950°C por 200h.

	PP1	PP2	PS1	PS2
Ni	29,3	29,1	34,3	51,7
Cr	14,1	13,8	14,7	17,8
Mo	39,7	39,2	30,3	24,2
W	6,1	6,3	4,6	
Nb	10,9	10,4	10,3	3,8
Fe		1,7	1,4	1,9
Ti			4,3	0,5

Fonte: Elaborado pela autora.

A Tabela 20 mostra os cálculos do Mo_{eq} , Ni_{eq} e Cr_{eq} conforme a fórmula de Mo_{eq} proposta no trabalho. Os valores calculados aproximam-se da composição da fase P obtida no metal de solda da liga Inconel 686 que Silva (2010) identificou por microscopia eletrônica de transmissão.

Tabela 20 - Cálculo do Mo_{equ} , Ni_{equ} e Cr_{equ} para os precipitados da fase complexa

	PP1	PP2	PS1
Mo_{equ}	56,7	55,9	45,3
Cr_{equ}	14,1	13,8	14,7
Ni_{que}	29,3	30,8	40,0

Fonte: Elaborado pela autora.

Ao envelhecer o metal de solda da liga Inconel 686 Silva (2015) observou por microscopia eletrônica de transmissão precipitados formados por vários grãos. Na condição de envelhecimento à 950°C por 200h o autor observou a formação de uma fase formada por dois grãos e caracterizada como fase P.

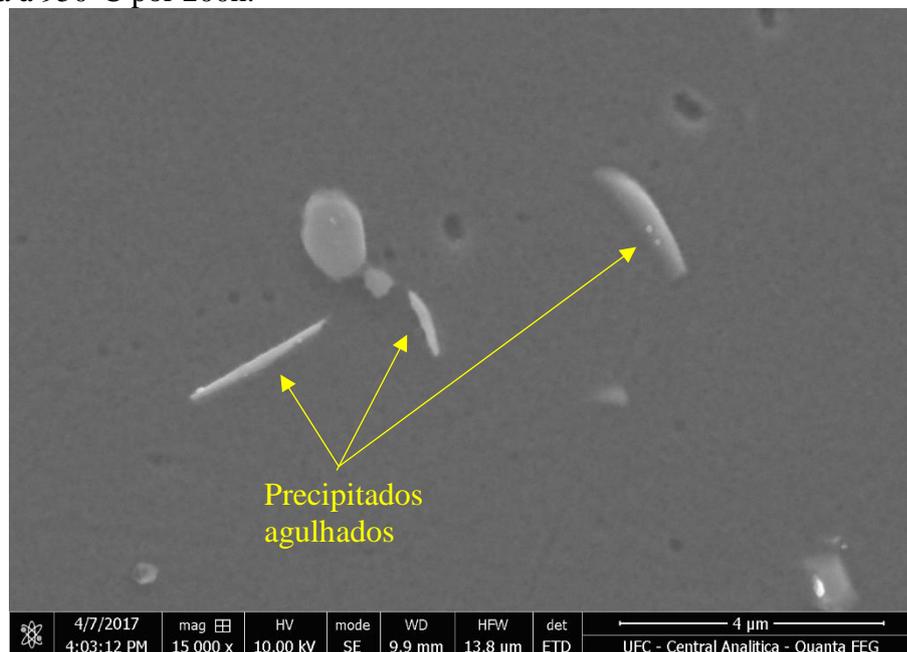
Visto que esse perfil de precipitação com a presença de vários cristais foi apresentado na liga Inconel 686 que possui em sua composição Mo e W, assim com a liga Hastelloy C-276. Acredita-se que essas transformações ocorridas nos precipitados da liga *in situ* A ao ser envelhecimento à 950°C por 200h foram influenciadas principalmente pela participação da liga Hastelloy C-276 na liga *in-situ* A.

Outra característica apresentada pelas fases secundárias na liga *in-situ* A envelhecida à 950°C por 200h foi a precipitação com morfologia agulhada.

Pela Figura 72 é possível perceber que esses precipitados agulhados ocorreram em toda as condições de envelhecimento da liga *in-situ* A na temperatura de 950°C. Os precipitados com morfologia agulhada apresentaram-se com bastante intensidade nas condições envelhecidas à 950°C.

Outra característica a ser destacada referente à essa precipitação está relacionada ao local de nucleação dessa fase, que ocorre preferencialmente na região interdendrítica.

Figura 78 - Microestrutura com morfologia agulhada formada na liga *in-situ* A envelhecida à 950°C por 200h.

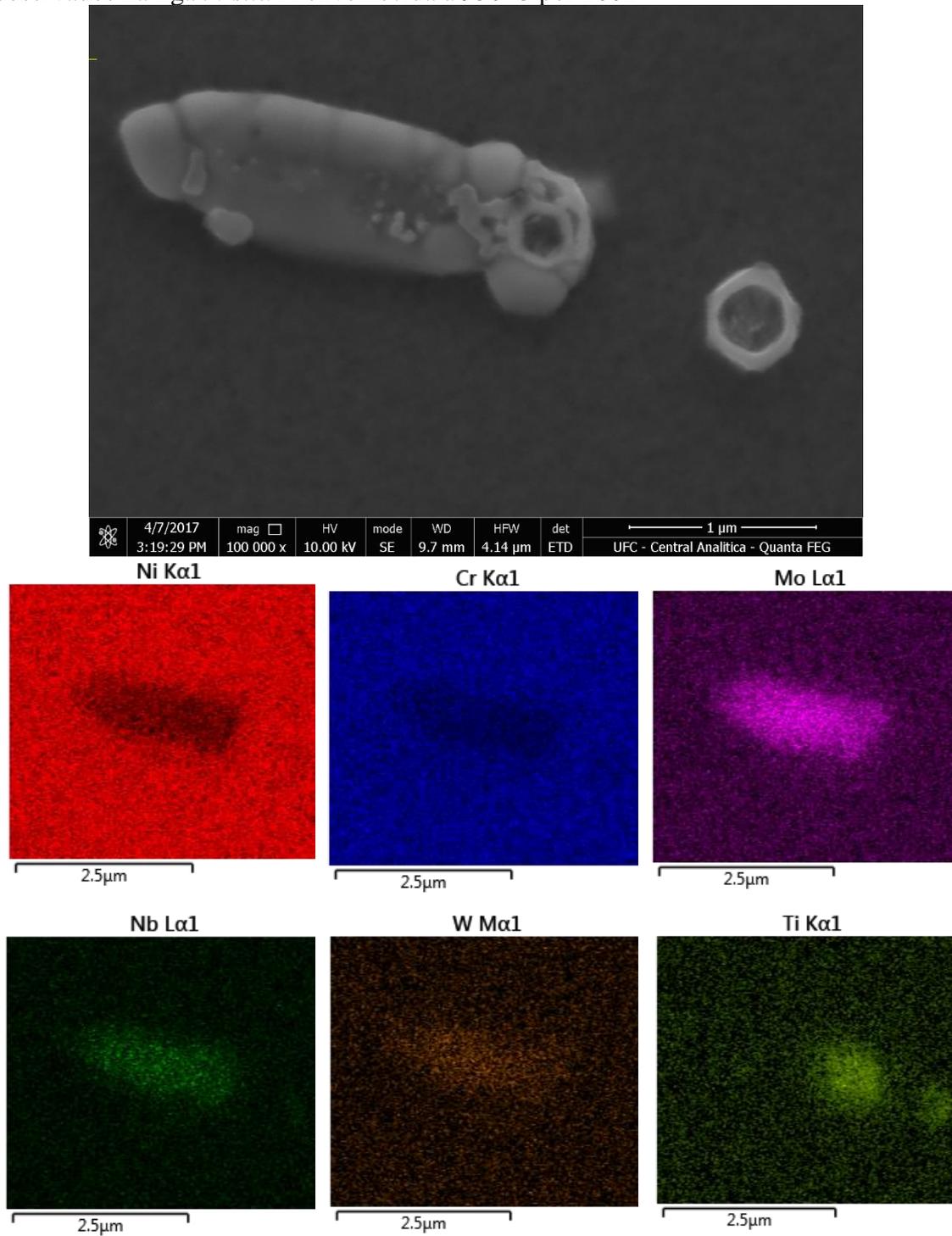


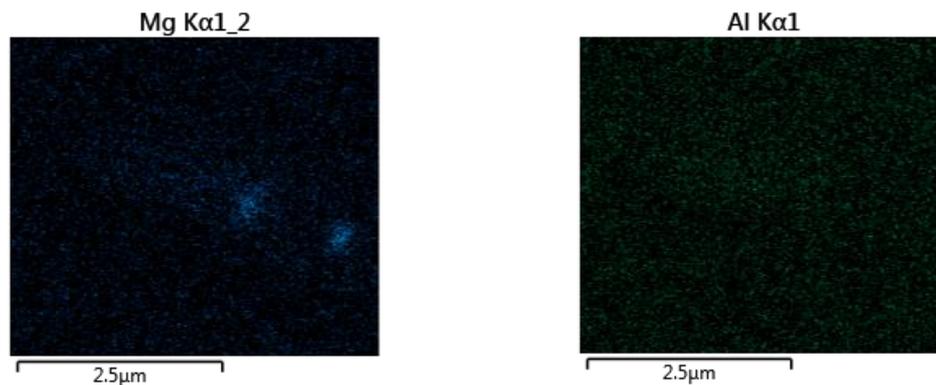
Fonte: Elaborado pela autora.

Para se obter mais detalhes na investigação da fase agulhada foi realizado o mapeamento por EDS em um desses precipitados, cujo resultado estão na Figura 79. Foi possível observar que a fase possui um núcleo que é evidenciado pelo contraste indicado no mapa para os magnésio e titânio. Já foi discutido anteriormente as características que levam o magnésio ligado com oxigênio e o titânio ao nitrogênio a desempenhar a função de nucleadores. O molibdênio, tungstênio e nióbio participam da formação das demais regiões do precipitado.

Geralmente as fases nucleadas a partir do óxido de magnésio ou nitreto de titânio ocorrem durante a solidificação, porém essa morfologia não foi percebida na condição como soldada da liga *in-situ* A.

Figura 79 – Imagem de MEV no modo SE e análise de EDS dos precipitados agulhados observados na liga *in-situ* A envelhecida à 950°C por 200h





Fonte: Elaborado pela autora.

Os precipitados agulhados que ocorreram no envelhecimento da liga Inconel 686 apresentaram composição semelhante ao apresentado no envelhecimento da liga *in-situ* A, como elevados teores de cromo, molibdênio e tungstênio e ferro (SILVA, 2015).

A liga Inconel 625 quando envelhecida à 950° em intervalos de tempos curtos (10h), também forma uma fase com morfologia agulhada, porém é importante destacar que essa fase se difere por completo da precipitada na liga *in-situ* A.

Sobre a microestrutura obtida na liga *in-situ* A envelhecida à temperatura de 950°C, em geral apresentou intensa precipitação na região interdendrítica de morfologia agulhada e, a partir de 100h, foi possível destacar precipitações com maiores dimensões. Em específico para as liga *in-situ* A envelhecida à temperatura de 950°C por 200h é possível que foi composta por várias morfologias distintas, como precipitação disforme com característica de complexo de partículas e morfologia agulhada. O Mo, Nb e W apresentam-se na composição química das fases com morfologia disforme e das fases agulhadas.

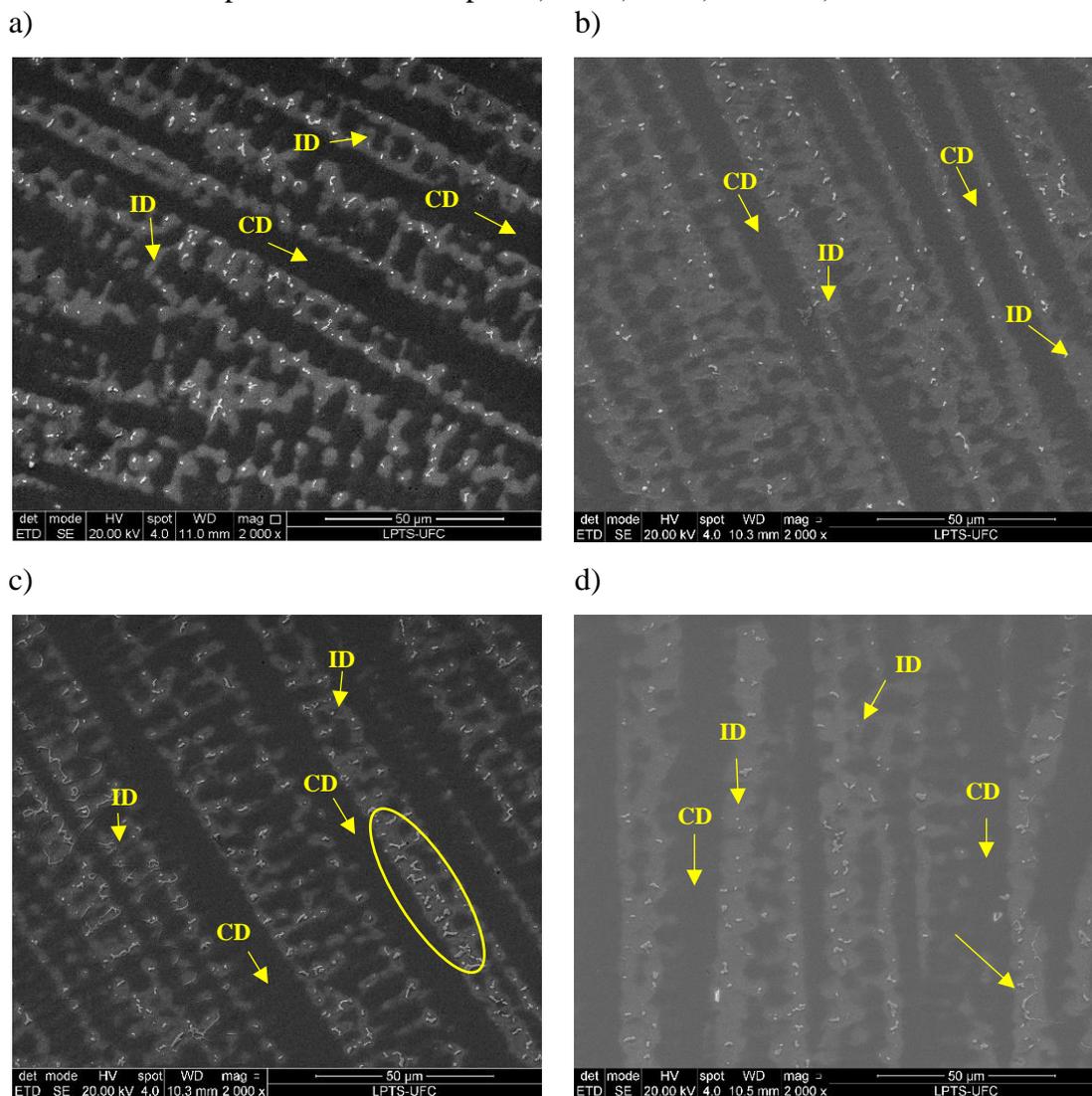
Em resumo, as diferenças observadas na precipitação da liga *in-situ* A entre as temperaturas de envelhecimento estudadas, em geral, foram: i) a precipitação da fase γ' em grande intensidade na condição de 650°C, sem ter sido evidenciada na condição de 950°C; ii) a dimensão e o volume das fases precipitadas na condição de 950°C foram maiores que as observadas no envelhecimento a 650°C e iii) a presença de fases com morfologia agulhada no envelhecimento à 950°C cuja ocorrência não foi apresentada na temperatura de 650°C.

5.2.3.3 Liga *in-situ* B (65% Hastelloy C276 + 35% Inconel 625) envelhecida à 650°C

A evolução microestrutural da liga *in-situ* B envelhecida à temperatura de 650°C pode ser visto nas micrografias apresentadas na Figura 80.

Essa liga mostrou precipitação interdendrítica em todas as condições de envelhecimento, assim como a liga *in-situ* A. A partir de 50h foi possível observar precipitação fina nos contornos de grãos. Na condição de 100h os precipitados na região interdendrítica se apresentam em maior dimensão, como destacado na Figura 80 c), bem como, os precipitados nos contornos de grãos. Essas características também foram observadas no envelhecimento durante 200 horas.

Figura 80 – Imagem de MEV no modo SE da evolução microestrutural da liga *in-situ* B envelhecida à temperatura de 650°C por. a)10h b)50h c)100h e d)200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

A Tabela 21 mostra valores médios de composição química, obtidas por EDS, para cada uma das regiões estudadas. O Nb e o W foram os elementos que apresentaram maiores variações percentuais em suas respectivas concentrações na região do centro de dendrita e na região interdendrítica. O Mo apresentou uma discreta diferença e o teor de Ti nessa região permaneceu praticamente inalterado com a variação do tempo de envelhecimento.

Tabela 21 - Análise de EDS semi-quantitativa da composição química da liga *in-situ* B envelhecida à 650°C.

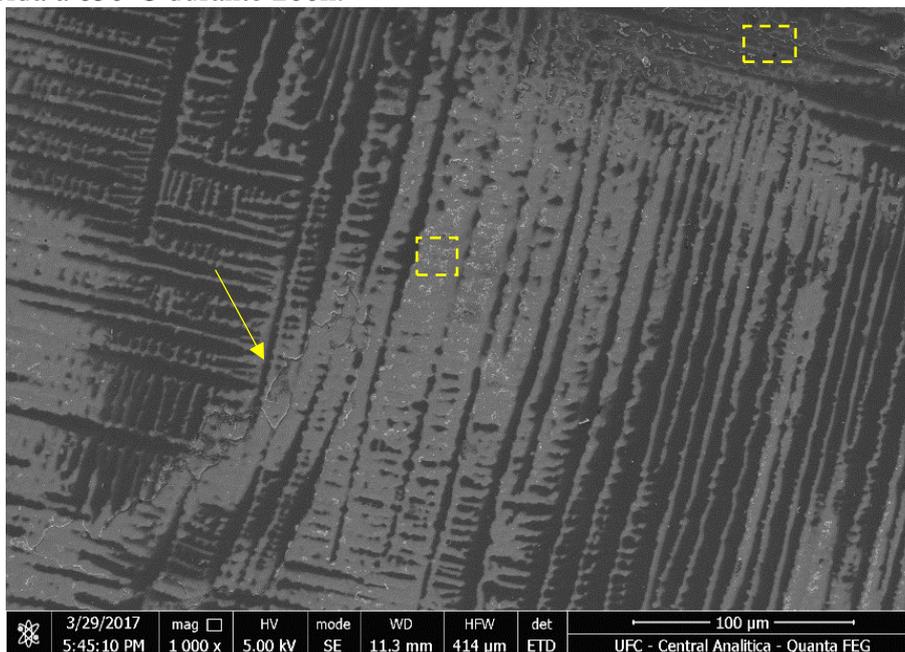
	10h						50h					
	Pontos				Médias		Pontos				Médias	
	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID
Ni	57,9	55,4	59,3	54,3	58,6	54,8	61,3	60,0	60,9	55,1	61,1	57,5
Cr	19,0	19,0	18,8	19,1	18,9	19,0	18,6	19,1	18,6	18,9	18,6	19,0
Mo	9,6	12,2	9,4	12,9	9,5	12,6	12,1	12,5	12,3	17,0	12,2	14,7
W	2,3	1,8	1,5	2,3	1,9	2,1	2,6	2,8	2,8	2,6	2,7	2,7
Nb	0,7	1,8	0,6	1,8	0,6	1,8	0,7	1,2	0,8	2,3	0,7	1,7
Ti	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0
Fe	10,6	9,8	10,5	9,6	10,5	9,7	4,6	4,5	4,5	4,2	4,6	4,3

	100h						200h					
	Pontos				Médias		Pontos				Médias	
	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID
Ni	56,7	55,9	57,4	52,7	57,0	54,3	60,6	55,0	60,9	53,9	60,7	54,4
Cr	20,4	20,1	19,9	19,8	20,2	20,0	17,6	18,2	18,0	18,5	17,8	18,4
Mo	14,3	15,6	14,1	18,9	14,2	17,2	13,1	18,3	12,9	18,6	13,0	18,5
W	3,0	2,6	2,8	2,2	2,9	2,4	3,5	2,9	3,2	2,6	3,4	2,7
Nb	0,6	1,1	0,7	2,2	0,6	1,6	0,2	1,2	0,4	2,8	0,3	2,0
Ti	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1
Fe	5,0	4,7	5,0	4,3	5,0	4,5	5,0	4,4	4,7	3,6	4,8	4,0

Fonte: Elaborada pela autora.

A microestrutura apresentada na Figura 81 corresponde à liga *in-situ* B envelhecida à temperatura de 650°C durante 200h. Destaca-se nessa condição a precipitação nos contornos de grãos e a precipitação na região interdendrítica.

Figura 81 – Imagem de MEV no modo SE da microestrutura geral da liga *in-situ* B envelhecida à 650°C durante 200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

Durante as análises por microscopia eletrônica de varredura das amostras da liga *in-situ* B submetidas ao envelhecimento à 650°C, observou-se que as dimensões apresentadas pelos precipitados em placas, indicado pela seta na Figura 82, são bem maiores que os vistos para a liga *in-situ* A envelhecida. Acredita-se que essa fase apresentava morfologia disforme na condição bruta de solidificação, e o envelhecimento promoveu a difusão de átomos em direção ao precipitado, resultando em um aumento considerável em sua dimensão, de tal forma, que modificou sua morfologia e passou de disforme para placa.

Outra importante observação a ser feita ao analisar a microestrutura da Figura 82, é a precipitação nanométrica que ocorreu na liga *in-situ* B envelhecida à temperatura de 650°C por 200h. Essa fase encontra-se distribuída na interface entre centro de dendrita/precipitação interdendrítica. Mostrando que ocorreu uma modificação no local de precipitação da fase nanométrica em função da composição global da liga, já que na liga *in-situ* A, quando envelhecida à 650°C, essa fase nanométrica precipitou de forma dispersa no interior do grão.

No caso da liga *in-situ* B o percentual de nióbio presente na composição global da liga é o menor entre as ligas estudadas. Durante a solidificação sabe-se que um considerável percentual de nióbio participa da formação de fases secundárias na região

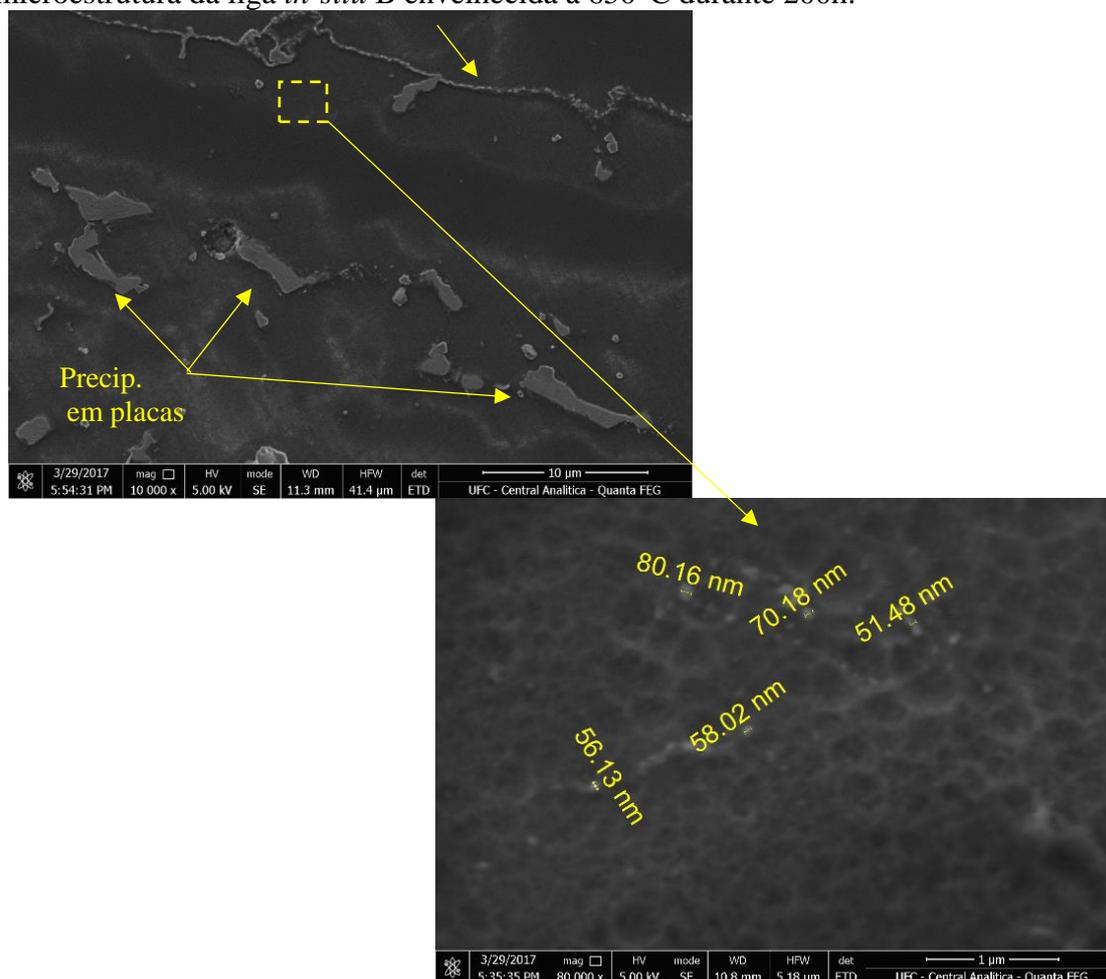
interdendrítica, devido a segregação desse elemento, e uma outra parcela na formação de carbonetos de nióbio. Logo a matriz vai apresentar uma concentração minoritária desse elemento não sendo o teor suficiente para promover, no envelhecimento da liga *in-situ* B à temperatura de 650°C, uma precipitação intragranular aleatória como ocorreu no envelhecimento liga *in-situ* A.

Durante o envelhecimento os átomos de nióbio mais próximos dos precipitados vão contribuir para o crescimento dessas fases interdendríticas, que inicialmente, eram disformes e após o envelhecimento assumem a forma de placas.

Em virtude da ativa participação do nióbio na formação e crescimento dos precipitados, a região cuja concentração será suficiente para a precipitação de fase nanométrica corresponde a interface entre o centro de dendrita e o interdendrítico. Logo, essa interface é considerada a região preferencial de precipitação da fase nanométrica durante o envelhecimento da liga *in-situ* B à 650°C por 200h.

Pela análise qualitativa das áreas mais claras presentes nas microestruturas analisadas nesse trabalho, o envelhecimento da liga *in-situ* B foi o que promoveu menor quantidade de precipitação nanométrica, porém com dimensões maiores que as precipitadas no envelhecimento da liga *in-situ* A.

Figura 82 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe da precipitação fina presente na microestrutura da liga *in-situ* B envelhecida à 650°C durante 200h.

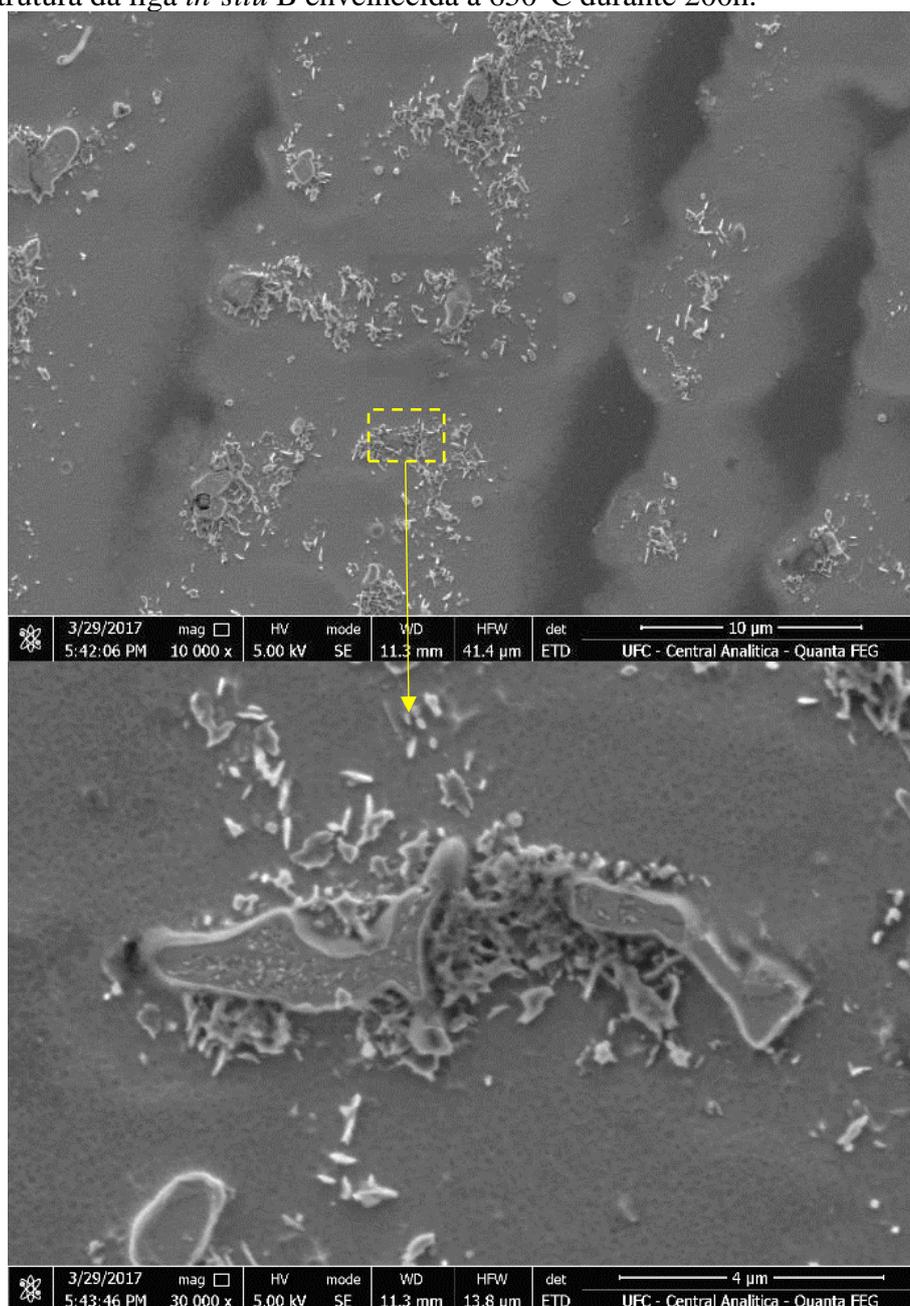


Fonte: Elaborado pela autora.

A precipitação da fase nanométrica na região interdendrítica foi observada no envelhecimento do metal de solda da liga Inconel 625 à temperatura de 650°C. Silva *et al.* (2018) ressaltaram que essa região foi favorável, em virtude do fornecimento de nióbio necessário para a precipitação da nanométrica, por meio da dissolução da fase Laves.

Outro destaque da microestrutura da liga *in-situ* B envelhecida à 650°C durante 200h foi a intensa precipitação encontrada nas regiões interdendríticas, que se caracteriza pela presença de precipitados maiores com precipitados menores distribuídos em seu entorno, como pode ser visto na Figura 83.

Figura 83 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe da precipitação interdendrítica na microestrutura da liga *in-situ* B envelhecida à 650°C durante 200h.



Fonte: Elaborado pela autora

Também foi percebida pela análise de MEV que vários precipitados interdendríticos mantiveram a morfologia disforme como se observa pela imagem da Figura 84. Ao destacar a fase delimitada e obter a imagem em maior magnificação encontra-se na Figura 84 b), foi possível perceber uma precipitação fina aparentemente no interior da fase previamente formada na solidificação.

Essa precipitação fina pode ter ocorrido em decorrência de algum processo de transformação de fases, podendo resultar na formação de uma nova estrutura.

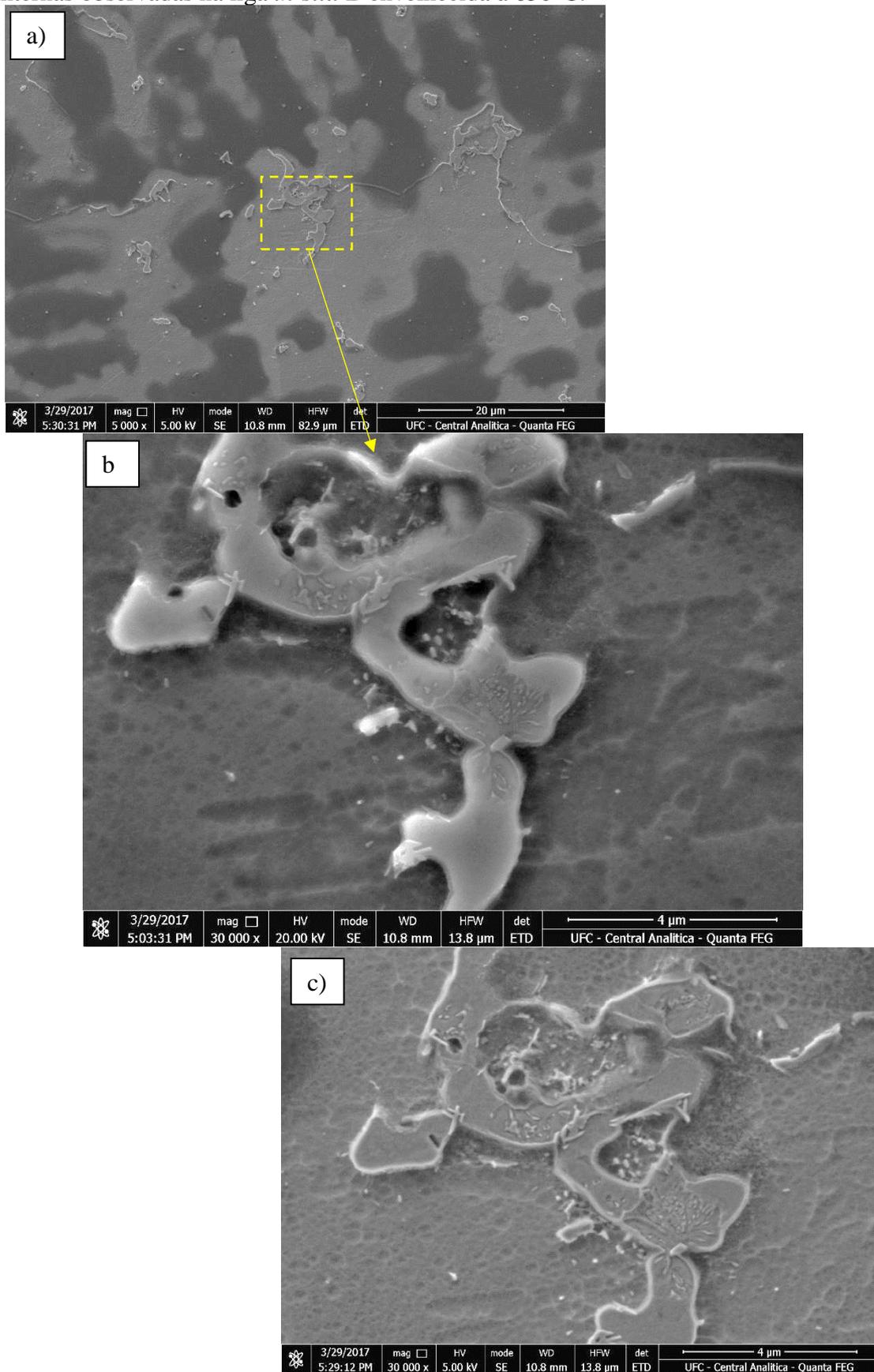
A liga *in-situ* B dentre as ligas estudadas é a que apresenta um maior teor de molibdênio, tungstênio, e ferro e ainda a participação do Nb.

A fase disforme destacada na Figura 84, é resultado da solidificação e formada a partir de um líquido interdendrítico que possui sua composição química consideravelmente distinta da composição global da liga *in-situ* B.

Essa possível modificação na estrutura do precipitado pode ter sido resultado de um processo de transformação de fase, resultando em nova fase ou em novas fases. A aparência das pequenas partículas no interior dessa fase pode ser indício de uma reação que iniciou durante o tratamento de envelhecimento, porém a cinética de transformação de fase foi comprometida pelo fim do tratamento.

Na Figura 84 c) a imagem foi obtida com menor tensão para se obter maiores detalhes superficiais dos precipitados internos.

Figura 84 – Imagem de MEV no modo SE da precipitação disforme com partículas internas observadas na liga *in-situ* B envelhecida à 650°C.



Fonte: Elaborado pela autora

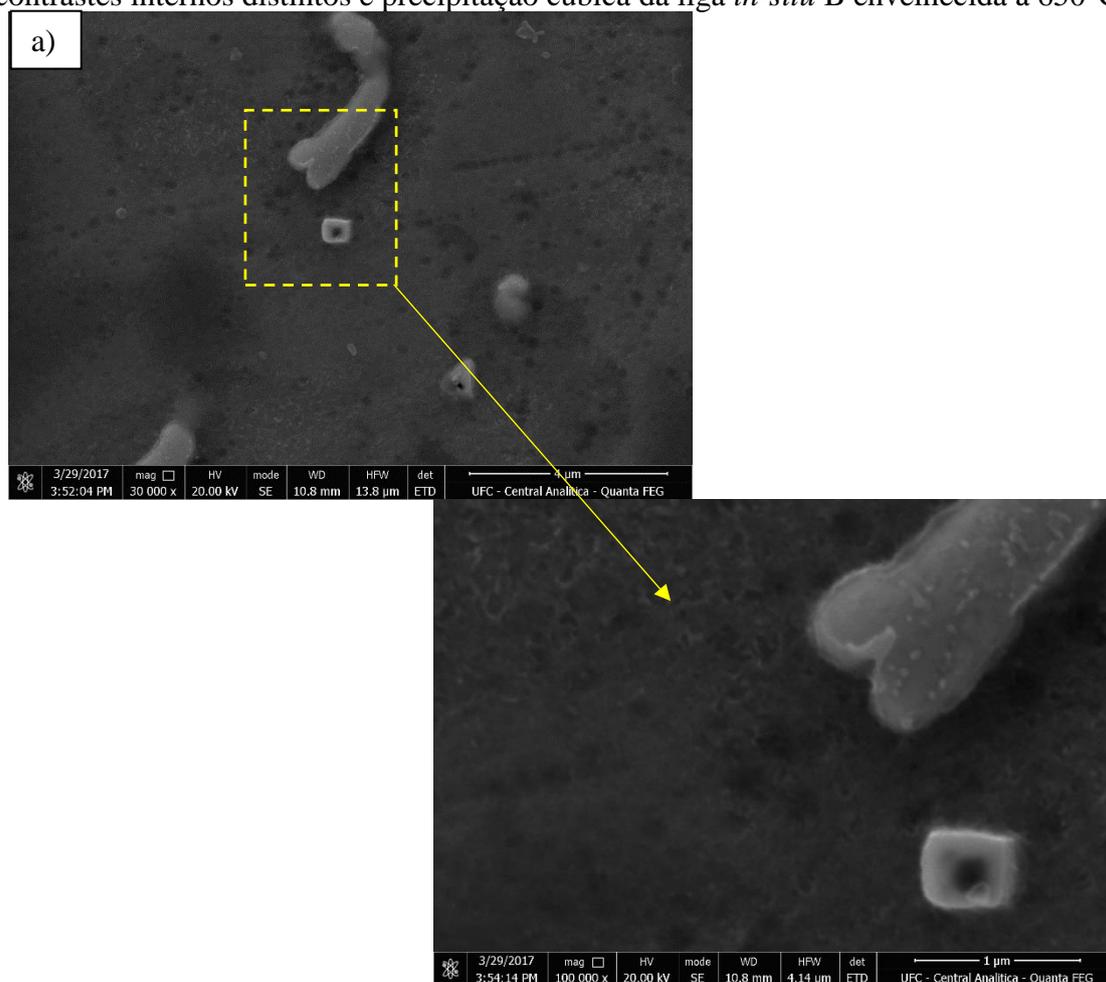
A nucleação de precipitados menores em torno das fases interdendríticas também foi observada no envelhecimento no metal de solda da liga Inconel 686. Silva (2015) explica que a precipitação em maior tamanho com morfologia disforme é resultado da solidificação. Em sequência, com a realização do tratamento térmico de envelhecimento ocorreu inicialmente uma intensa precipitação de pequenas partículas ao longo dos contornos de grãos e, com o avanço do fenômeno de envelhecimento, ocorreu o crescimento dos precipitados nos contornos de grão e uma nova precipitação, desta vez concentrada preferencialmente no volume intercelular e interdendrítico.

Uma das justificativas para a precipitação em regiões interdendríticas é devido o molibdênio, ser um forte formador de fases TCP's apresentar um coeficiente de partição $k < 1$ fazendo com que este elemento não seja incorporado pelo sólido durante a solidificação (OGBORN *et. al.*, 1995; DUPONT, 1996; BANOVIC, 2002).

O agrupamento de precipitados muito pequenos no interior da fase secundárias, segundo Silva (2010), é o indicativo de alguma transformação de fase no estado sólido, a qual dá origem a uma nova fase precipitada no interior da fase secundária inicial, devido ao ciclo térmico.

A precipitação intragranular identificada na Figura 85 corresponde a imagem de um precipitado menor do que os encontrados nas regiões interdendríticas, e que também apresenta contrastes distintos em sua superfície/interior. Além de destacar precipitado cúbico.

Figura 85 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe de fases intragranulares com contrastes internos distintos e precipitação cúbica da liga *in-situ* B envelhecida à 650°C.



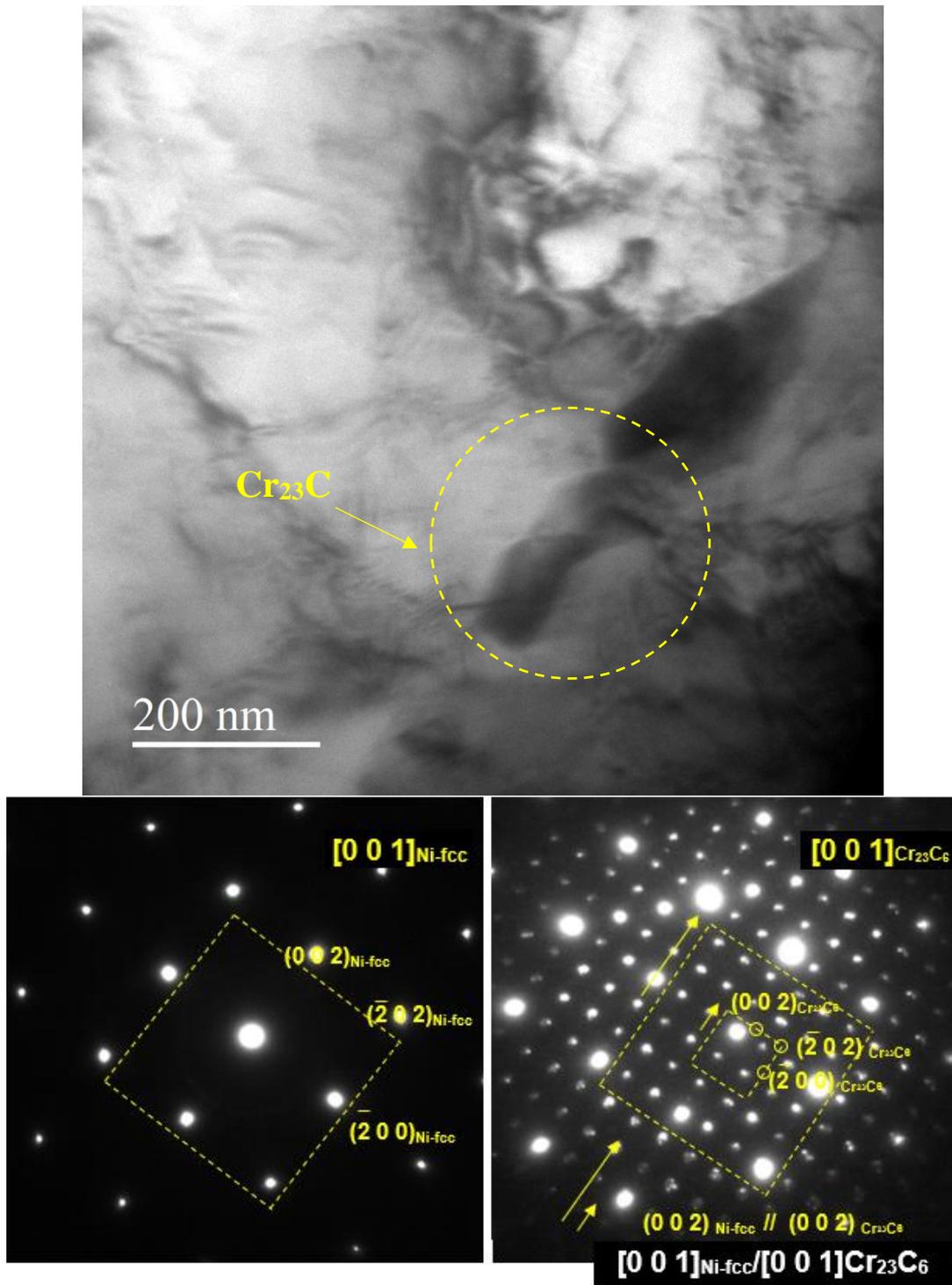
Fonte: Elaborada pela autora.

Uma das morfologias que ocorreu com maior frequência na microestrutura da liga *in-situ* B envelhecida à temperatura de 650°C por 200h foi a precipitação de filmes nos contornos de grãos.

Destaca-se na Figura 83 e Figura 84 o fato de haver a precipitação de fase secundárias relacionada a precipitação nos contornos de grãos, que pode ser nucleada a partir dos precipitados dos contornos, ou concorrer com essas fases pelo contorno de grão.

A Figura 86 consiste na imagem por microscopia eletrônica de transmissão de um precipitado localizado nos contornos de grãos em campo claro, cujo padrão de difração indexado caracteriza a matriz γ com a presença de precipitado do tipo $M_{23}C_6$ que corresponde ao carboneto de cromo.

Figura 86 - Imagem de TEM em campo claro (BF) mostrando precipitados no contorno de grão da fase Ni-fcc da liga *in-situ* B envelhecida por 200h à 650°C e respectivos padrões de difração (SAD) mostrando a) a matriz de Ni-fcc b) a matriz de Ni-fcc com o carboneto.



Fonte: Elaborada pela autora

Pu *et al.* (2016) identificou a precipitação de carbonetos do tipo M_6C no estudo da temperatura intermediária de fragilização da liga Hastelloy C-276, avaliando a tensão de deformação com a liga à 700°C sendo esta previamente envelhecida à 870°C.

Os carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ foi identificado por Silva *et al.* (2018) ao envelhecer metal de solda da liga Inconel 625 à 650°C por 200h.

A precipitação de carbonetos de cromo do tipo $M_{23}C_6$ pode ter sido influência das duas ligas visto que a literatura destaca que esse precipitado é encontrado do envelhecimento tanto da liga Hastelloy C-276 como da Inconel 625.

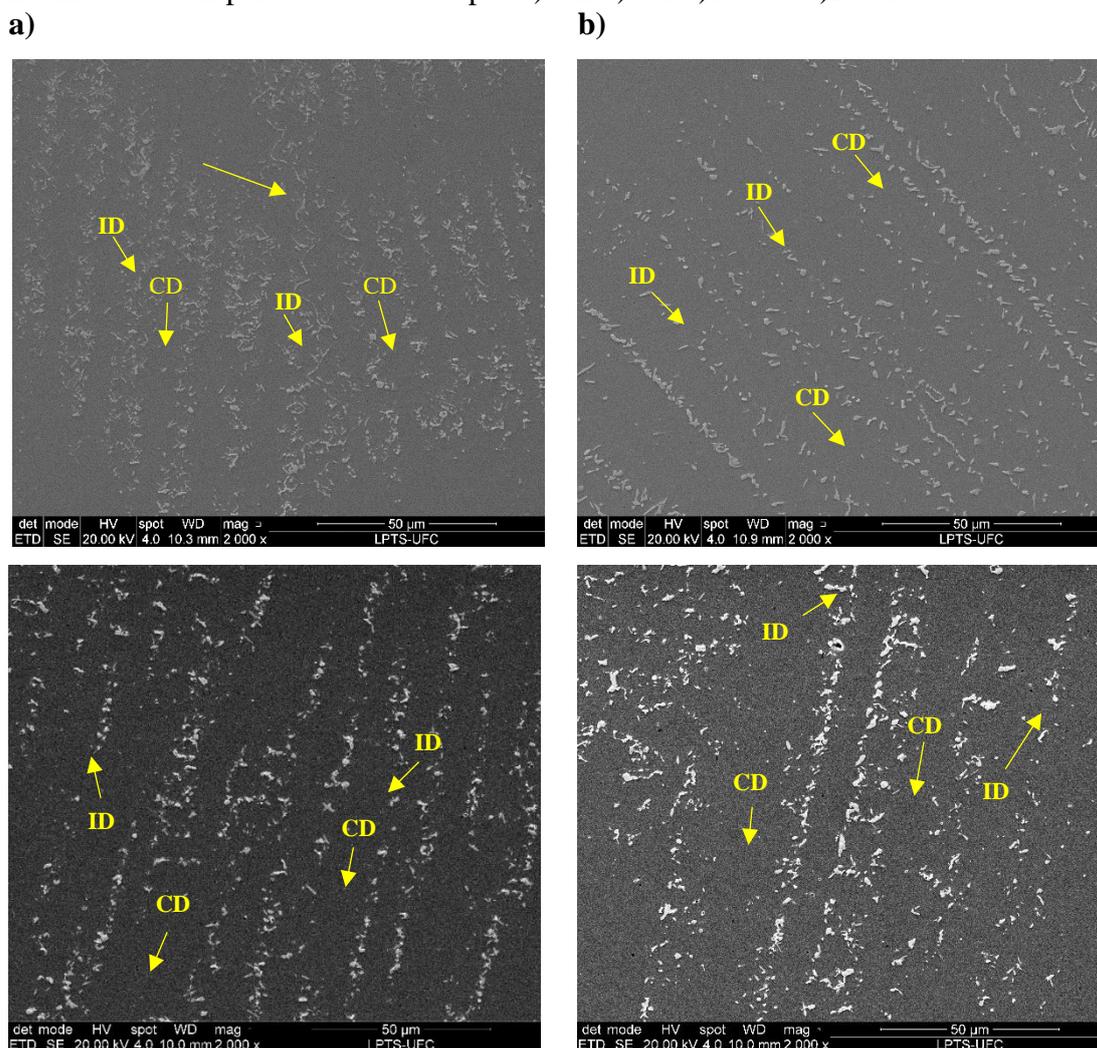
Desse modo, sobre a microestrutura da liga *in-situ* B envelhecida à 650°C é possível destacar a intensa precipitação nas regiões interdendríticas. Em específico para condição da liga *in-situ* B envelhecida por 200h, foi evidenciado na análise microestrutural precipitação com morfologia de placas devido o aumento da dimensão das fases interdendríticas promovidas pela difusão dos elementos. O envelhecimento promoveu na liga *in-situ* B a precipitação de fases nanométricas na interface entre a região dendrítica/precipitação interdendrítica. Algumas fases disformes mostraram indícios de precipitação de novas fases devido a cinética de precipitação de fases.

5.2.3.4 Liga *in-situ* B (65% Hastelloy C276 + 35% Inconel 625) envelhecida à 950°C

As análises realizadas nesse item se referem as microestruturas presentes na liga *in-situ* B envelhecidas à 950 °C. As imagens de microscopia eletrônica de varredura da liga *in-situ* B envelhecidas em cada um dos períodos de envelhecimento encontram-se na Figura 87.

A análise das micrografias mostra que ocorreu uma intensa precipitação interdendrítica mesmo nos tempos mais curtos de envelhecimento, além da precipitação nos contornos de grãos que foi observada a partir de 10h de envelhecimento, conforme Figura 87 a).

Figura 87 – Imagem de MEV no modo SE da evolução microestrutural da liga *in-situ* B envelhecida à temperatura de 950°C por a)10h b)50h c)100h e d)200h.



Fonte: Elaborada pela autora.

A Tabela 22 mostra as médias das composições dos principais elementos da liga nas regiões do centro de dendrita e nas regiões interdendríticas. A variação da concentração dos elementos Mo, Nb e W no centro de dendrita foi semelhante nas respectivas condições de envelhecimentos, sendo, dentre esses, o Nb apresentando a maior amplitude de variação.

Tabela 22 - Análise de EDS semi-quantitativa da composição química da liga *in-situ* B envelhecida à 950°C.

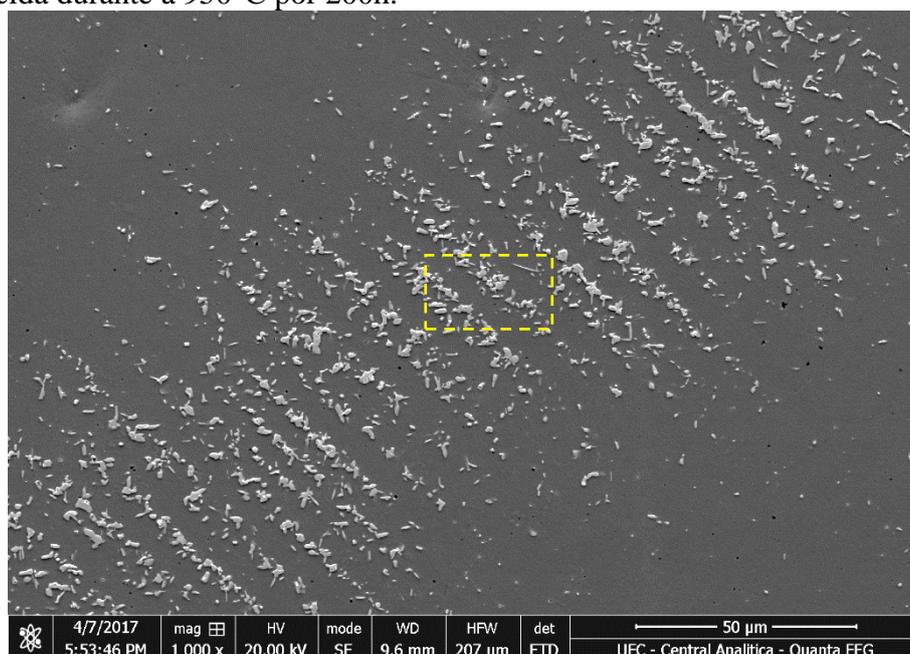
	10h						50h					
	Pontos				Médias		Pontos				Médias	
	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID
Ni	53,1	54,3	53,9	53,9	53,5	54,1	59,8	59,4	59,9	56,6	59,9	58,0
Cr	16,7	17,5	17,3	17,1	17,0	17,3	19,2	19,1	19,3	18,7	19,2	18,9
Mo	11,5	11,3	11,4	11,0	11,4	11,2	13,5	13,5	13,2	16,2	13,3	14,8
W	2,8	2,3	2,7	2,0	2,7	2,1	2,5	2,6	2,5	2,9	2,5	2,7
Nb	0,6	1,1	1,0	1,0	0,8	1,0	1,3	1,5	1,2	1,8	1,2	1,6
Ti	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,0	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1
Fe	15,4	13,5	13,6	15,0	14,5	14,2	3,8	4,0	4,0	3,8	3,9	3,9

	100h						200h					
	Pontos				Médias		Pontos				Médias	
	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID
Ni	60,9	60,3	60,6	60,5	60,7	60,4	55,2	60,3	60,3	60,4	57,7	60,3
Cr	19,6	19,5	19,6	19,6	19,6	19,6	18,8	19,6	19,5	19,6	19,2	19,6
Mo	10,5	10,7	10,5	10,6	10,5	10,6	14,8	10,4	10,4	10,5	12,6	10,4
W	2,3	2,6	2,5	2,6	2,4	2,6	3,3	2,5	2,6	2,5	2,9	2,5
Nb	0,9	0,8	1,0	1,0	0,9	0,9	1,5	1,0	1,0	0,9	1,3	0,9
Ti	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1	0,8	0,1	0,1	0,1	0,4	0,1
Fe	5,8	6,0	5,9	5,7	5,9	5,9	5,6	6,2	6,2	6,2	5,9	6,2

Fonte: Elaborado pela autora.

A precipitação na Figura 88 é a microestrutura da liga *in-situ* B envelhecida à temperatura de 950°C durante 200h, na qual observa-se a intensa precipitação na região interdendrítica dessa microestrutura.

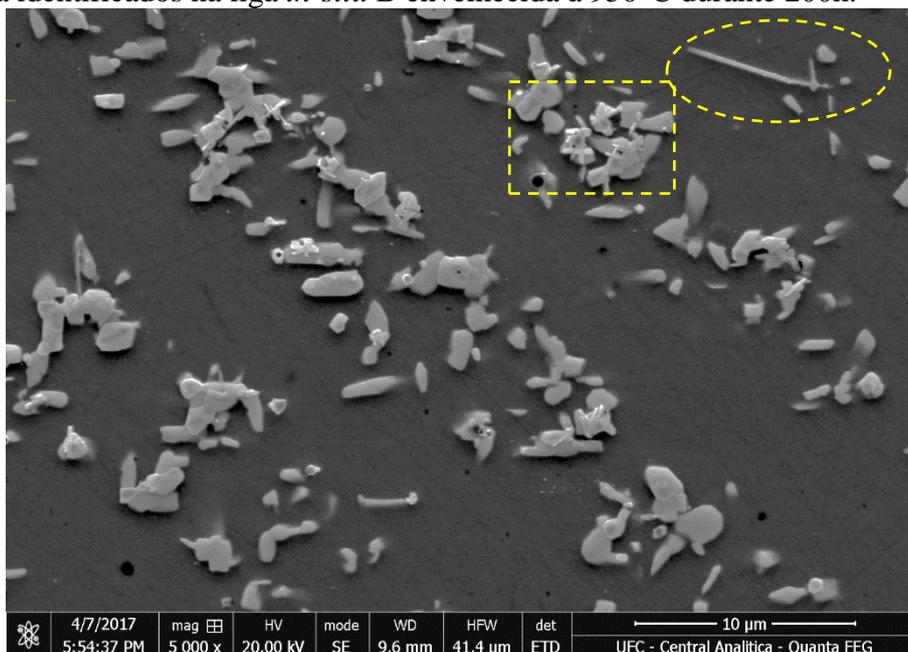
Figura 88 – Imagem de MEV no modo SE da precipitação geral da liga *in-situ* B envelhecida durante à 950°C por 200h.



Fonte: Elaborada pela autora.

No detalhe da Figura 89 é possível observar que o envelhecimento da conglomerados de precipitação, apresentando partículas com contrastes específicos, indicando relevos distintos. Outra microestrutura a ser destaca é um precipitado que tem morfologia agulhada, esse precipitado aparentemente está crescendo a partir de um precipitado cúbico.

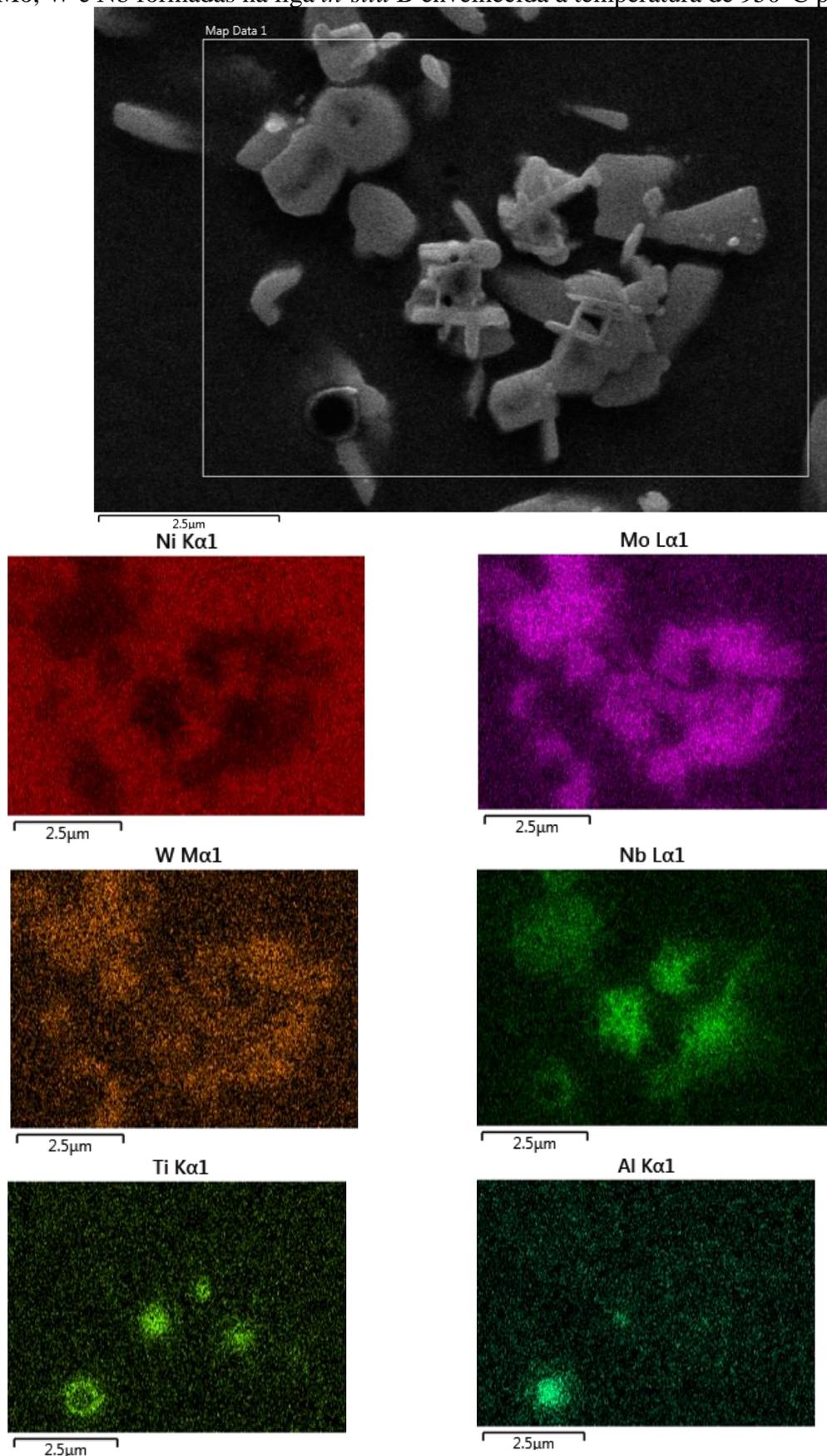
Figura 89 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe dos diferentes tipos de precipitação, composto de partículas de contrastes distintos, morfologia cúbica e de morfologia agulhada identificados na liga *in-situ* B envelhecida à 950°C durante 200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

A partir do mapa de composição química da região destacada na Figura 89 mostrado na Figura 90 identifica-se que, em geral, os precipitados dessa região são enriquecidos de Mo e W. Nessa região também é possível observar alguns precipitados ricos de Ti e Nb, e microestruturas agulhadas ricas em Nb.

Figura 90 – Imagem de MEV seguida de análise de EDS das fases secundárias ricas em Mo, W e Nb formadas na liga *in-situ* B envelhecida à temperatura de 950°C por 200h.

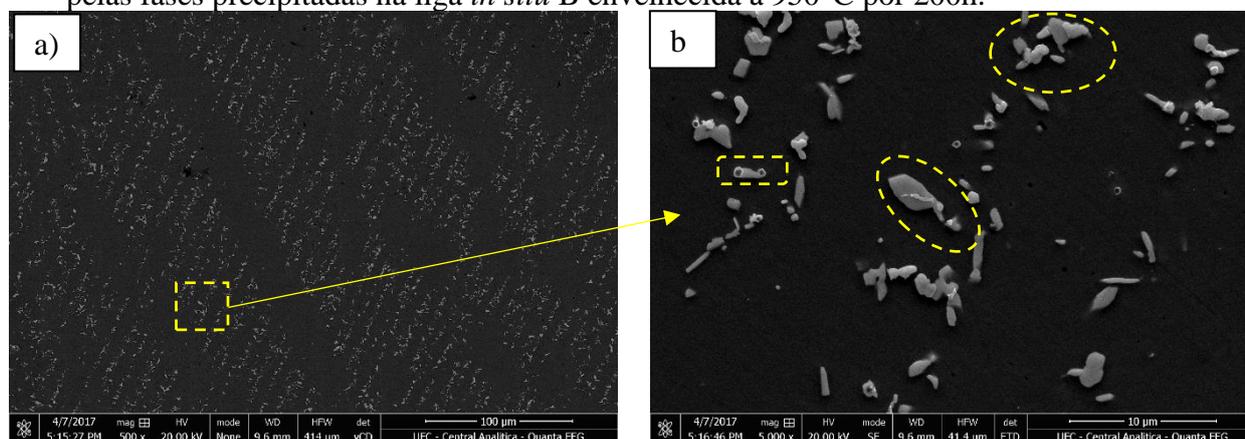


Fonte: Elaborado pela autora.

Silva *et al.* (2013) destacou que alguns desses precipitados possuem uma partícula de TiN no interior atuando como núcleo para precipitação e a concentração de Nb no entorno dessa partícula. Explicando que em alguns casos os precipitados cúbicos ricos em Nb e Ti não são simplesmente carbonitreto de nióbio, mas a combinação formada no centro de nitreto de titânio sendo envolto por carboneto de nióbio.

A Figura 91 a) destaca a precipitação majoritária na região interdendrítica. O detalhe da Figura 91 b) mostra diferentes morfologias de precipitação encontradas nesta região.

Figura 91 – Imagem de MEV no modo SE das diferentes morfologias apresentadas nas pelas fases precipitadas na liga *in situ* B envelhecida à 950°C por 200h.



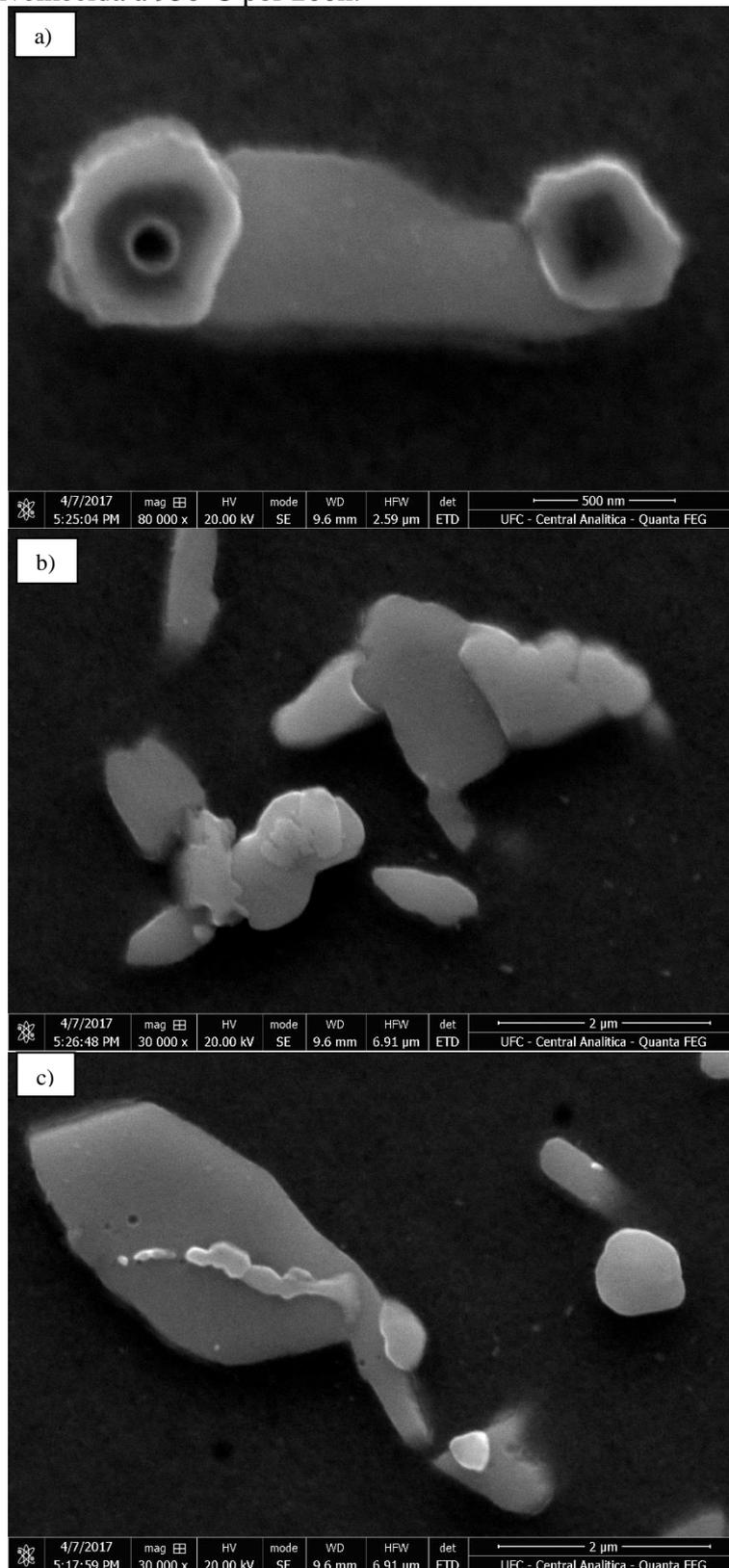
Fonte: Elaborado pela autora.

A Figura 92 a) mostra o precipitado com núcleo de titânio, envolto de uma outra camada. Provavelmente essa capa é a identificada por Silva *et al.* (2013), como uma capa de carboneto de nióbio crescendo em torno de partículas sólidas de nitretos de titânio.

O precipitado visualizado na Figura 92 b) é composto por várias partículas de precipitados, os diferentes tons na formação da imagem no modo SE suporta a hipótese de que esses possuem relevos distintos, podendo esse complexo ser formado por vários grãos da mesma fase crescendo em direções diferentes.

A microestrutura da Figura 92 c) mostra o crescimento de de partículas a partir de um precipitado maior. Esses precipitados minoritários crescem num sentido preferencial, semelhante à um contorno.

Figura 92 – Imagem de MEV no modo SE dos detalhes dos precipitados encontrado da liga *in-situ* B envelhecida à 950°C por 200h.

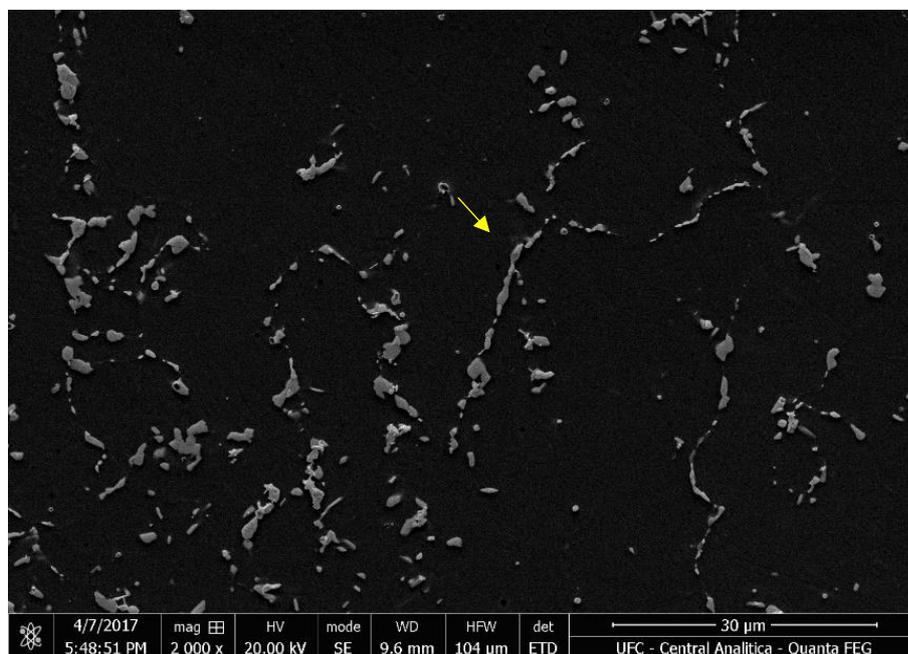


Fonte: Elaborado pela autora.

Raghavan *et al.* (1984) ao tratar termicamente liga NiCrMo a 1123 K (850°C) foi observada duas distribuições de partículas. As partículas esféricas maiores que estavam presentes após o recozimento de 1523 K foram retidas e, além disso, uma dispersão mais fina de partículas precipitou a 1123 K (850°C) por 100h.

A imagem de microscopia eletrônica de varredura vista na Figura 93 mostra a precipitação nos contornos de grãos. A precipitação identificada nos contornos de grãos da liga *in-situ* B ocorreram com bastante intensidade em todos os tempos de envelhecimento e foi composta por partículas bem maiores que as precipitações em filme precipitadas no envelhecimento da liga *in-situ* A.

Figura 93 – Imagem de MEV no modo SE das fases com morfologia de placas precipitadas ao longo dos contornos de grãos da liga *in-situ* B envelhecida à 950°C por 200h.



Fonte: Elaborado pela autora

Pu *et al.* (2018) destacaram a precipitação contínua e descontínua nos contornos de grãos da liga Hastelloy C 276 envelhecida à 870°C. Os autores explicam que a segregação de elementos de liga como Mo, Cr e W se direcionam aos contornos de grãos, logo, esse é um local preferencial para formação de fases secundárias por está enriquecido dos elementos que as compõem.

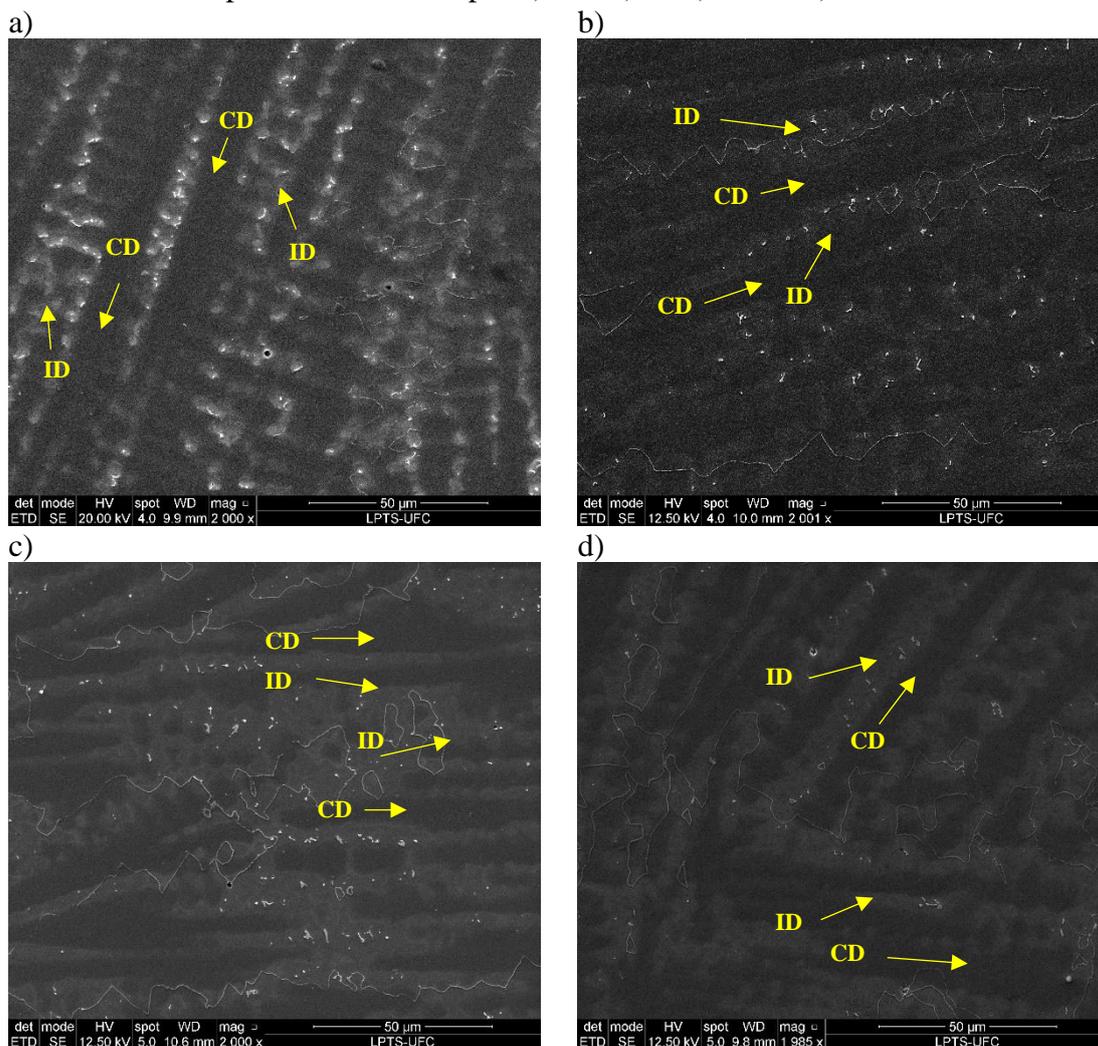
As microestruturas da liga *in-situ* B foram semelhantes nas duas temperaturas de envelhecimento, a principal diferença destacada foi a precipitação da fase γ'' (Ni_3Nb) ao

ser envelhecida a 650°C e a intensa precipitação com morfologia em placas, tanto nos contornos como na região interdendrítica quando envelhecida a 950°C.

5.2.3.5 Liga *in-situ* C (65% Inconel 625 + 35% Hastelloy C 276) envelhecida a 650°C

Esse item consiste na investigação da evolução microestrutural da liga *in-situ* C envelhecida a 650°C, conforme visualizada na Figura 94, a liga *in-situ* C não mostrou aumentos nas dimensões dos precipitados, porém ao longo da avaliação microestrutural, foi possível observar claramente um aumento significativo da precipitação de partículas finamente dispersas ao longo dos contornos de grãos, sendo a principal característica da precipitação no envelhecimento dessa liga.

Figura 94 – Imagem de MEV no modo SE da evolução microestrutural da liga *in-situ* C envelhecida à temperatura de 650°C por a) 10h b) 50 c)100h e d)200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

A partir da análise dos dados da Tabela 23 Tabela 22 é possível observar que a liga *in-situ* C envelhecida a temperatura de 650°C não apresentou significativas variações em relação aos principais elementos formadores de fases secundárias Mo, Nb e W.

Tabela 23 - Análise de EDS semi-quantitativa da composição química da liga *in-situ* C envelhecida a 650°C.

	10h						50h					
	Pontos				Médias		Pontos				Médias	
	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID
Ni	64,1	57,6	63,5	58,1	63,8	57,8	64,1	57,0	63,6	54,9	63,8	55,9
Cr	20,5	20,0	20,4	20,0	20,5	20,0	20,1	19,4	20,9	18,8	20,5	19,1
Mo	10,2	14,5	10,5	13,7	10,3	14,1	10,8	14,4	10,9	16,2	10,8	15,3
W	1,9	1,2	2,2	1,5	2,0	1,3	1,7	1,5	1,4	1,4	1,5	1,4
Nb	1,1	4,8	1,3	4,6	1,2	4,7	1,2	5,3	1,3	6,7	1,2	6,0
Ti	0,1	0,1	0,1	0,3	0,1	0,2	0,2	0,2	0,1	0,1	0,1	0,1
Fe	2,2	1,8	2,1	1,9	2,1	1,8	2,1	2,1	1,8	1,8	2,0	1,9

	100h						200h					
	Pontos				Médias		Pontos				Médias	
	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID
Ni	64,0	57,5	63,7	61,0	63,8	59,3	64,0	58,2	65,0	58,6	64,5	58,4
Cr	21,1	19,5	20,8	20,4	21,0	19,9	20,7	19,5	20,4	19,7	20,6	19,6
Mo	10,1	13,7	10,5	12,1	10,3	12,9	10,3	13,8	10,0	13,4	10,1	13,6
W	1,4	1,1	1,5	1,1	1,5	1,1	1,4	0,8	1,7	1,2	1,5	1,0
Nb	1,4	6,8	1,3	3,9	1,3	5,3	1,6	6,5	1,2	5,4	1,4	6,0
Ti	0,0	0,2	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,2	0,1	0,1
Fe	2,0	1,1	2,2	1,5	2,1	1,3	1,9	1,1	1,6	1,5	1,8	1,3

Fonte: Elaborado pela autora.

A microestrutura apresentada pela liga *in-situ* C envelhecida à temperatura de 650°C durante 200h na Figura 95 a) mostra a intensa precipitação nos contornos de grãos, formação de fases maiores a partir de contornos de grãos e ocorrência de precipitação fina intragranular. Na ampliação visualizada na Figura 95 b) é possível observar que nos contornos de grãos precipitaram fases tanto em forma de partículas, como em filme.

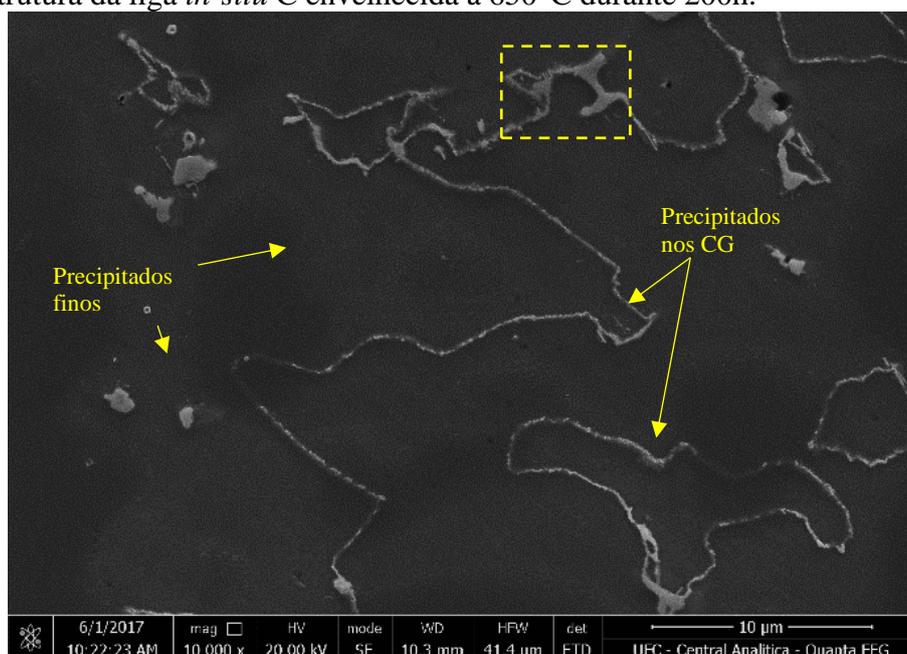
Özgün *et al.* (2015) destacam que no envelhecimento à 745°C por 22h da liga Inconel 625 ocorreu precipitação nanométricas e micrométricas tanto nos contornos como no interior do grão. Destacando que na condição envelhecida foi observado acúmulo de Nb e Mo localizado nos contornos de grão e que o teor de Ni, Cr e Fe eram praticamente

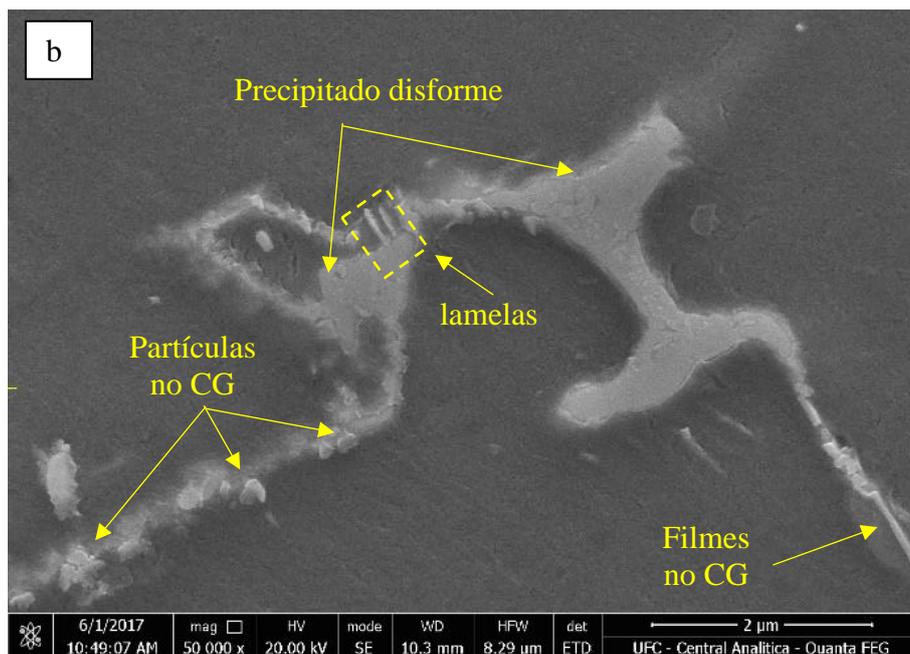
nulos nas zonas onde Nb mostrava agrupamento, que segundo os autores são, possivelmente, carbonetos do tipo MC que não se apresentaram em um filme contínuo, mas em clusters separados.

Outra morfologia a ser destacada na liga *in-situ* C envelhecida à 650°C por 200h foi um precipitado disforme no contorno de grão, como visto na Figura 95 b). Essa precipitação possui uma dimensão significativamente maior do que as partículas precipitadas nos contornos de grãos. Essa fase é semelhante a apresentada pelas ligas *in-situ* A e B, onde observou-se partículas menores no interior da fase. Possivelmente devido o longo tempo de envelhecimento e a superconcentração de elementos nessas microestruturas, os elementos se difundiram no interior da fase nucleando novas partículas.

Os precipitados finos se apresentaram em grande quantidade na liga *in-situ* C envelhecida à 650°C à 200h. A liga *in-situ* C possui em sua composição global maior concentração de Nb que as ligas *in-situ* A e B, por ter em sua combinação 65% de contribuição da liga Inconel 625. Desse modo, entende-se que a intensa nuvem de precipitados finos intragranular nesta liga é consequência da sua maior concentração de Nb.

Figura 95 – Imagem de MEV no modo SE do detalhe da precipitação no contorno de grão em forma de partícula e de filme, e de fases de maiores dimensões observada na microestrutura da liga *in-situ* C envelhecida à 650°C durante 200h.



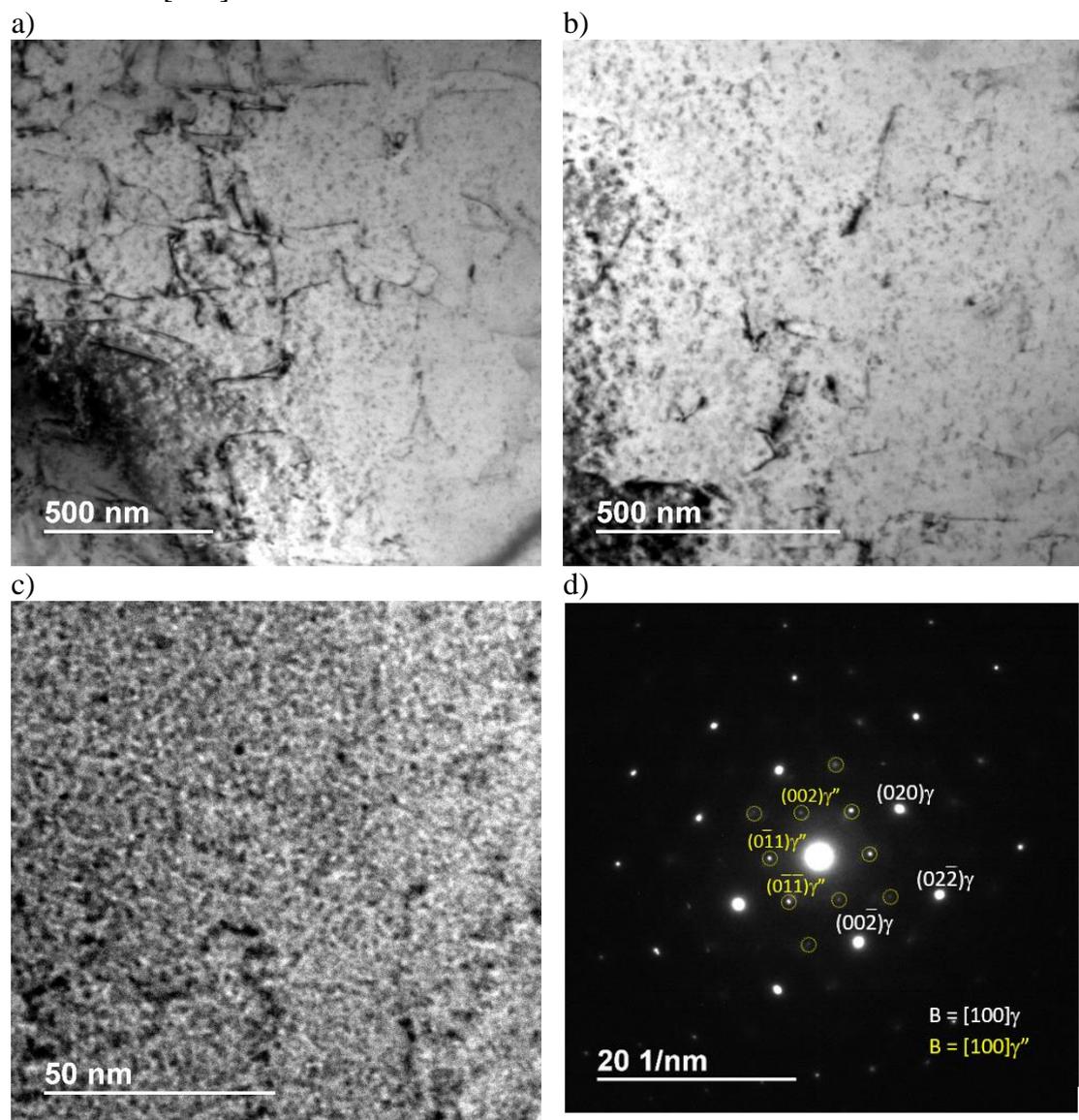


Fonte: Elaborado pela autora

A Figura 96 evidencia por microscopia eletrônica de transmissão que a fase nanométrica corresponde à γ'' (Ni_3Nb). Essa fase nanométrica gera um bloqueio ao deslocamento das discordâncias. Pelo estudo da difusão dos elementos observou-se que a partir de 50h o aumento da concentração de Nb no centro de dendrita, tornando essa região favorável para a precipitação intragranular de fase rica em Nb.

Também foram observadas partículas nanométricas no interior da matriz γ -cfc. Por meio de análises de microscopia eletrônica de transmissão foi possível identificar tais partículas. A Figura 96 apresenta imagens de MET em campo claro evidenciando a presença de partículas nanométricas correspondentes à fase γ'' (Ni_3Nb), identificadas por meio de difração de elétrons de área selecionada, conforme padrão SAD com eixo de zona $[100]_\gamma/[100]_{\gamma''}$. A fase γ'' por ser precipitada de forma alinhada com a matriz, desempenha elevada resistência para o deslocamento das discordâncias, podendo assim aumentar a resistência mecânica da liga. A precipitação em quantidade significativa dessa fase é usada para aumento de resistência por precipitação de algumas ligas, como no caso da liga 718.

Figura 96 - (a) e (b) Imagem de MET em campo claro evidenciando a precipitação da fase γ'' e sua interação com as discordâncias presentes na estrutura do cristal da matriz γ -fcc da liga *in-situ* C envelhecida à 650°C por 200h. (c) Imagem de alta resolução HRTEM indicando a presença de partículas. (d) Padrão de difração de área selecionada com as presenças de indexados como matriz γ -fcc com eixo de zona [100] e fase γ'' com mesmo eixo de zona [100].



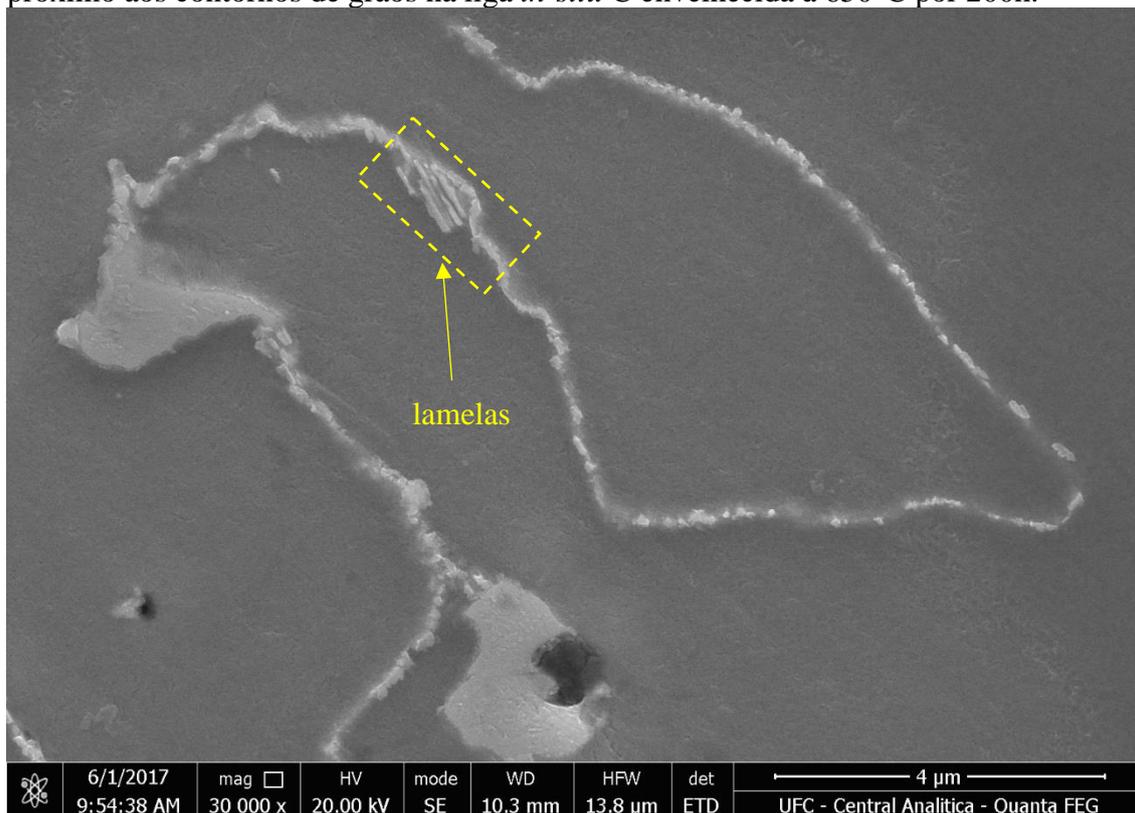
Fonte: Elaborada pela autora

A Figura 97 mostra precipitação lamelar encontrada próximo aos contornos de grão da liga *in-situ* C envelhecida à 650°C por 200h. Essa precipitação mostrou-se alinhada com uma direção preferencial.

Silva (2010) observou precipitados semelhantes no fundo da poça de fusão em soldas da liga Inconel 686, o autor relatou que uma característica marcante da fase era o alinhamento de finas placas, que apresentaram em geral uma angulação de 45° em relação à direção de crescimento das células/dendríticas.

A literatura destaca que essa morfologia é incomum entre as fases TCP em metais de solda de ligas de Ni endurecidas por solução sólida. Contudo, alguns trabalhos na literatura têm apontado a precipitação de fases P ortorrômbicas de maneira lamelar em contornos de grão de alto ângulo, em ligas com elevados teores de Re e W (POLLOCK, 1995; NYSTROM *et al.* 1997).

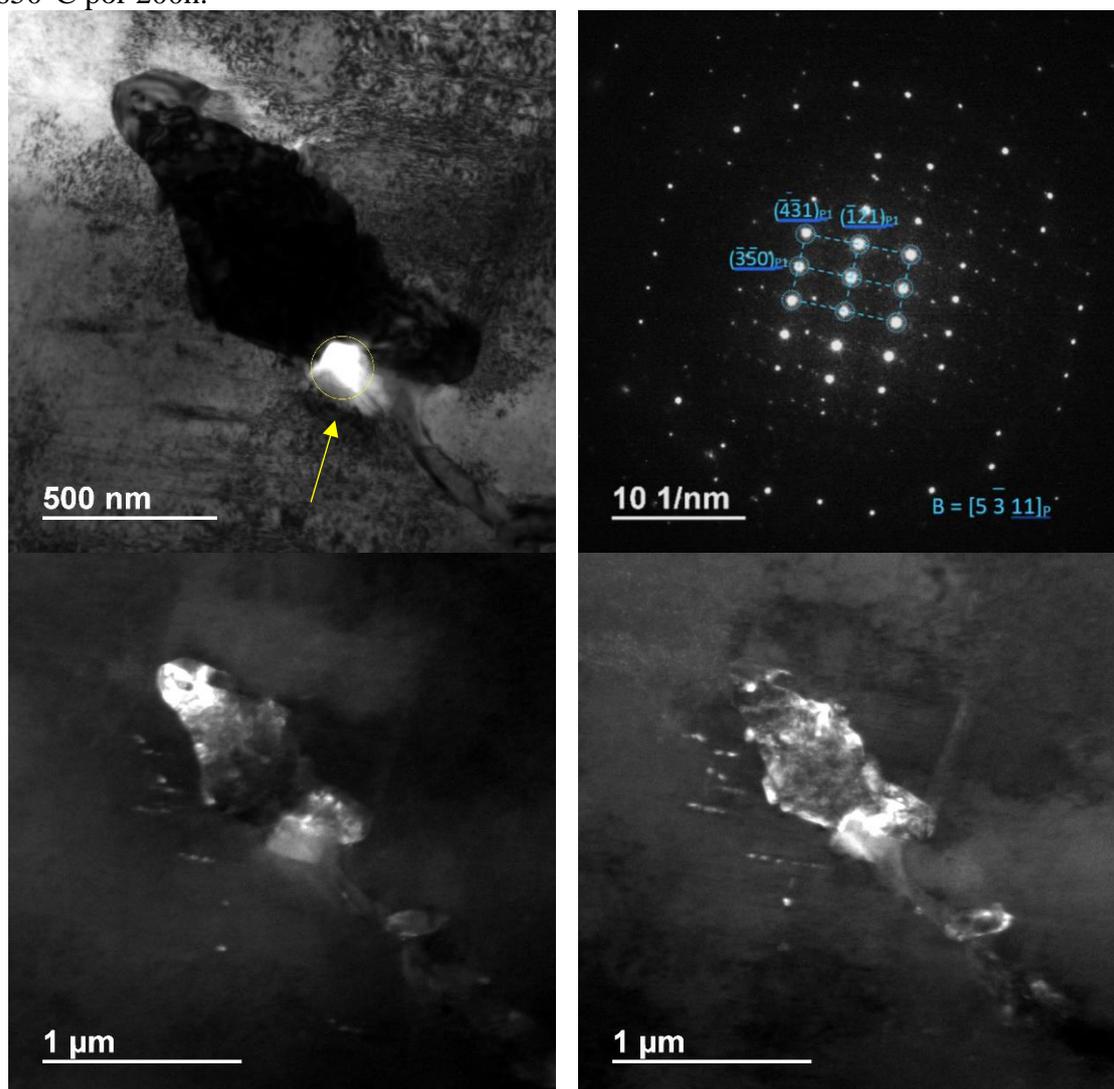
Figura 97 – Imagem de MEV no modo SE da fase precipitada com morfologia lamelar a próximo aos contornos de grãos na liga *in-situ* C envelhecida à 650°C por 200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

Para aprofundar a análise microestrutura da liga *in-situ* C envelhecida à 650°C por 200h foi realizada a análise de microscopia eletrônica de transmissão, como visto na Figura 98, onde se visualiza a fase precipitada (indicada com a seta). Conforme o padrão de difração indexado essa fase é caracterizada como a fase P.

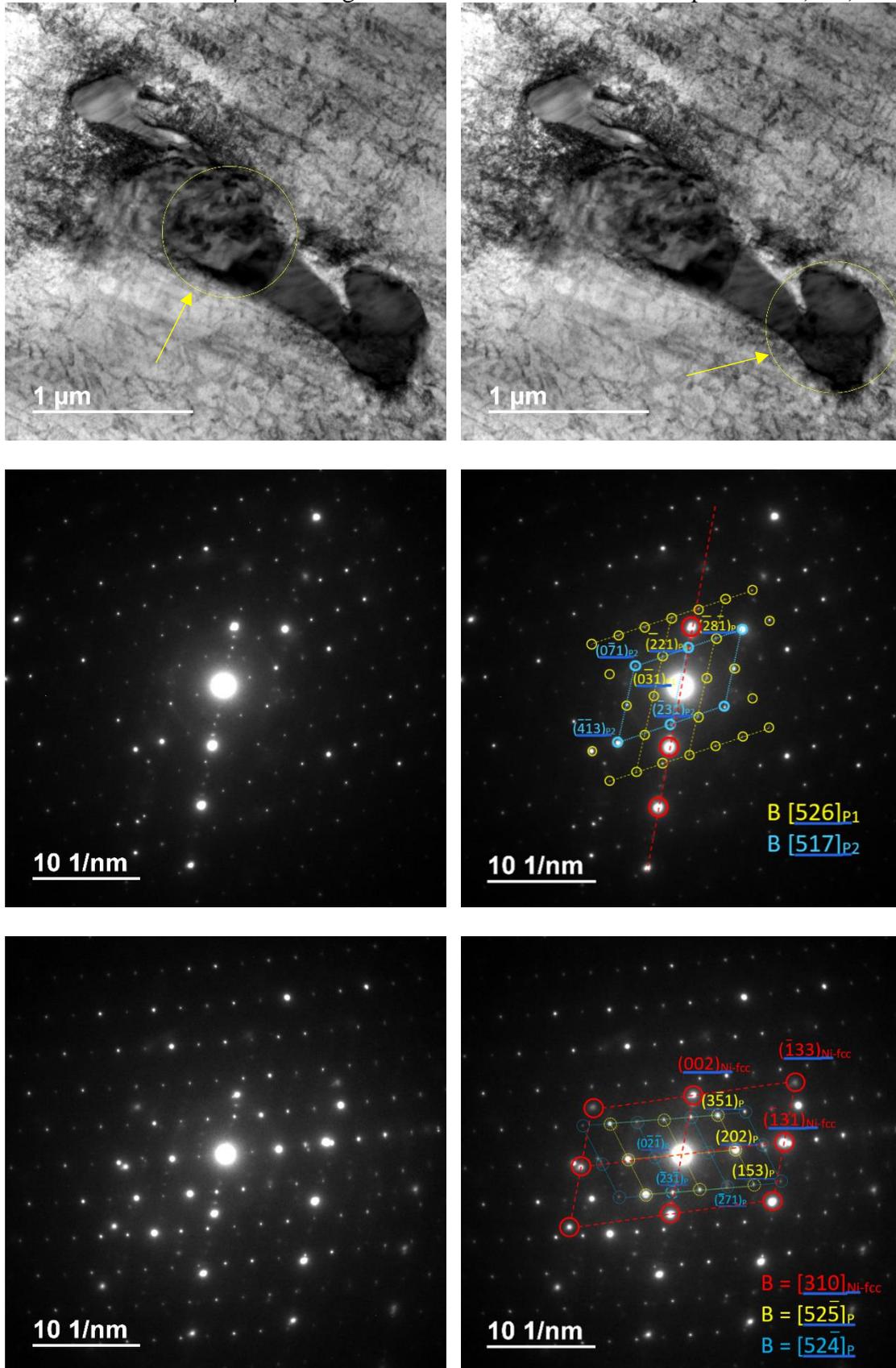
Figura 98 - Imagem de MET em campo escuro evidenciando a) precipitação da fase P e b) padrão de difração indexado caracterizado como fase P na liga *in-situ* C envelhecida à 650°C por 200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

Na Figura 99 a) e b) observou-se por microscopia eletrônica de transmissão em campo claro dois grãos de precipitados muito próximos. Os respectivos padrões de difração indexados que constam na Figura 99 foram caracterizados como fase P precipitada na matriz γ .

Figura 99 - Imagem de MET em campo claro evidenciando duas partículas a) e b) de precipitação da fase P e os respectivos padrões de difração indexados caracterizados como fase P na matriz γ -fcc da Liga *in-situ* C envelhecida à 650°C por 200h d) e e).



Fonte: Elaborado pela autora.

A identificação da presença da fase P na liga *in-situ* C confirma a proposta da precipitação da fase P levantada para a rota de solidificação das ligas *in-situ* produzidas neste trabalho



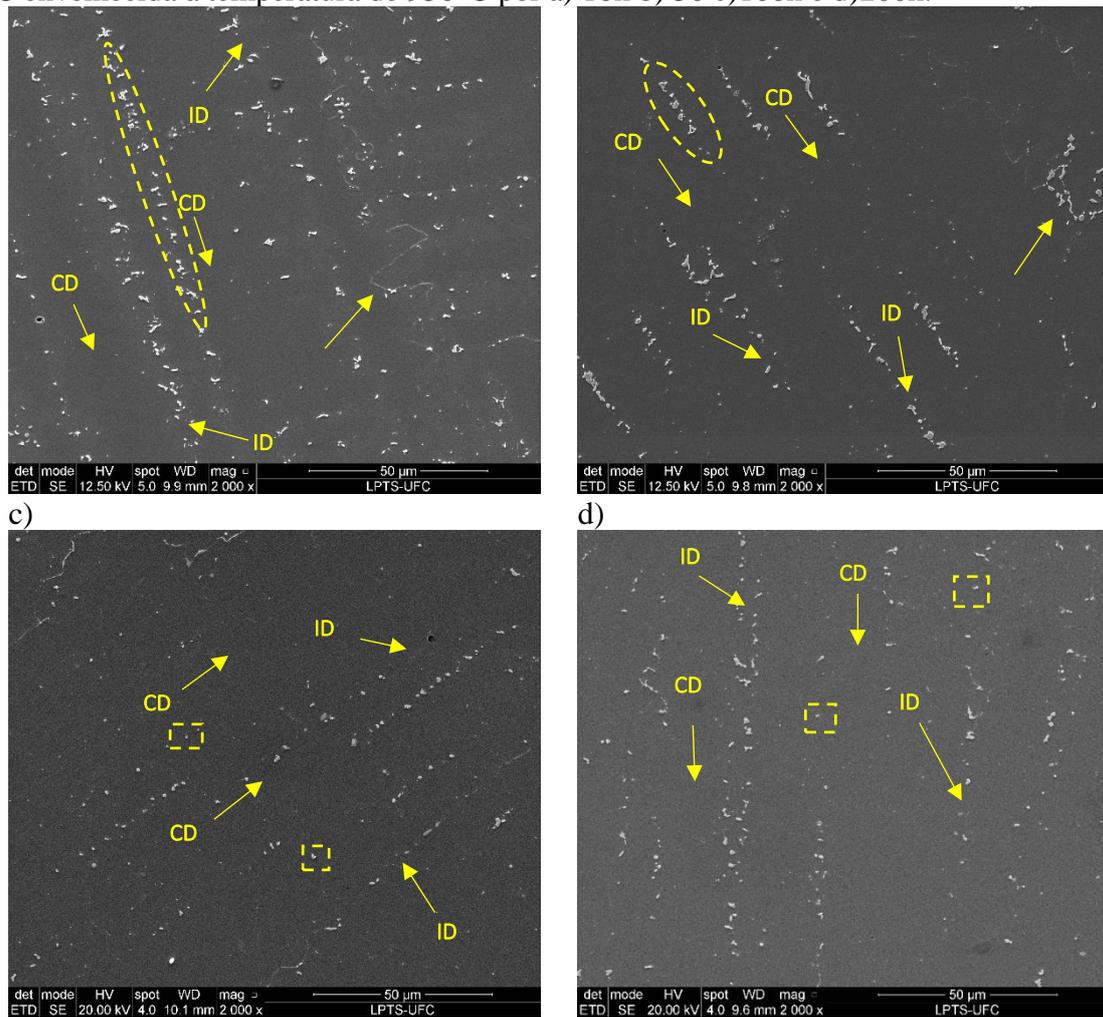
Destacando que, a precipitação da fase P foi caracterizada para a liga *in-situ* C, que tem menor participação da liga Hastelloy C-276 (35%) e maior participação da liga Inconel 625 (65%). Logo, entende-se que, se ela foi formada na liga *in-situ* com menor participação da liga Hastelloy C-276, também será precipitada nas ligas *in-situ* A e B que possuem em sua composição química maior participação da Hastelloy C-276.

Foram observadas fases que apresentaram contrastes distintos em suas microestruturas em todas as ligas *in-situ*, nas quais foi abordado o possível efeito de nucleação de uma nova partícula a partir da fase maior. A partir da identificação de duas partículas próximas, com planos e direções de crescimento distintas como fase P na liga *in-situ* C, entende-se que as microestruturas apresentadas pelas outras ligas *in-situ* com essa característica têm grande possibilidade de também serem caracterizadas como fase P.

5.2.3.6 Liga *in-situ* C (65% Inconel 625 + 35% Hastelloy C 276) envelhecida à 950°C

Nesse item foi investigada a microestrutura resultante do envelhecimento realizado na liga *in-situ* C à temperatura de 950° C. Na Figura 100 é possível observar a microestrutura resultante de cada um dos respectivos tempos de envelhecimento 10h, 50h, 100h e 200h. Nas amostras envelhecidas por 10h observou-se a precipitação de fases secundárias principalmente na região interdendrítica, nessa condição também foi possível observar a precipitação discreta nos contornos de grãos que permaneceu pelos demais tempos de envelhecimento.

Figura 100 – Imagem de MEV no modo SE da evolução microestrutural da liga *in-situ* C envelhecida à temperatura de 950°C por a) 10h b) 50 c)100h e d)200h.



Fonte: Elaborada pela autora

A Tabela 24 mostra a composição química das regiões de centro de dendrita e interdendrítica. As maiores diferenças entre as composições nestas regiões ocorreram nos tempos de 10h e 100h de envelhecimento para os percentuais de Mo e Nb.

Tabela 24 - Análise de EDS semi-quantitativa da composição química da liga *in situ* C envelhecida à 950°C.

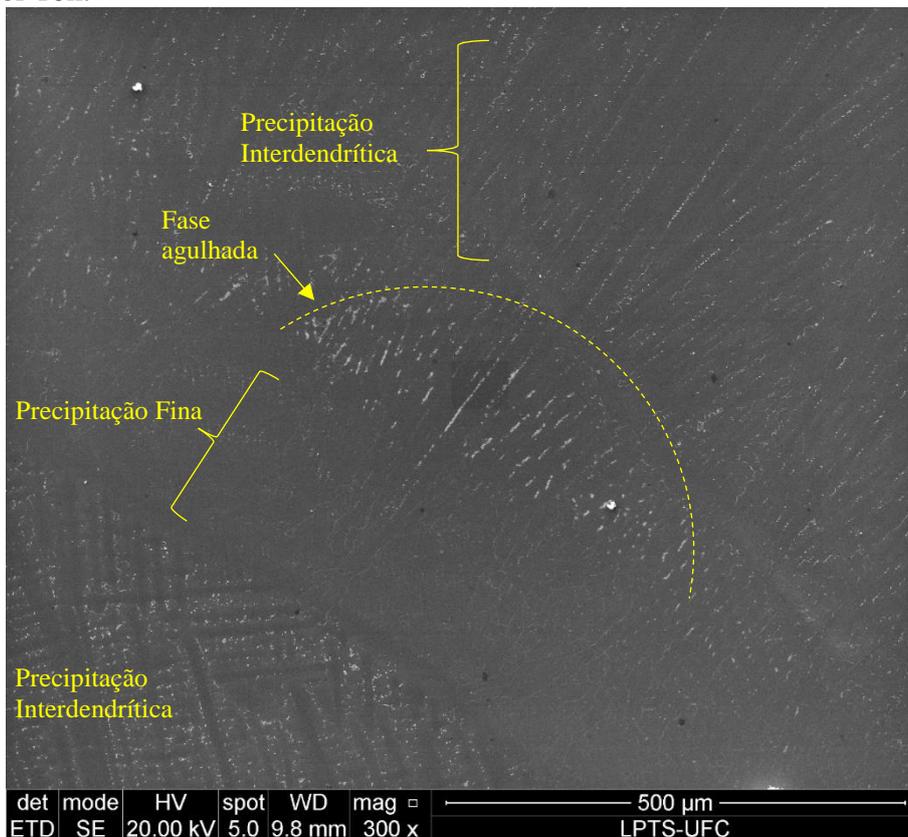
	10h						50h					
	Pontos				Médias		Pontos				Médias	
	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID
Ni	61,3	60,0	61,1	60,0	61,2	60,0	60,4	60,9	60,6	60,3	60,3	60,6
Cr	19,9	20,2	19,9	19,8	19,9	20,0	21,1	20,8	21,1	21,0	21,0	20,9
Mo	12,4	13,3	12,4	13,0	12,4	13,1	12,2	12,1	12,2	12,5	12,4	12,3
W	2,2	1,8	2,0	1,7	2,1	1,8	1,6	1,4	1,8	1,8	1,7	1,6
Nb	1,6	2,1	1,7	2,8	1,7	2,4	2,5	2,4	2,1	2,5	2,5	2,4
Ti	0,0	0,2	0,1	0,3	0,1	0,2	0,0	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Fe	2,5	2,5	2,7	2,5	2,6	2,5	2,2	2,3	2,1	2,0	2,1	2,1

	100h						200h					
	Pontos				Médias		Pontos				Médias	
	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID	CD	ID
Ni	61,6	60,9	61,2	59,8	61,4	60,4	62,7	62,1	62,2	62,4	62,4	62,2
Cr	20,6	20,4	21,0	19,6	20,8	20,0	21,0	21,3	21,3	20,9	21,1	21,1
Mo	12,0	12,4	11,7	13,6	11,8	13,0	11,1	11,3	11,2	11,3	11,1	11,3
W	1,6	1,7	1,6	2,3	1,6	2,0	0,9	1,0	1,1	1,1	1,0	1,0
Nb	2,0	2,1	2,3	1,6	2,2	1,8	2,7	2,8	2,8	2,8	2,7	2,8
Ti	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,1	0,0	0,1	0,1	0,1	0,0	0,1
Fe	2,2	2,4	2,0	3,1	2,1	2,8	1,7	1,5	1,5	1,5	1,6	1,5

Fonte: Elaborado pela autora.

Na análise da microestrutura apresentada pela liga *in-situ* C envelhecida à temperatura de 950°C à 10h observou-se principalmente regiões de precipitação interdendrítica e de precipitação fina, como é mostrado na Figura 101. Porém, também foi destacado uma precipitação de fase agulhada que não foi observada de forma abundantemente na microestrutura da condição investigada da liga *in-situ* C.

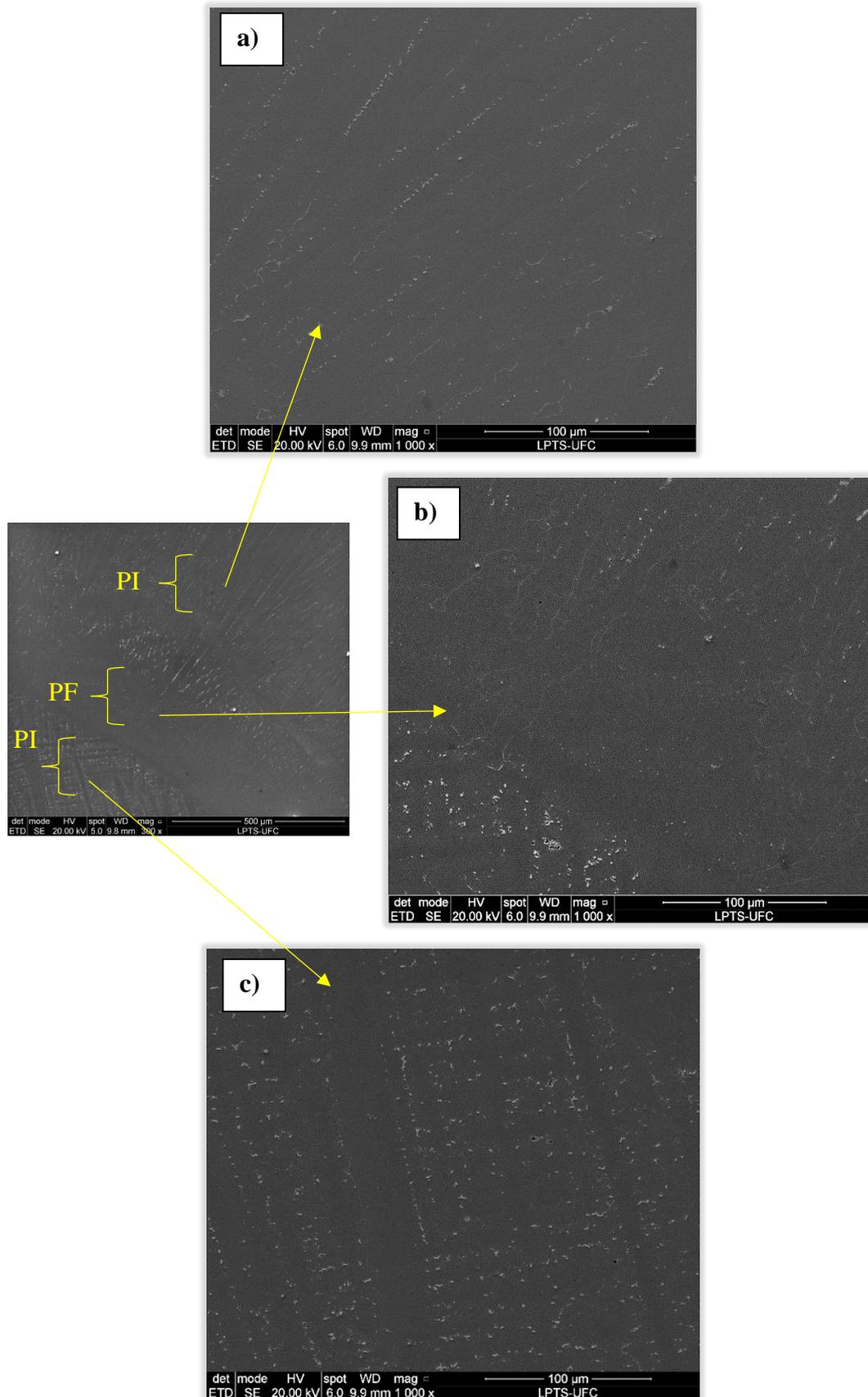
Figura 101 – Imagem de MEV no modo SE das regiões de precipitação interdendrítica, de fase agulhada, e de precipitação fina observadas na liga *in-situ* C envelhecida à 950°C por 10h.



Fonte: Elaborada pela autora.

A Figura 102 mostra em maior magnificação as zonas com precipitações interdendríticas que correspondem ao perfil de microestrutura encontrado majoritariamente na liga *in-situ* C envelhecida à temperatura de 950°C por 10h. É importante destacar que, mesmo com perfil de precipitação interdendrítico apresentado, após análise da microestrutura em geral considerou-se que, nessa condição específica, a quantidade de fases precipitadas tenha se apresentado de forma discreta.

Figura 102 – Imagem de MEV no modo SE dos tipos de precipitação observados na liga *in-situ* C envelhecida à 950°C por 10h.



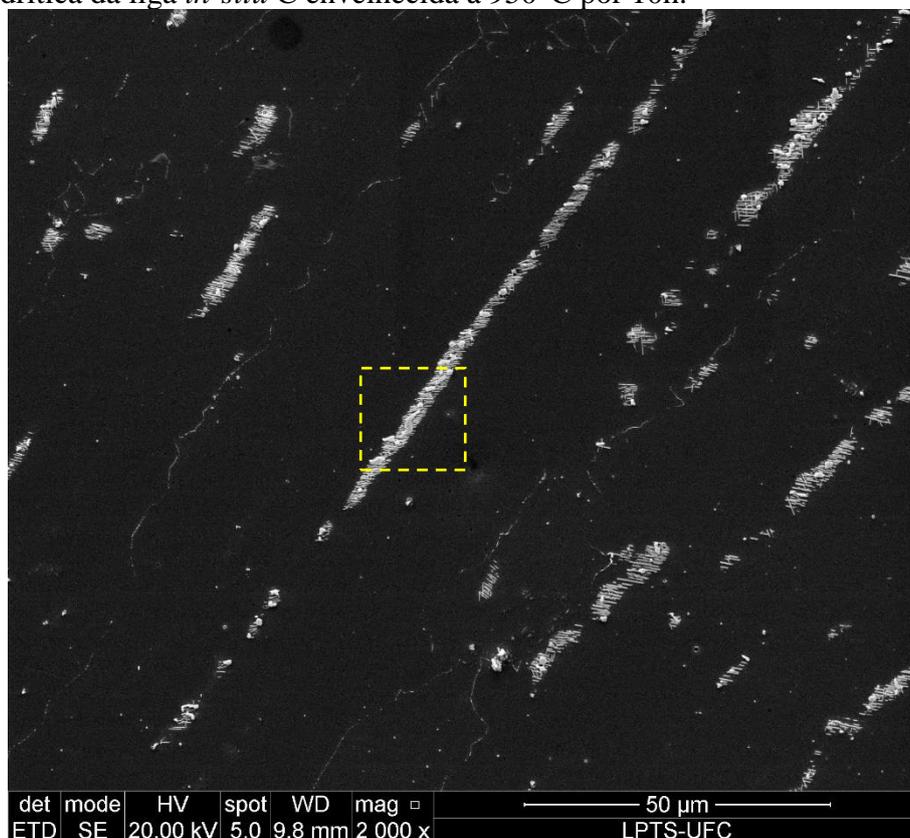
Fonte: Elaborada pela autora.

Na análise da microestrutura da liga *in-situ* C, observou-se uma característica nova e distinta com relação aquelas apresentadas pelas ligas *in-situ* A e B estudadas nesse trabalho. Na condição de envelhecimento da liga *in-situ* C à temperatura de 950°C por 10h observou-se a precipitação de fases agulhadas, a partir da análise da Figura 103 destaca-se que essas fases precipitaram de forma muito discreta na microestrutura, preferencialmente na região interdendrítica.

É importante ressaltar que a investigação sobre essa fase pode ser considerada somente uma observação pontual da microestrutura de liga *in-situ* C envelhecida à temperatura de 950°C por 10h, e não corresponde a característica majoritária apresentada nesta microestrutura.

Destaca-se que a precipitação da fase agulhada não ocorreu de forma geral e uniforme na liga *in-situ* C envelhecida à 950°C por 10h. Na Figura 101 as regiões de precipitação foram identificadas em 03 formas, precipitação interdendrítica, precipitação de fase de agulhada e precipitação fina.

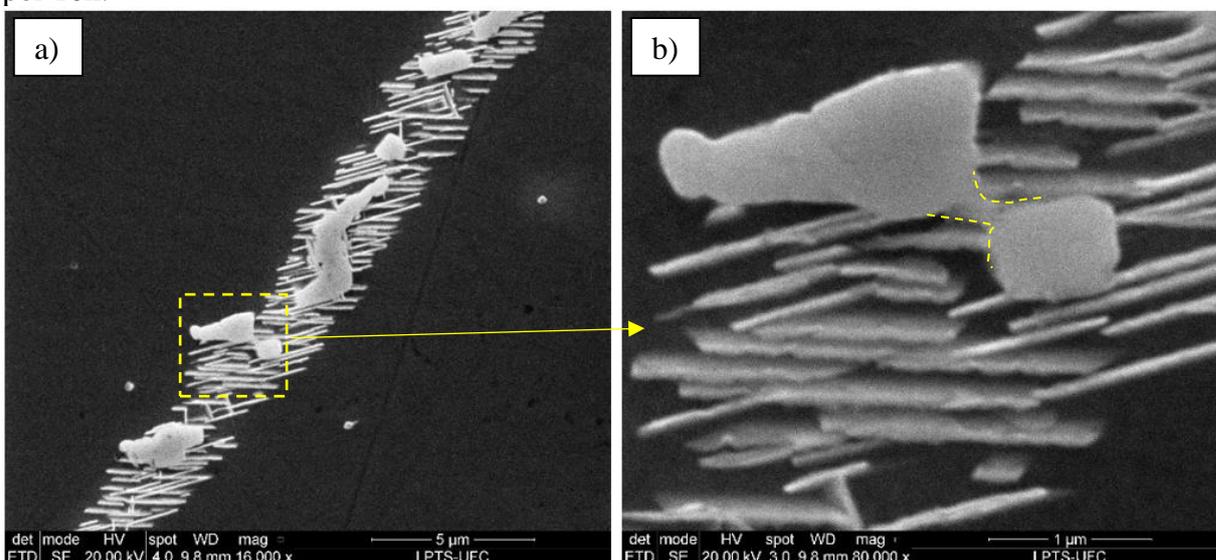
Figura 103 – Imagem de MEV no modo SE da precipitação de fase agulhada na região interdendrítica da liga *in-situ* C envelhecida à 950°C por 10h.



Fonte: Elaborada pela autora.

É possível visualizar, a partir da Figura 104, que esses precipitados agulhados, em maiores magnificações mostram-se em placas que foram se formando entre precipitados cúbicos e precipitados em blocos. Aparentemente essa fase agulhada formou-se a partir da dissolução desses precipitados, a região destacada na Figura 104b), mostra uma fina região entre as duas microestruturas que, possivelmente era uma única partícula que foi diminuindo sua dimensão com o tratamento térmico a ponto de ser visualizada quase que completamente separada.

Figura 104 - Imagem de MEV no modo SE dos precipitados com morfologia de placas entre precipitados cúbicos ou blocos observados na liga *in-situ* C envelhecida à 950°C por 10h.



Fonte: Elaborado pela autora.

A composição química dessa partícula, apresentada na Tabela 25, mostra que essa fase possui grande participação de elementos, como Mo, Cr e principalmente o Nb que se apresenta com 3,37% na composição global da liga *in-situ* C, enquanto que o precipitado é formado por 19,04 % desse elemento.

Tabela 25 – Composição química dos precipitados em blocos entre os precipitados em placas presente na microestrutura da liga *in-situ* C envelhecida à 950°C por 10h.

Elementos	% em Peso
Si	0,5
Ti	0,3
Cr	15,1
Mn	0,2
Fe	0,4
Ni	32,5
Nb	19,0
Mo	32,0

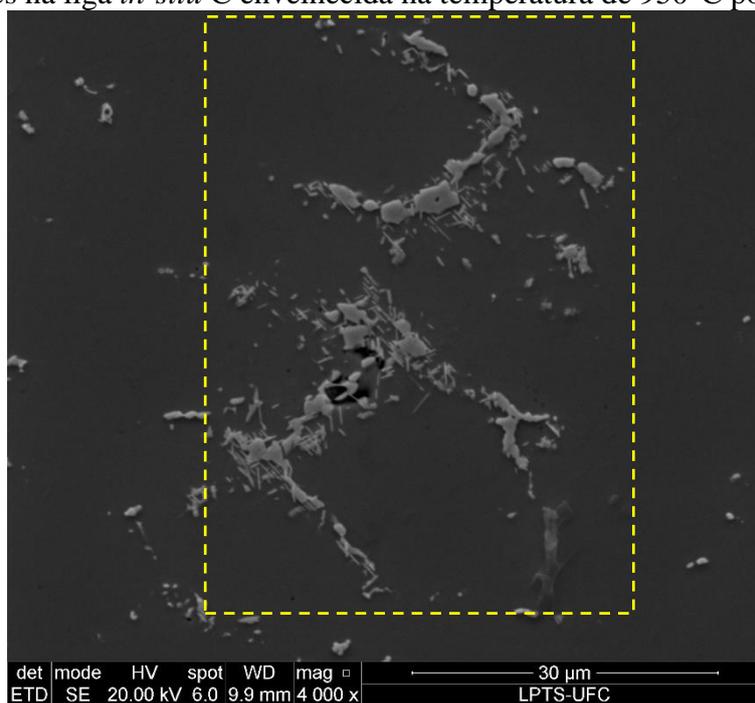
Fonte: Elaborado pela autora.

Silva *et al.* (2018) identificaram uma precipitação de fase δ , que possui morfologia agulhada, ao envelhecer o metal de solda da liga Inconel 625 à temperatura de 950°C por 10h. A região onde as agulhas são precipitadas era rica em Nb. Os autores destacaram que a precipitação ocorreu preferencialmente na região interdendrítica, uma vez que, devido à microsegregação, esta zona é enriquecida em Nb.

No caso da liga Inconel 625 a região interdendrítica possui uma fração volumétrica alta da fase Laves rica em Nb, cuja dissolução serve como um fornecimento contínuo de Nb para formar as partículas agulhadas, porém não foram identificadas alterações nos complexos carbonetos/nitretos de NbTi após 10h de envelhecimento à 950°C (SILVA *et al.*, 2018).

Em algumas regiões foi possível observar que a fase entre as precipitações agulhada/placas tinha uma morfologia disforme, como pode ser visto na Figura 105.

Figura 105 – Imagem de MEV no modo SE da precipitação da fase agulhada a partir de fases disformes na liga *in-situ* C envelhecida na temperatura de 950°C por 10h.

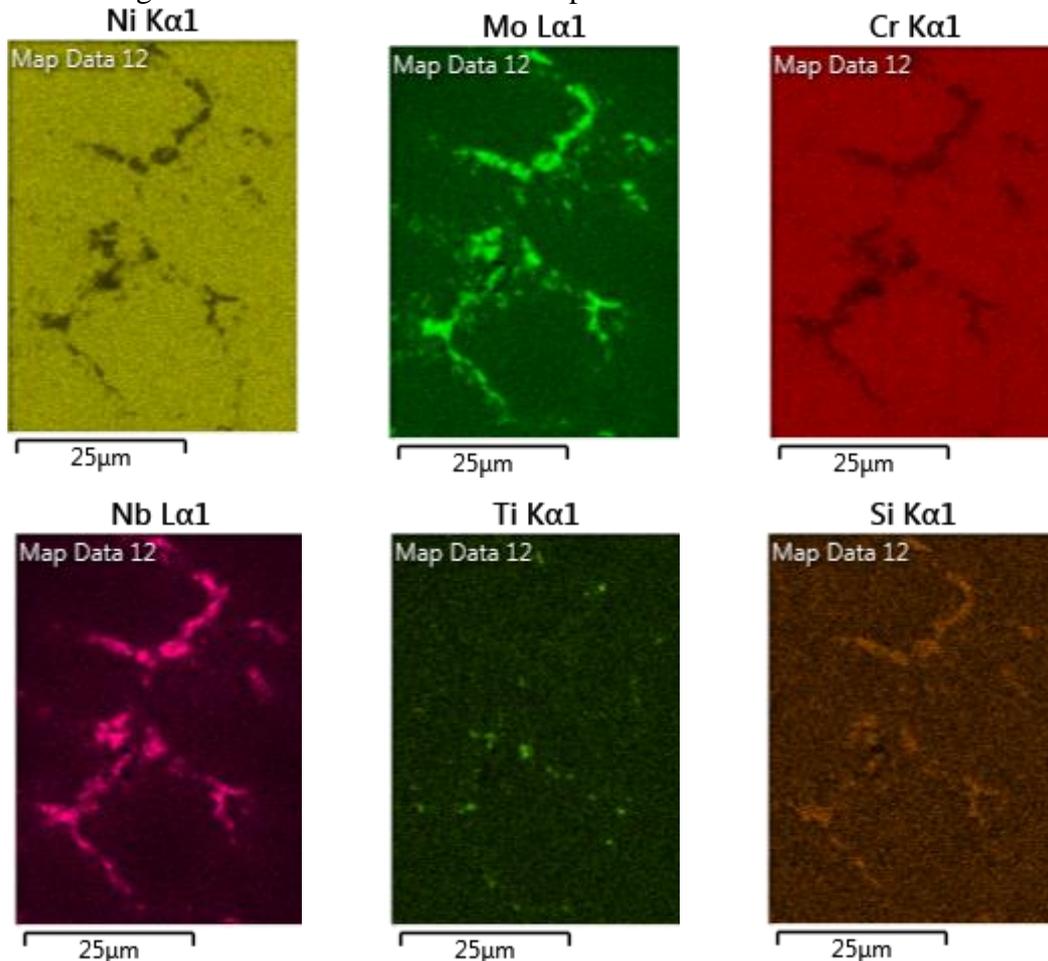


Fonte: Elaborado pela autora.

O mapa de composição química da fase disforme da região destacada na Figura 105 encontra-se na Figura 106, a partir da qual observa-se que, essa fase é composta principalmente pelos elementos: Mo e Nb com participação de Si. Em virtude da semelhança entre os elementos que compõem essa fase com relação aos elementos identificados na Tabela 25 que se referem aos precipitados em blocos em processo de

dissolução, pressupõem-se que correspondem a mesma fase, porém na Figura 105 em estágio de menor dissolução.

Figura 106 - Mapa de composição química obtido por análise de EDS da fase disforme presente na liga *in-situ* C envelhecida à 950°C por 10h.



Fonte: Elaborado pela autora.

Xu *et al.* (2013) destacam que Nb, Mo são os principais elementos endurecedores da fase Laves, que é formada principalmente pelo Nb que possui em torno de 21% da fração de peso dessa microestrutura.

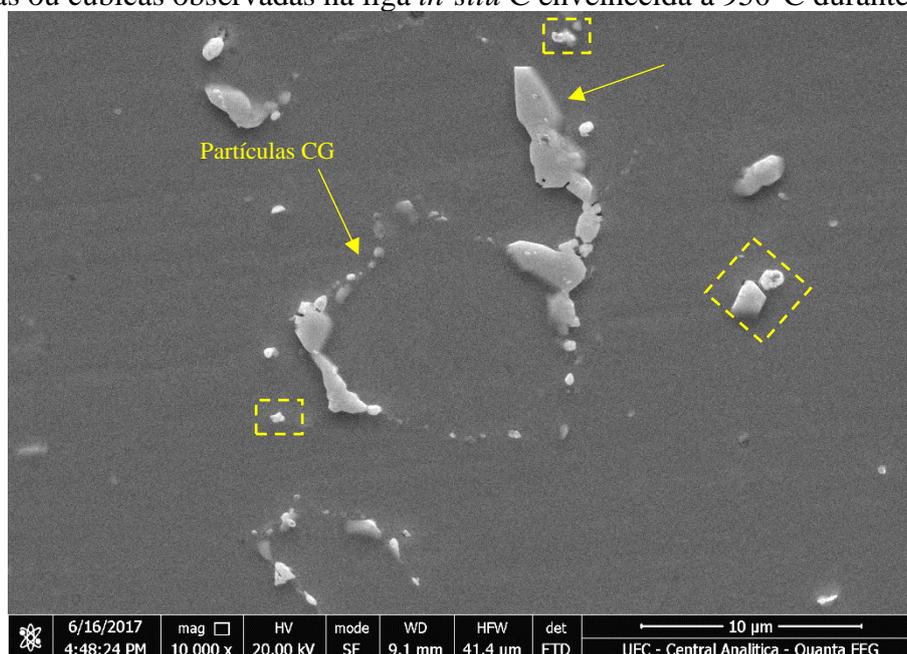
Outra informação importante é a presença de Si na composição química dessa fase. Albuquerque *et al.* (2012) ressaltaram que na avaliação da microestrutura da liga Inconel 625 que as análises de EDS para a Laves sempre apresentava pico de Si, sem destaque na participação do Ti. Já nas análises de EDS nos carbonetos/nitretos, os picos de Ti foram sempre evidentes sem ocorrência de picos de Si. Os autores sugerem que esses elementos demonstram serem bons marcadores para distinguir essas fases.

Desse modo, a fase agulhada precipitada na condição envelhecida da liga *in-situ* C envelhecida à temperatura de 950°C por 10h corresponde a fase δ Ni₃Nb que é formada em regiões com elevada concentração de Nb, que no caso da liga *in-situ* C foi apresentada discretamente a partir de regiões com grande concentração de nióbio, podendo ser consequência da dissolução de fases ricas em nióbio, possivelmente carbonetos de nióbio ou de fase Laves, que caso tenha sido precipitada de forma pontual na solidificação da liga *in-situ* C.

O estudo da microestrutura apresentada pela liga *in-situ* C envelhecida à 950°C por 200h, também foi realizado, assim como visto para as ligas *in-situ* A e B.

Na liga *in-situ* C envelhecida na temperatura de 950°C durante 200h observou-se, como mostrado na Figura 107, uma precipitação com morfologia de blocos, algumas partículas nos contornos de grãos e os precipitados cúbicos que mesmo após 200h de envelhecimento ainda se apresentaram em grande intensidade. Nessa condição não houve indícios de fase agulhada presentes nessa microestrutura.

Figura 107 – Imagem de MEV no modo SE da precipitação com morfologia de blocos, partículas ou cúbicas observadas na liga *in-situ* C envelhecida à 950°C durante 200h.

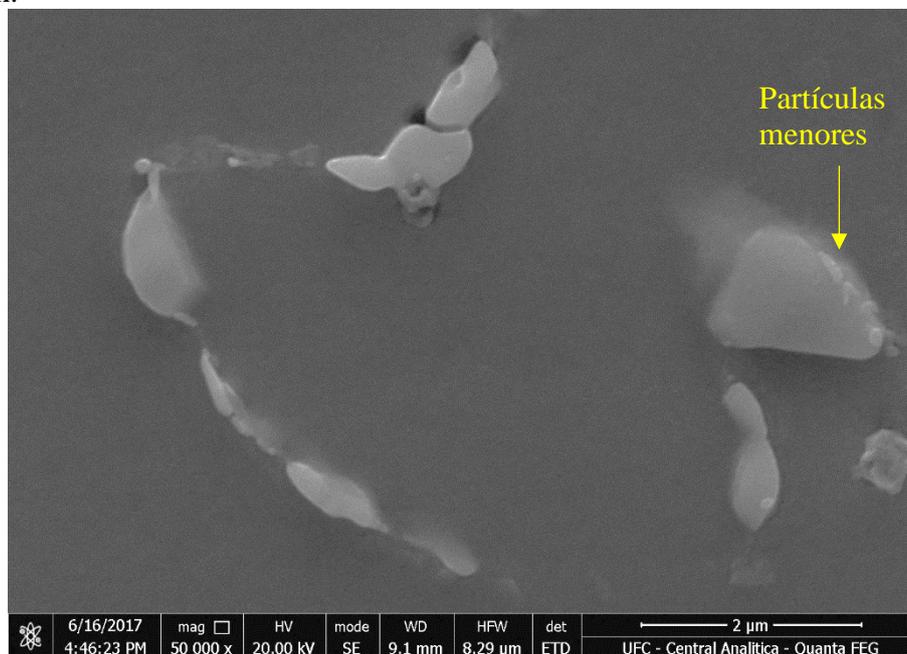


Fonte: Elaborado pela autora

A análise da imagem apresentada na Figura 108 permite visualizar a precipitação localizada nos contornos de grãos, destacando que essa precipitação ocorreu com partículas pequenas. Na imagem da Figura 108 também é possível observar

partículas com contrastes distintos de partículas maiores. Supõem-se que essas partículas menores possam está nucleando a partir das fases maiores em virtude do envelhecimento.

Figura 108 - Precipitados nos contornos de grão da liga *in situ* C envelhecida à 950°C por 200h.



Fonte: Elaborada pela autora

Esse resultado está de acordo com o apresentado por Silva *et al.* (2018), que mostrou uma dissolução quase completa dos precipitados anteriormente presentes na microestrutura da liga Inconel 625. Para 200h de envelhecimento, houve uma completa dissolução da fase δ .

O autor ainda explica que ao fim do envelhecimento à 200h todas as fases TCP's foram dissolvidas e somente carbonetos/nitretos NbTi cúbicos e grandes carbonetos de NbC permaneceram na microestrutura. Em algumas regiões, obteve-se uma fina precipitação ao longo dos limites de grãos e limites subgrãos juntamente com os carbonetos/nitretos NbTi cúbicos.

Assim a microestrutura da liga *in situ* C envelhecida à temperatura de 950°C foi caracterizada de forma geral pela precipitação interdendrítica e de pequenas partículas nos contornos de grãos. Resaltando que as partículas apresentaram contrastes diferentes, podendo serem partículas menores nucleadas/dissolvidas durante o envelhecimento. A precipitação da fase δ ocorreu de forma pontual na condição envelhecida à 950°C por 10h devido à uma região enriquecida em Nb.

Dentre as principais alterações promovidas pelo envelhecimento da liga *in-situ* C, pode-se destacar a morfologia dos precipitados nos contornos de grão, que na microestrutura envelhecida à 650°C apresentou-se tanto em partículas como em filme, porém ao ser tratada à 950°C apenas partículas. A precipitação das fases γ'' (Ni_3Nb) e das com morfologia lamelar só foi evidenciada no envelhecimento à temperatura de 650°C.

Assim a Tabela 26 descreve, de forma geral, as microestruturas observadas nas três ligas de trabalho de acordo com as respectivas temperaturas de envelhecimento.

Tabela 26 – Quadro resumo das condições de envelhecimento e as respectivas microestruturas identificadas.

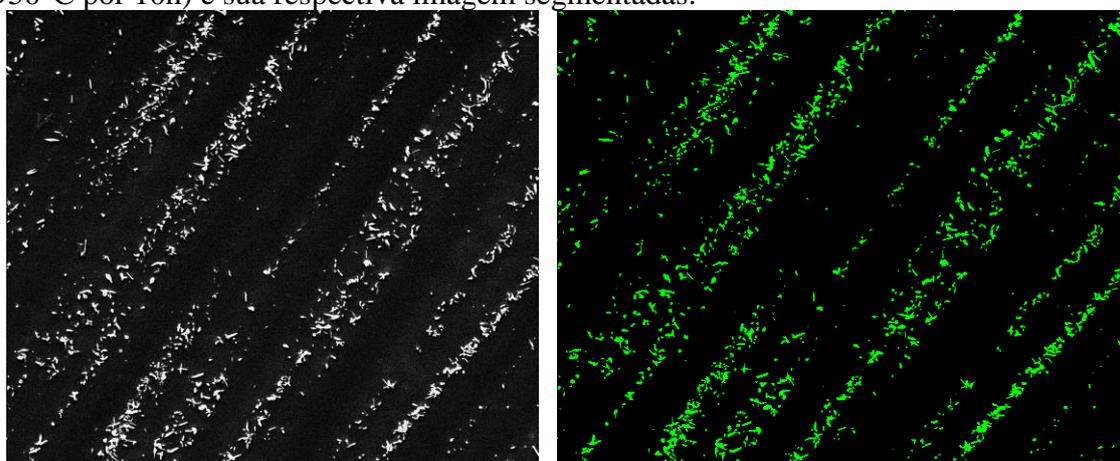
<i>Quadro Resumo da Microestrutura</i>	
Condição	Características Microestruturais
Liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 650°C.	Precipitação de morfologia disforme – rica em Mo, Nb e W. Precipitação nos contornos de grãos – carbonetos do tipo M_{23}C_6 rico em Mo. Precipitação de forma dispersa no interior do grão da fase γ'' - Ni_3Nb Precipitação de fases com morfologia cúbica rica em Nb c/ núcleo de MgO e TiN.
Liga <i>in-situ</i> A envelhecida à 950°C.	Intensa precipitação na região interdendrítica. Precipitação de morfologia agulhada -Mo, Nb e W. Precipitação em blocos maiores – ricas em Mo, Nb e W. Precipitação nos contornos de grãos em forma de partículas. Precipitação de fases com morfologia cúbica rica em Nb c/ núcleo de MgO e TiN.
Liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 650°C	Precipitação interdendrítica com morfologia de placa. Precipitação interdendrítica com morfologia disforme cercada de precipitação menores. Precipitação entre a região de CD/precipitado ID da fase γ'' - Ni_3Nb . Precipitação nos contornos de grãos em forma de filme. Precipitação nos contornos de grãos – carbonetos do tipo M_{23}C_6 rico em Cr. Precipitação de fases com morfologia cúbica rica em Nb c/ núcleo de MgO e TiN.
Liga <i>in-situ</i> B envelhecida à 950°C	Intensa precipitação interdendrítica; Precipitação de fases com morfologia cúbica rica em Nb c/ núcleo de MgO e TiN. Precipitação nos contornos de grão em forma de placas.
Liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 650°C	Precipitação nos contornos de grão em forma de partículas e de filmes. Intensa precipitação intragranular da fase γ'' (Ni_3Nb) Precipitação de P.
Liga <i>in-situ</i> C envelhecida à 950°C	Precipitação de fases interdendríticas em blocos; Precipitação nos contornos de grãos em forma de partículas.

Fonte: Elaborado pela autora.

5.2.4 Quantificação de fases precipitadas

O estudo realizado neste item teve como finalidade investigar a influência das condições de envelhecimento sobre a quantidade de fases precipitadas, por meio de análise estatística. As análises foram realizadas com a utilização do programa SRVNA de análise de imagem, uma rede neural para segmentar e quantificar imagens. Foram tiradas imagens aleatórias e considerou-se somente a diferenciação entre matriz e precipitado, conforme visto na Figura 109.

Figura 109 - Exemplo de micrografias obtidas no MEV (Liga *in-situ* B envelhecida à 950°C por 10h) e sua respectiva imagem segmentadas.



Fonte: Elaborado pela autora.

A Tabela 27 corresponde à média do percentual de fase secundárias na condição bruta de solidificação para cada uma das ligas produzidas. Pelos resultados apresentados por Barreto (2018) existiu uma diferença significativa entre as frações de fase secundárias, que na liga *in-situ* A, foi consideravelmente menor que as obtidas pelas ligas *in-situ* B e C.

Tabela 27 - Média da quantidade de fase secundária das ligas *in-situ* na condição como soldada.

Liga	Média (%)	Desvio padrão
A	0,37	0,19
B	0,81	0,34
C	0,87	0,36

Fonte: Barreto (2018).

Pessoa (2014) identificou que a média do percentual de precipitação nas soldas obtidas com mistura das ligas variou de 0,35 - 1,82. O autor destacou que dentre suas condições de investigação a disposição dos eletrodos, o nível de energia e a

defasagem entre os pulsos de corrente foram estatisticamente significativos para a formação de fases secundárias.

A utilização dos eletrodos posicionados um atrás do outro foram estatisticamente significativos para a formação de maior quantidade de fases secundárias, segundo Pessoa (2014) essa maior precipitação é resultado do maior tempo no processo de solidificação da poça de fusão, tendo em vista que quando ao deslocar a tocha o segundo arco sempre incide sobre o material já fundido, dando um maior tempo para a segregação dos elementos.

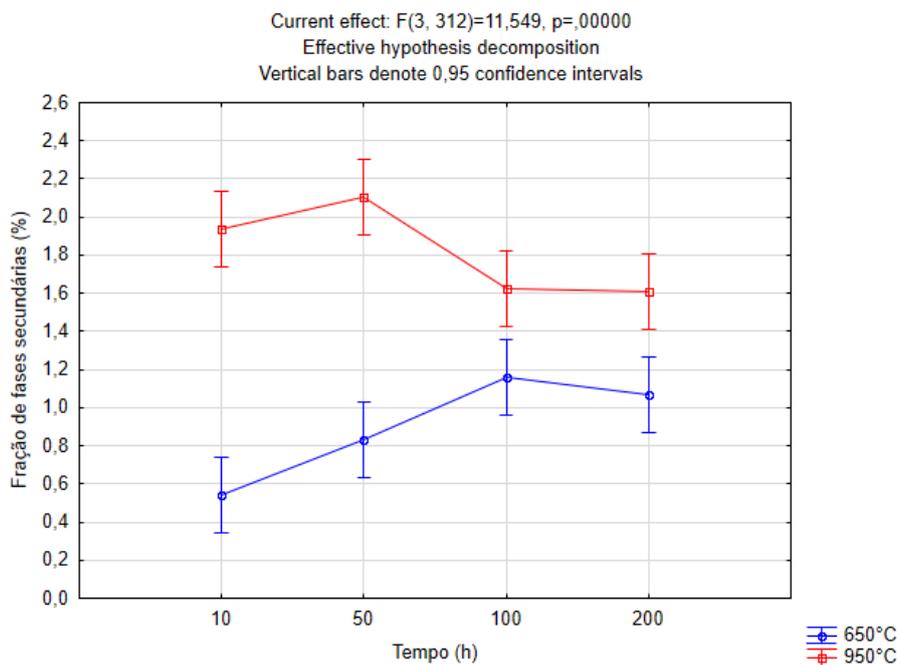
O autor destacou que a utilização do nível de energia mais baixo e da defasagem de 50% entre as correntes influenciaram para a redução da quantidade de precipitados, o primeiro ocasiona maior velocidade de resfriamento e o segundo mantendo a poça de fusão mais agitada pois as gotas metálicas atingem em diferentes tempos (PESSOA, 2014).

5.2.4.1 Quantificação de fases secundárias na liga *in-situ* A

Na análise de variância da quantidade da fração de fases secundárias da liga *in-situ* A observa-se pela Figura 110 que a temperatura e o tempo de envelhecimento foram estatisticamente significativos.

Ao se analisar o efeito da temperatura, verifica-se o aumento da fração de fases secundárias com o aumento da temperatura de envelhecimento, para todas as horas de tratamento investigadas. Quando a análise é feita individualmente para cada temperatura de tratamento, o comportamento foi distinto para cada uma delas. Ao ser envelhecida à 650°C, a liga *in-situ* A mostrou aumento da fração de fase secundária com o aumento do tempo de envelhecimento, enquanto que, ao ser submetida a temperatura de 950°C essa liga mostrou redução da fração de fases secundárias, com o aumento do tempo de envelhecimento.

Figura 110 - Análise de variância da fração de fase secundária da liga *in-situ* A envelhecida.



Fonte: Elaborada pela autora.

Em todos os tempos de tratamento, as médias da quantidade de fases secundárias precipitadas nas condições envelhecidas à 950°C foi consideravelmente maior que as envelhecidas à 650°C, como pode ser observado nos valores contidos na Tabela 28, uma vez que se utiliza maior temperatura de envelhecimento é fornecido ao átomo maior energia, aumentando assim sua difusividade.

Segundo Porter (2008) a fração de transformação de fase é função do tempo e da temperatura, destacando que a difusividade dos átomos aumenta exponencialmente com a temperatura.

Ao confrontar os valores médios de quantificação de fase das condições envelhecidas com a condição bruta de solidificação, observa-se na Tabela 27 que para a liga *in-situ* A, o envelhecimento aumentou consideravelmente a fração de fase precipitada, destacando que a menor média para a liga envelhecida, condição de 10h à 650 °C (0,54%), é aproximadamente 30% maior que a média da condição como soldada (0,37%).

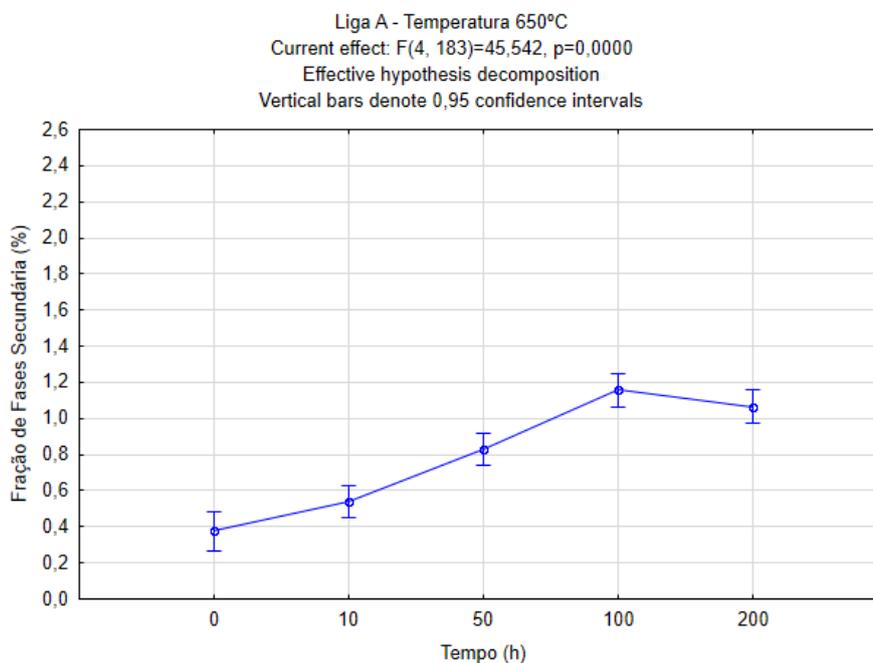
Tabela 28 - Valores das médias e dos desvios padrões da fração de fase precipitadas na Liga *in-situ* A.

Tempo	650 °C		950 °C	
	Média (%)	Desvio Padrão	Média (%)	Desvio Padrão
0	0,37	0,19		
10h	0,54	0,35	1,94	0,88
50h	0,83	0,24	2,10	0,93
100h	1,16	0,29	1,62	0,82
200h	1,07	0,34	1,60	0,75

Fonte: Elaborada pela autora

A partir da Figura 111 pode-se observar que o tempo de tratamento para a temperatura de 650°C foi estatisticamente significativo para a fração de fases secundárias precipitadas (%) com $p=0,00$. A Tabela 28 contém quantidade média de fração de fases secundárias precipitadas (%) que mostra comportamento crescente na medida em que se aumentou o tempo de tratamento no intervalo de 10h à 100h. Uma redução da média do percentual de fases secundárias precipitadas ocorreu da condição de 100h à 200h.

Figura 111 - Análise de variância da fração de fases secundárias na liga *in-situ* A envelhecida à 650°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

O aumento da fração de fases precipitadas da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C está relacionado a dois mecanismos apontados na evolução microestrutural desse tratamento térmico.

O primeiro é a precipitação nos contornos de grão, que se inicia na condição de 50h de envelhecimento e continua na formação de partículas e filmes de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ localizados nos contornos de grãos. O segundo mecanismo está relacionado à formação de cadeias de precipitados na região interdendrítica, que ocorre a partir da união ou crescimento de vários precipitados disformes, formados inicialmente na solidificação, esses comportamentos foram apresentados anteriormente na microestrutura da condição envelhecida à 200h.

Apesar de na Figura 111 a quantidade de fase precipitada apresentar uma tendência à redução da condição de 100h à 200h, com o auxílio da Tabela 28 observa-se que ao considerar as médias e os desvios padrões dessas duas condições não existe diferença estatística entre elas.

O comportamento apresentado pela liga *in-situ* A envelhecida à 650°C é semelhante ao envelhecimento da liga Inconel 625 em tempos de envelhecimentos semelhantes. Na evolução microestrutural da liga 625 Silva *et al.* (2018) observaram a precipitação de fase Laves e carbonetos MC durante a solidificação da soldagem. A partir de 50h de envelhecimento os autores observaram precipitação de filmes finos nos contornos de grãos, como MC e $M_{23}C_6$.

A partir da observação microestrutural e das análises de EDS foi possível confirmar que as amostras de soldas utilizando Inconel 625 tratadas durante 200h horas apresentavam, praticamente, precipitados cúbicos ricos em Ti/Nb, precipitados nos contornos do tipo M_6C e $M_{23}C_6$ distribuídos na matriz γ -fcc, com alta concentração de Nb na região interdendrítica devido a dissolução da fase Laves (SILVA *et al.*, 2018).

No caso da liga Inconel 625, segundo Silva *et al.* (2018) e Albuquerque *et al.* (2012) após 100h já é possível constatar a redução na dimensão da fase Laves, porém a sua completa dissolução é confirmada após 200h de envelhecimento.

Pu *et al.* (2018) identificaram em amostras da liga Hastelloy C276 solubilizadas e envelhecidas a 870 ° C a presença de carbonetos de fase μ e M_6C . A análise de difração de raios X identificou que a intensidade dos picos de M_6C diminuiu com o aumento do tempo de envelhecimento, enquanto a intensidade dos picos da fase μ aumentou com o aumento do tempo de envelhecimento.

Embora o comportamento apresentado na curva tenha sido semelhante ao apresentado em estudos realizados com a liga Inconel 625, é importante destacar que no

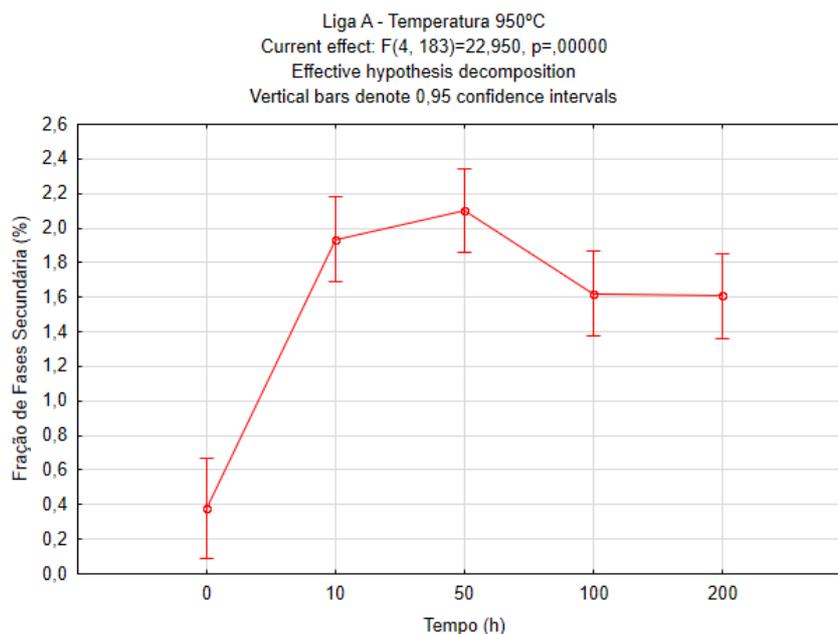
caso da liga *in-situ* A essa redução na fração de fase secundária não está relacionado a precipitação da fase Laves, como a literatura explica para a liga Inconel 625, pois não houve evidências na precipitação dessa fase na solidificação da liga *in-situ* A.

A redução na quantidade de precipitados da condição de 100 - 200h da liga *in-situ* A provavelmente está relacionada com a dissolução das fases ricas em Mo, W e Nb. Destacando que a liga *in-situ* A possui em sua composição tanto a liga Inconel 625 como a Hastelloy C-276.

O estudo da quantificação de fase secundária da liga *in-situ* A também foi realizado e comparado com a condição como soldada e envelhecida à 650°C. A média da fração de fases secundárias precipitada na liga *in-situ* A envelhecida a temperatura de 950°C foi consideravelmente maior que a envelhecida na temperatura de 650°C, como pode ser visto na Tabela 28.

Na condição bruta de solidificação observou-se o acúmulo de elementos como Mo, Nb, e W na região interdendrítica que ao ser submetida à 950 °C recebe a energia de ativação suficiente para nuclear novas fases e crescer as previamente existentes nessa região. Ao ser envelhecida à 950°C a liga *in-situ* A, forma nos primeiros tempos de envelhecimento, 10h e 50h, as maiores quantidades de precipitados nas condições estudadas nessa liga conforme apresentado no gráfico da Figura 112

Figura 112 - Análise de variância da fração de fases secundárias na liga *in-situ* A envelhecida à 950°C.



Fonte: Elaborado pela autora

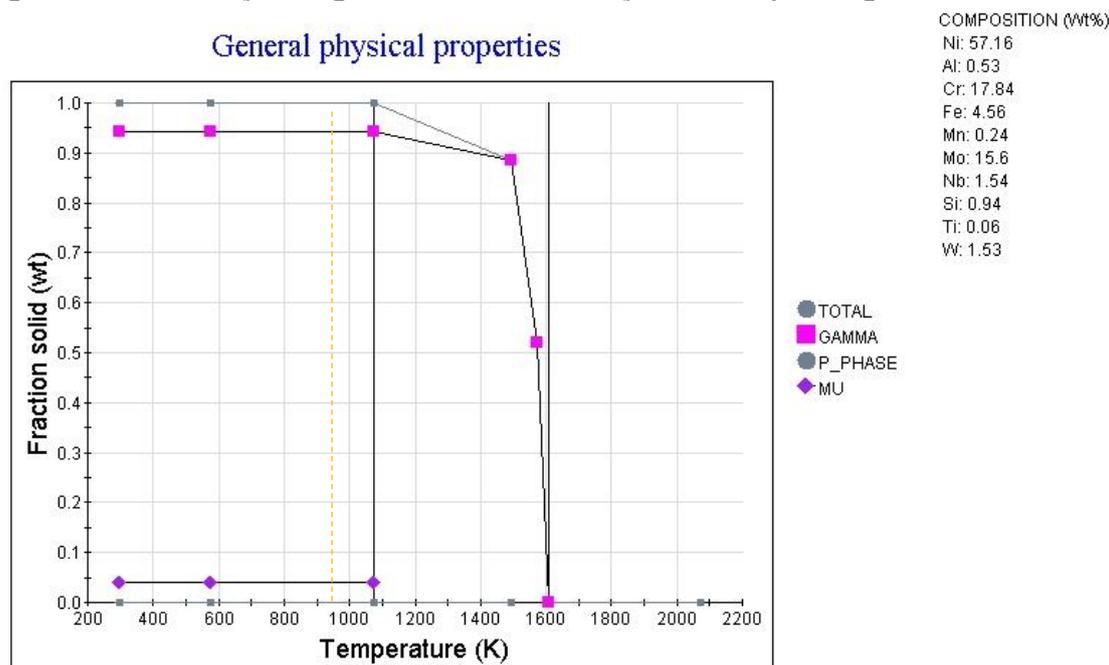
A simulação realizada para a fração de fase precipitada da liga *in-situ* A em função do tempo encontra-se na Figura 113. Observa-se que os primeiros sólidos a se formar à 1600 °C são matriz γ e a fase P, destacando que como a solidificação da soldagem ocorre fora do equilíbrio, tem se a chance de não haver formação da fase μ em grande volume no processo de resfriamento.

Em 950°C, a partir do segmento marcado no gráfico da Figura 113, percebe-se que na microestrutura a ser formada, em condições de equilíbrio, a fase P é formada em níveis de temperaturas menores e quase não tem representatividade na temperatura de 950°C, logo a fração de fase secundária apresentada no gráfico tende a ser composta apenas pela fase μ .

Porém, como discutido anteriormente na simulação do gráfico de Scheil para essa liga *in-situ* A na Figura 48 a) a fase a ser formada na solidificação muito provavelmente consiste na fase P.

Quando esse metal de solda com fase P presente em sua microestrutura é submetido à temperatura de 950°C, nas primeiras horas os átomos da região interdendrítica, enriquecida por elementos formadores das fases P e μ , difundem para se o precipitado. Porém como visto Figura 113 à essa temperatura a fase P não é estável, assim, inicia-se o processo de decomposição dessa fase e simultaneamente a nucleação e crescimento da fase μ .

Observou-se na análise microestrutural das fases precipitadas na Liga *in-situ* A envelhecida à 950°C uma precipitação complexa, composto por vários grãos que correspondem a mesma fase. Ao analisar a condição de 200h observou-se partículas significativamente menores, porém com a mesma composição da fase maior.

Figura 113 - Simulação do gráfico de Transformação de fase para Liga *in-situ* A

Fonte: Elaborado pela autora.

Pelo comportamento da Figura 112 conclui-se que durante os tempos de 10 e 50h de envelhecimento aqueles precipitados complexos foram se formando e, a partir de 100h de envelhecimento, ocorreu o início da dissolução desses precipitados.

A composição majoritária desses precipitados era formada por Mo. Nas condições de 100h e 200h identificou-se pela análise de EDS como visto na Tabela 18, um aumento tanto na região de centro de dendrita como na região interdendrítica do Mo, indicando que esse elemento veio do precipitado e difundiu em direção a matriz.

5.2.4.2 Quantificação de fases secundárias na liga *in-situ* B

O comportamento da precipitação de fase na liga *in-situ* B como pode ser visto na Figura 114, na qual não foi observada diferença significativa entre a quantidades de fase precipitada nas temperaturas de 650°C e 950°C.

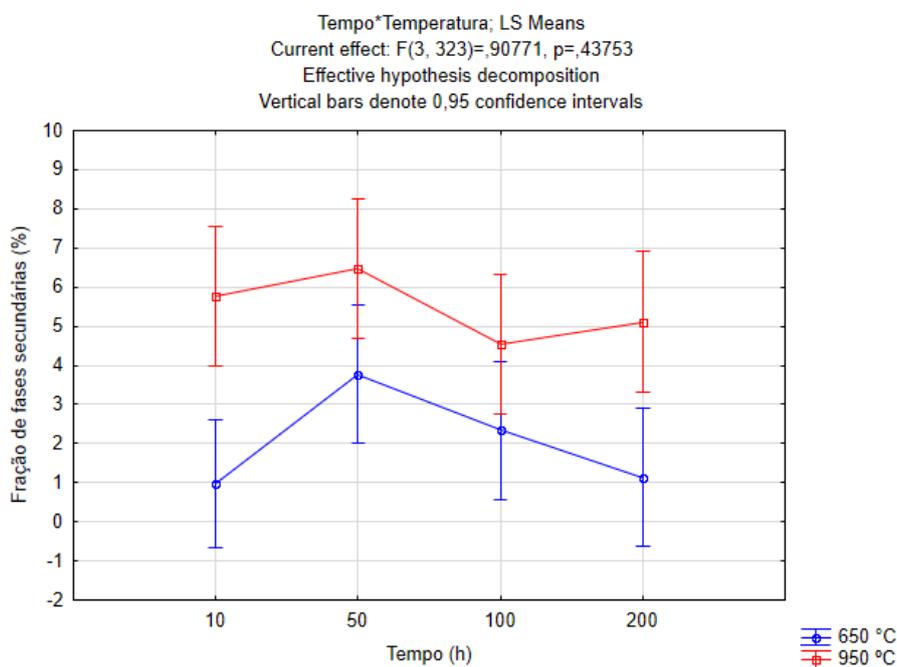
A liga *in-situ* B possui uma maior quantidade de Mo em sua composição que as ligas *in-situ* A e C, logo, subentende-se que sua região interdendrítica formada na solidificação da soldagem é mais enriquecida desse elemento que, é o principal formador de fase secundárias das ligas estudadas.

Durante o envelhecimento de 10h para 50h, como visto na Tabela 21 e na Tabela 22, a concentração de Mo na região interdendrítica aumenta, de forma que esse elemento se difunde na direção dos precipitados formados durante a solidificação da soldagem.

Silva *et al.* (2011) ao observar a interface matriz/precipitado resultante da soldagem de revestimento com liga Inconel 686 da família Ni-Cr-Mo-W destaca a existência de um fenômeno de migração dos elementos molibdênio e tungstênio ao longo dessa interface, e que são importantes formadores de fases secundárias do tipo TCP. Tais elementos difundem da matriz γ (na vizinhança das partículas precipitadas) para o interior dos precipitados ricos em molibdênio e tungstênio.

Cieslak *et al.* (1986) destacam que durante o resfriamento do metal de solda da liga Hastelloy C276 a partir da fase P, topologicamente compacta formada na solidificação, cresceu a fase μ , cuja composição química é bastante semelhante àquela qual lhe originou enriquecida de Mo, Cr e W.

Figura 114 - Análise de variância da fração de fase secundária da liga *in-situ* B envelhecida.



Fonte: Elaborado pela autora

As médias de fração de fases secundárias vistas na Tabela 29 são, em geral, consideravelmente maior que o valor apresentado pela liga *in situ* B na condição como soldada que foi de $0,81\% \pm 0,34$ (Tabela 27).

Para a condição de 10h de envelhecimento a quantidade de átomos que atingiram a energia de ativação de migração foi consideravelmente maior para a temperatura de 950°C do que para a de 650°C, gerando em determinadas regiões concentrações suficientes para precipitação de fases secundárias.

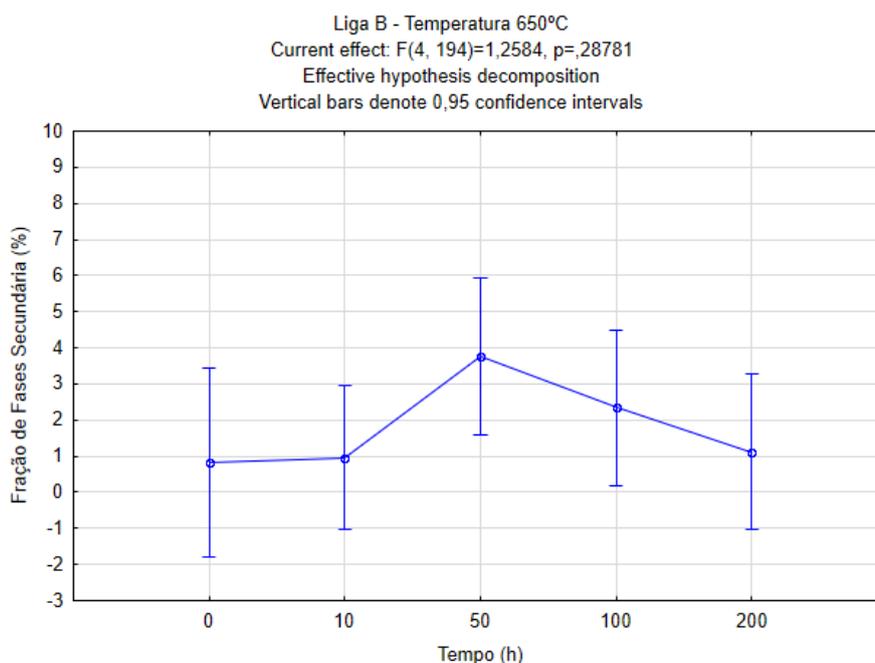
Tabela 29 - Valores das médias e dos desvios padrões da fração de fase precipitadas na Liga *in-situ* B envelhecida.

Tempo	650°C		950°C	
	Média (%)	Desvio Padrão	Média (%)	Desvio Padrão
0	0,81	0,34		
10h	0,97	0,32	5,78	2,50
50h	3,76	15,4	6,46	2,83
100h	2,33	0,97	4,53	3,36
200h	1,13	0,77	5,11	1,61

Fonte: Elaborada pela autora

O tempo de envelhecimento não foi estatisticamente significativo para as condições envelhecidas da liga *in-situ* B à 650°C como pode ser visto na Figura 115, as médias de fração de fase precipitadas verificadas na Tabela 29 foram bem semelhantes.

Figura 115 - Análise de variância da fração de fase secundária da liga *in-situ* B envelhecida à 650°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

No envelhecimento da liga *in-situ* B à temperatura de 950°C a quantidade de fases precipitadas durante 10h e 50h foram bem semelhantes entre si, assim como, as quantidades apresentadas nas condições de 100h e 200h.

A análise de variância dos dados mostrou que existe uma diferença significativa entre os grupos de tempo inicial (10 e 50h) e mais longo (100h e 200h). Na Figura 116 é claro visualizar a diferença entre a média de fases secundárias precipitadas no tempo 50h e de 100h. A média da fração de fases secundárias precipitadas aumenta de 10h à 50h.

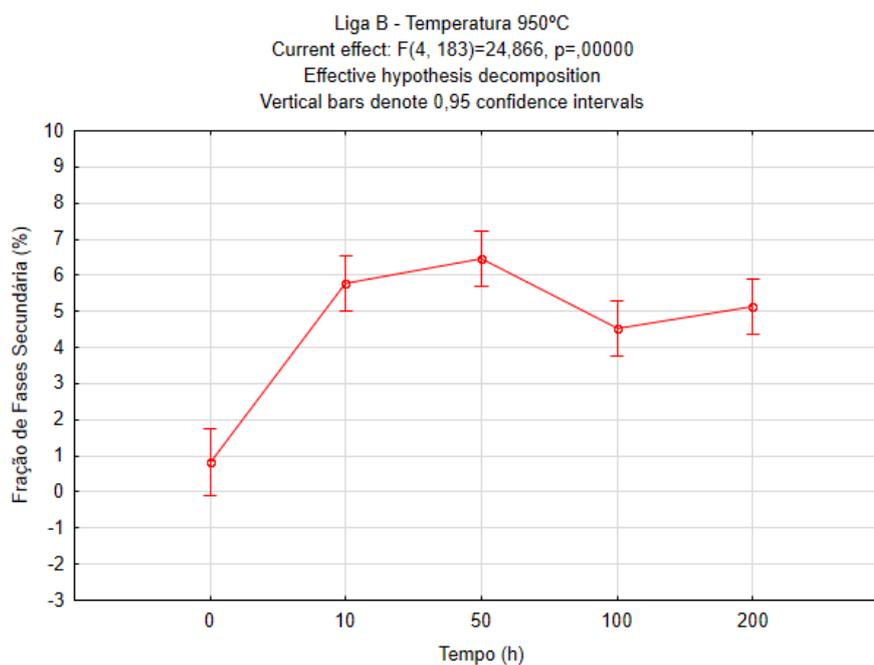
Esse resultado é semelhante com o apresentado por Pu *et al.* (2018) que ao envelhecer à 870°C por 1,3,6,12,24 e 36 horas amostras da liga Hastelloy C-276 que haviam sido previamente solubilizadas, o autor destacou que para os maiores tempos de envelhecimento os precipitados espalharam-se por todo o grão.

Ao analisar sinais de raio-X das amostras envelhecidas, o autor, destacou que os picos referentes aos padrões da fase μ se intensificaram em amostras que foram submetidas a maiores tempos de envelhecimento, indicando um significativo aumento da fração em massa dessa fase para a condição de 24h e 36h de exposição à elevada temperatura.

A redução na média de fração de fases secundárias precipitadas na condição de 100h e 200h é decorrente de uma possível dissolução das fases formadas durante 10h e 50h. Esse comportamento pode está relacionado o aumento do percentual de elementos como Mo, Nb e W no centro de dendrita da fase liga *in-situ* B envelhecida à 950°C durante 200h, como foi observado na Tabela 22.

Na microestrutura observada na liga *in-situ* B observou-se fases de menores escalas a frente das fases maiores, como na Figura 92 b) e c), possivelmente essas fases são formadas pela difusão de elementos localizados na interface γ /precipitado. Observou-se a redução de Mo na região interdendrítica que, se subentende, ter difundido para a formação dessas fases minoritárias, porém como elas estão sobrepostas, sugerindo fases ou no interior ou na superfície de uma fase maior, não são contabilizadas duplamente durante a quantificação.

Figura 116 - Análise de variância da fração de fase secundária da liga *in-situ* B envelhecida à 950°C.

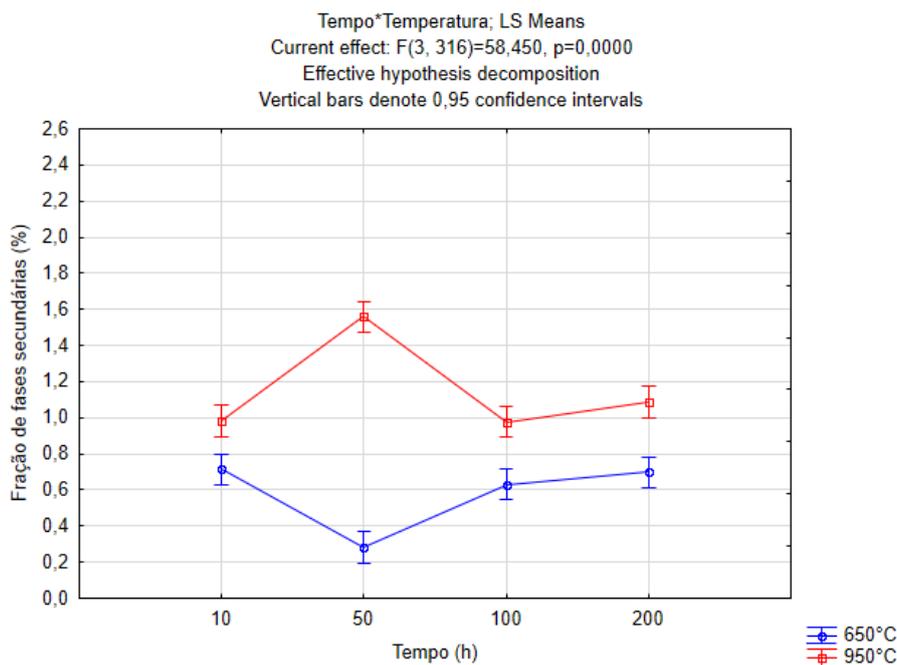


Fonte: Elaborado pela autora.

5.2.4.3 Quantificação de fases secundárias na liga *in-situ* C

A temperatura de envelhecimento mostrou-se estatisticamente significativa pela análise de variância da quantidade de fase precipitadas na liga *in-situ* C vista na Figura 117. Em todas as condições de envelhecimento as médias das quantidades de fases precipitadas no tratamento à 950°C foram maiores que as apresentadas à 650°C, como mostra a Tabela 30.

Figura 117 - Análise de variância da fração de fase secundária da liga *in-situ* C envelhecida.



Fonte: Elaborada pela autora.

Ao comparar o valores da Tabela 27 e da Tabela 30, observa-se que a média da fração de fase precipitada na liga *in-situ* C na condição como soldada ($0,87 \pm 0,36$) foi maior que a apresentada para as condições envelhecidas à 650°C e bem próxima das médias obtidas nas condições envelhecidas à 950°C, com exceção da envelhecida durante 50h.

Tabela 30 - Valores das médias e dos desvios padrões da fração de fase precipitadas na Liga *in situ* C envelhecida.

Tempo	650 °C		950 °C	
	Média (%)	Desvio Padrão	Média (%)	Desvio Padrão
0	0,87	0,36		
10h	0,71	0,25	0,98	0,27
50h	0,28	0,12	1,56	0,39
100h	0,63	0,26	1,0	0,22
200h	0,7	0,27	1,1	0,36

Fonte: Elaborado pela autora.

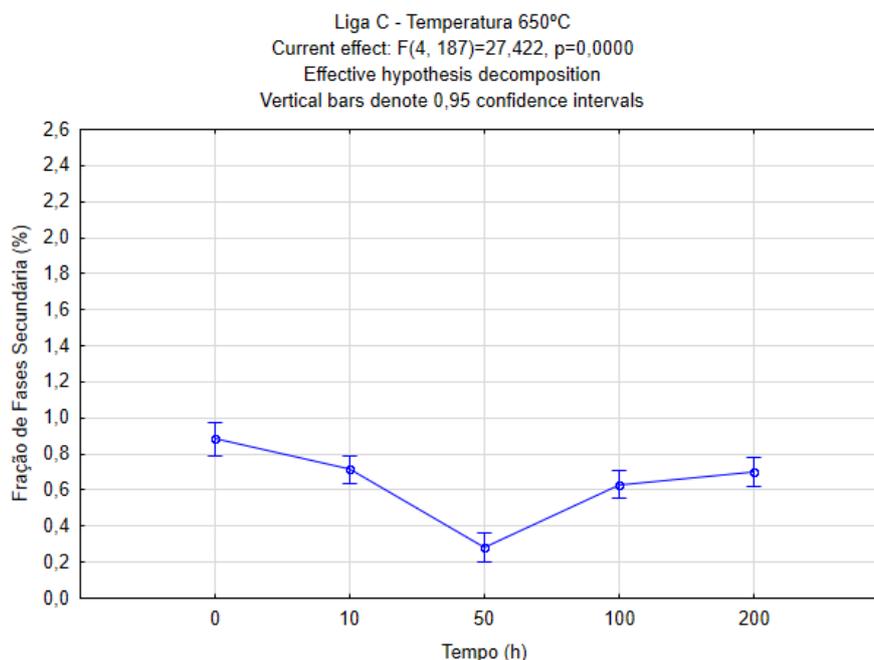
No envelhecimento da liga *in-situ* C à 650°C o tempo foi estatisticamente significativa para a quantidade de fases secundárias precipitadas após os tratamentos como visto na Figura 118. Na condição de 50h observou uma redução da fração de fases secundárias, as outras condições de tratamento 10h, 100h e 200h resultaram em médias de quantidade de fases precipitadas bem próximas contidas na Tabela 30.

Na condição de 50h, observou na Tabela 23 um aumento na região interdendrítica dos elementos Mo, W e Nb em relação a condição de 10h. Logo, precipitados interdendríticos formados por esses elementos foram dissolvidos e os átomos de Mo, W e Nb se acomodaram na região interdendrítica.

O aumento da quantidade de fases precipitadas da condição 100h e 200h deve estar relacionado à formação de filmes de precipitados nos contornos de grãos. Destacando que em 10h e em 50h também, observou-se uma precipitação discreta nessa região, porém nas micrografias de 100h e 200h ela se apresenta em quantidade mais significativa, como pode ser visto na Figura 94.

Outro fator a ser destacado, é que embora as fases γ'' precipitadas no interior do grão da liga *in-situ* C envelhecida à 200h apareceram de forma intensa, como visto na Figura 95 a) e na Figura 96 pelo seu tamanho nanométrico essas partículas não foram contabilizadas na fração de fase secundárias precipitadas.

Figura 118 - Análise de variância da fração de fase secundária da liga *in-situ* C envelhecida à 650°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

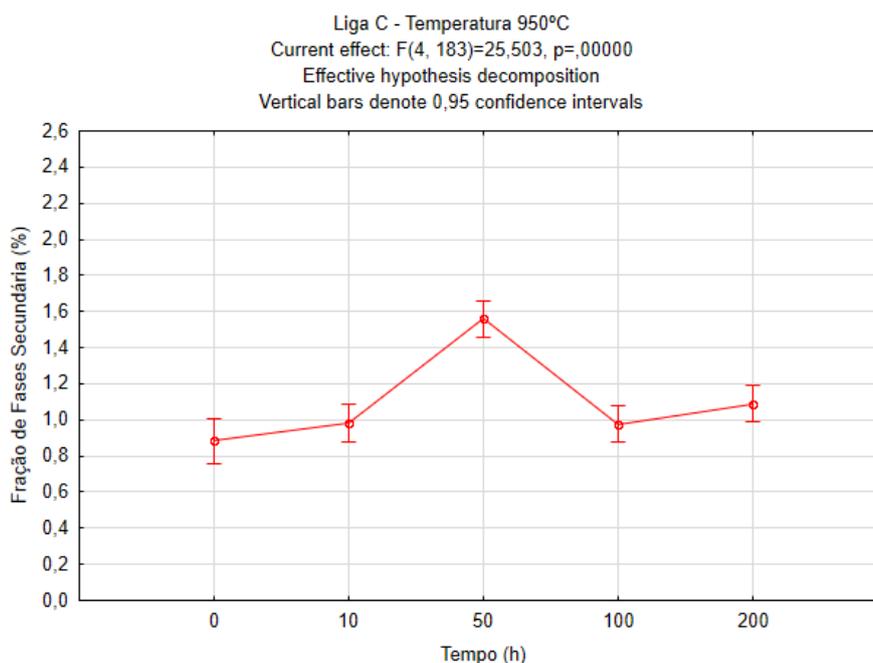
A análise de variância vista na Figura 119 mostrou que o tempo de envelhecimento foi estatisticamente significativo para a liga C à 950°C. Assim como na temperatura de 650°C o tempo de 50h de tratamento é o que resulta em médias estatisticamente diferente das outras condições como visto na Tabela 30.

Nesse caso, ocorreu um aumento da média de precipitados que está relacionado com o aumento do volume de fases na região interdendrítica.

Nas condições de 100h e 200h pelas micrografias Figura 100 percebe-se que os precipitados que mais se apresentam são os cúbicos dispersos na matriz, enquanto que os precipitados interdendríticos pouco se apresentam. Logo o aumento do tempo de envelhecimento para 100h e 200h promoveu dissolução nos precipitados interdendríticos.

A análise da Tabela 30 mostra que para a condição de 200h de envelhecimento à 950°C a composição dos elementos entre a região de centro de dendrita e interdendrítica foram muito semelhantes, evidenciando que nesse período a difusão dos elementos ocorreu de forma a reduzir o gradiente de composição química entre essas regiões.

Figura 119 - Análise de variância da fração de fase secundária da liga *in-situ* C envelhecida à 950°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

A partir das análises realizadas para cada uma das ligas *in-situ* A, B e C, foi possível expor algumas considerações à respeito da comparação de quantificação de fases secundárias precipitadas entre as ligas.

Nas ligas *in-situ* A e C houve diferença significativa entre as quantidades de fases precipitadas nas condições envelhecidas à 950°C a média da quantificação de fases secundárias foi maior que à 650°C. Enquanto que a liga *in-situ* B apresentou maior

quantidade de fases precipitadas sem diferença significativa entre as temperaturas de 650°C e 950°C.

A liga *in-situ* B possui maior quantidade de Mo,W e Fe em sua composição nominal que as ligas *in-situ* A e C. Acredita-se que o volume superior de precipitação de fases secundárias que ocorreu na liga *in-situ* B está relacionada ao fato do ferro está em solução na matriz γ enquanto que o Mo e W são segregados para região interdendrítica desta liga.

Silva (2010) mostrou que a liga Inconel 625, que apresenta menor teor de Mo dentre as ligas Inconel 625, Hastelloy C-276 Inconel e 686 e possui como principal elemento formador de fase secundárias o Nb, foi o fator que apresentou maior impacto sobre a redução da precipitação.

Já as ligas Hastelloy C-276 e Inconel 686 que apresentam altos teores de Mo e adição de W em substituição ao Nb, foram as que apresentaram pior comportamento, sendo a liga 686 a mais deletéria sobre este aspecto. Este comportamento observado para a liga 686 pode ser atribuído ao seu maior teor de elementos de liga (SILVA, 2010).

Pessoa (2014) comparou diretamente as quantidades de Mo e W, obtidas mediante composição química dos revestimentos, com a formação de fases precipitadas e observou a tendência do aumento na fração de fases secundárias precipitadas com o aumento da quantidade de Mo e W no revestimento.

A baixa solubilidade do Mo e W no níquel dificulta, durante os tratamentos de envelhecimentos, a difusão do Mo e W para a matriz, logo esses elementos tendem a permanecer na região interdendrítica, promovendo a composição química necessária para a precipitação de fases secundárias.

Na maioria dos tratamentos o envelhecimento para tempos na ordem de 50h apresentou uma diferença significativa com relação as demais condições, com exceção da liga *in-situ* A e C envelhecida a 650°C, em todas as demais análises após o tempo de 50h observou-se maior quantidade de fases precipitadas.

5.3 Avaliação das Propriedades Mecânicas

Em sequência ao estudo da evolução microestrutural resultante das ligas *in-situ* em cada uma das temperaturas de envelhecimento, iniciou-se a avaliação das

propriedades mecânicas quanto ao comportamento apresentado nos ensaios de microdureza e de impacto charpy nos metais de solda das ligas *in-situ* A, B e C.

5.3.1 Análise de Microdureza

A partir da análise das médias das microdurezas observou-se na Tabela 31 que as médias dos valores de microdureza obtidos nos metais de solda das ligas *in-situ* A, B e C na condição como soldada não apresentaram diferenças significativas entre eles.

Tabela 31 - Valores das médias e dos desvios padrões das medidas de microdureza das Ligas *in-situ* A, B e C na condição como soldada.

Liga	Média (%)	Desvio padrão
A	268,8	12,8
B	265,7	16,7
C	269,9	10,0

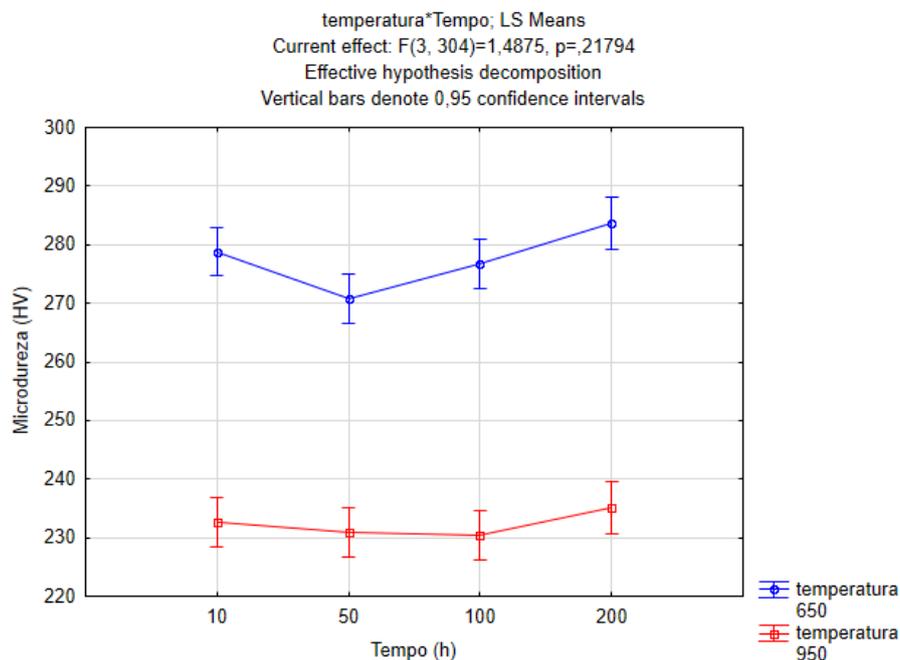
Fonte: Barreto (2018).

Esses valores são próximos aos obtidos na literatura para metal de solda formado com a mistura das ligas Inconel 625 e Hastelloy C 276, cujos valores de dureza obtidos por Pessoa (2014) variaram entre 200 – 260 HV.

5.3.1.1 Ensaio de microdureza para liga *in-situ* A

A análise de variância realizada nas condições de envelhecimento para a liga *in-situ* A não se mostraram estatisticamente significativa ao considerar as duas variáveis, tempo e temperatura, com o $p=0,217$ sendo maior que 0,05.

Figura 120 - Análise de variância das medidas de microdureza da liga *in-situ* A envelhecida à 650° e à 950°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

Porém ao observar a Figura 120 e os valores da Tabela 32 é clara a significativa diferença entre as medidas de microdureza das amostras envelhecidas nas distintas temperaturas.

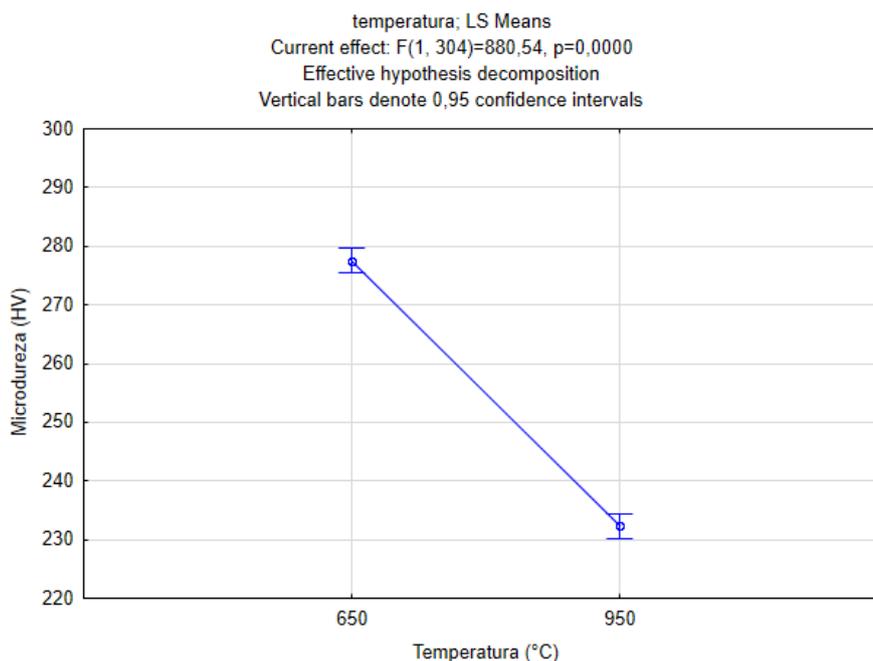
Tabela 32 - Valores das médias e dos desvios padrões das medidas de microdureza da liga *in-situ* A envelhecida.

Tempo	650 °C		950 °C	
	Média (%)	Desvio Padrão	Média (%)	Desvio Padrão
0	268,8	12,8		
10h	278,8	10,9	232,7	12,8
50h	270,8	11,8	231,0	9,3
100h	276,8	17,2	230,5	10,1
200h	283,6	19,4	235,1	13,6

Fonte: Elaborado pela autora.

A partir do gráfico obtido na Figura 121 confirma-se a diferença estatisticamente significativa entre as médias dos valores de microdureza das amostras envelhecidas à 650°C e à 950°C com $p=0,00$.

Figura 121 - Influência da temperatura nas medidas de microdureza da liga *in-situ* A envelhecida.



Fonte: Elaborado pela autora.

As condições envelhecidas à 650°C apresentaram valores médios de microdureza maiores que os valores apresentados pelas condições envelhecidas à 950°C como visto na Tabela 33 .

Tabela 33 - Médias das microdurezas das temperaturas de envelhecimento da liga *in situ* A.

650°C		950°C	
Média (%)	Desvio Padrão	Média (%)	Desvio Padrão
277,3	15,6	232,2	11,5

Fonte: Elaborado pela autora.

O comportamento das médias de microdureza apresentados pela liga *in-situ* A foi contrário ao apresentado pela quantidade de fase secundária precipitada nessa liga, já que a média de fases secundárias precipitadas à 950°C foi significativamente maior que a média apresentada nas amostras envelhecidas à 650°C.

Nesse caso, é importante destacar que na análise microestrutural da condição envelhecida à 650°C foi identificada a formação da γ'' , como visto na Figura 64 e na Figura 70, que por ser uma fase nanométrica, não foi contabilizada na quantificação de fases secundárias precipitadas.

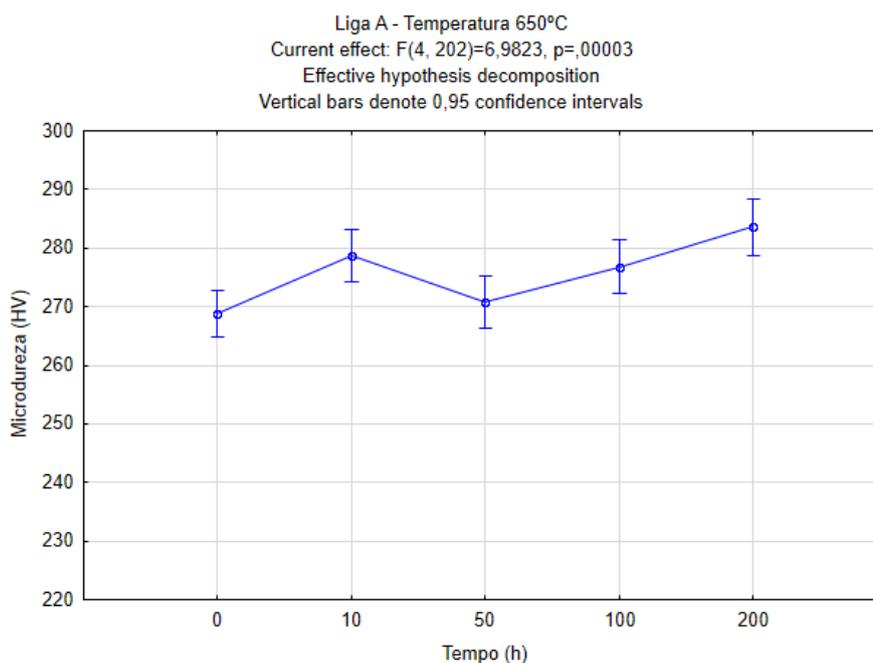
A redução nas medidas de microdureza para as condições envelhecidas à 950°C deve estar relacionada a dissolução da fase γ'' . Ao utilizar o diagrama de tempo, temperatura e transformação levantado para a liga Inconel 625 visto na Figura 66, observa-se que para a liga Inconel 625, o campo de temperatura 950°C é uma região livre dessa microestrutura.

O tempo de envelhecimento foi estatisticamente significativo para as médias de microdureza da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C, como se observa na Figura 122, com $p > 0,05$ ($p = 0,003$).

Na primeira condição de envelhecimento 10h, observa-se uma média de microdureza (278,8 HV) acima da condição como soldada (268 HV) dessa liga vista respectivamente na Tabela 32 e Tabela 31.

O aumento da microdureza está relacionado com o início da precipitação da fase γ'' . Após o tratamento de 50h observa-se uma redução da média de microdureza (270,8 HV), provavelmente está relacionado a difusão dos elementos, como Mo, Nb e W em direção a região interdendrítica deixando a solução sólida deficiente de elementos endurecedores. A condição envelhecida à 200h apresentou a maior média de microdureza (283,6 HV) em decorrência da intensa precipitação da fase γ'' .

Figura 122 - Análise de variância das medidas de microdureza da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

Ao envelhecer a liga Inconel 625 à temperatura de 650°C Suave *et al.* (2014) a) observaram a precipitação intragranular de partículas de γ'' (Ni_3Nb). Os autores destacaram que, a partir de 5h de envelhecimento, foi possível relacionar o aumento da microdureza da liga Inconel 625 com o aumento do volume de precipitação da fase γ'' . Os autores encontraram valores de dureza superiores à 440HV ao envelhecer a liga Inconel 625 a partir de 100h de envelhecimento.

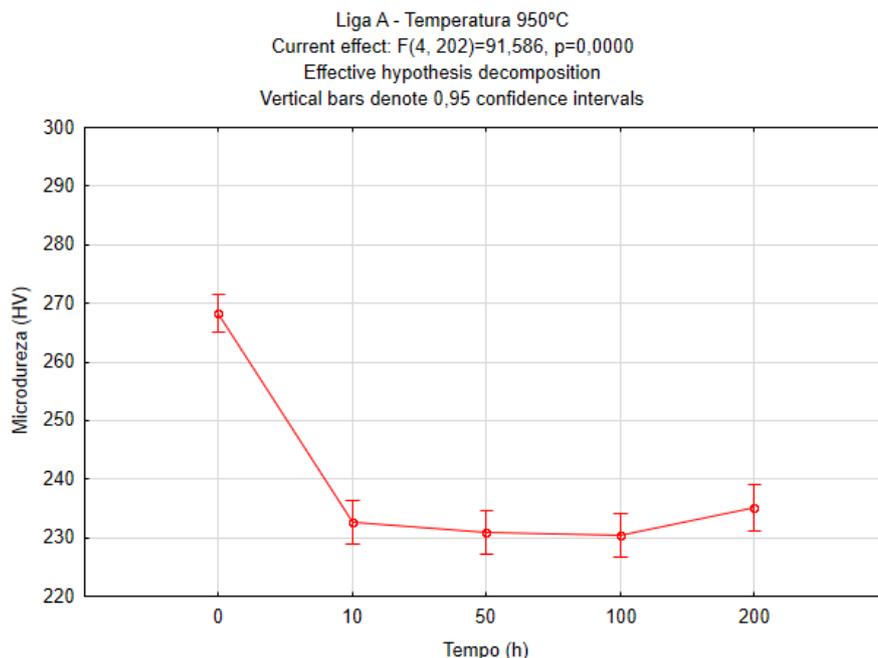
Silva *et al.* (2018) ao envelhecer soldas realizadas com a liga Inconel 625 à 650°C observou aumento das médias dos valores de dureza nos períodos de 100h e 200h de exposição, que foram respectivamente 437HV e 443HV.

Os valores de microdureza apontado pela literatura para o envelhecimento da liga Inconel 625 foram consideravelmente maiores que os obtidos para a liga *in-situ* A. A redução da microdureza da liga *in-situ* A com relação a liga Inconel 625 está relacionado a participação da liga Hastelloy C-276, que reduz o teor de Nb, principal formador da fase endurecedora γ'' , na composição global da liga *in-situ* A. A fase γ'' foi identificada por microscopia eletrônica de transmissão na liga *in-situ* A, que possivelmente foi formada menor quantidade que o volume de precipitação dessa fase na liga Inconel 625 pura.

Ao envelhecer a liga Hastelloy C 276 à temperatura de 650°C a partir de 10h até 240h Akhter *et al.* (2001) verificaram que os valores de dureza obtidos foram semelhantes nas amostras solubilizada. Concluindo que nessas condições não ocorre precipitação de fases endurecedoras na liga Hastelloy C276.

A Figura 123 mostra a evolução da dureza com o tempo de envelhecimento da liga *in-situ* A envelhecida à 950 °C, no qual é possível observar que houve diferença significativa entre as condições envelhecidas e a liga *in-situ* A na condição como soldada. Porém entre as condições envelhecidas não houve diferença significativa entre elas.

Figura 123 - Análise de variância das medidas de microdureza da liga *in-situ* A envelhecida à 950°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

A Tabela 33 mostra que a média das medidas de microdureza apresentadas pelas condições envelhecidas na temperatura de 950°C foi aproximada 232 HV.

Para as condições envelhecidas à temperatura de 950°C também não foram observadas diferenças estatisticamente significativas na quantidade de fase secundárias precipitadas na liga *in-situ* A, embora tenha se apresentado em maior quantidade que ao ser envelhecida à 650°C. Assim, Possivelmente não exista efeito de endurecimento causado pelos diferentes tipos de precipitados formados na liga *in-situ* A no intervalo de tempo estudado de 10 à 200h.

Na análise das microestruturas formadas houve considerável participação do Nb nas fases formadas, esse elemento não apresentou tendência de retornar a matriz durante o envelhecimento. O baixo teor desses elementos dispersos na matriz reduz a possibilidade de precipitação da fase da fase δ Ni_3Nb na liga *in-situ* A, o que poderia resultar em aumento de dureza.

Dois fatores influenciaram a redução da microdureza nessas condições de envelhecimento. O primeiro foi a dissolução da fase γ'' devido a elevada temperatura e o segundo foi a ausência da precipitação da fase δ , que nas soldas é consequência

principalmente na dissolução da fase Laves que não foi evidenciada na microestrutura bruta de solidificação da liga *in-situ* A.

Hong *et al.* (1887) explica que a fase δ que pode ser formada a partir da fase γ'' , e é termodinamicamente mais estável em longos períodos de tratamento térmico, possui estrutura cristalina ortorrômbica e é incoerente com a matriz γ .

Suave *et al.* (2014) ao levantar a curva de tempo, temperatura e transformação para a liga Inconel 625 identificou que a precipitação da fase γ'' ocorre entre 550°C e 750°C, enquanto que a fase δ na faixa de 650°C – 900°C. Os autores ainda evidenciaram que ao envelhecer soldas de Inconel 625 à 950°C os valores das médias de dureza, que em 100h foi maior que 450 HV, aumentaram de forma estatisticamente significativa quando comparado com os valores das condições envelhecidas à 650°C.

Silva *et al.* (2018) mostraram que na temperatura de 950°C houve a formação da fase δ (Ni_3Nb), que consiste numa fase agulhada que possui a mesma estequiometria da fase γ'' , que se formou devido a precipitação fase Laves rica em Nb formada na solidificação, tornando a região enriquecida de Nb e uma região com composição suficiente para a formação dessa fase.

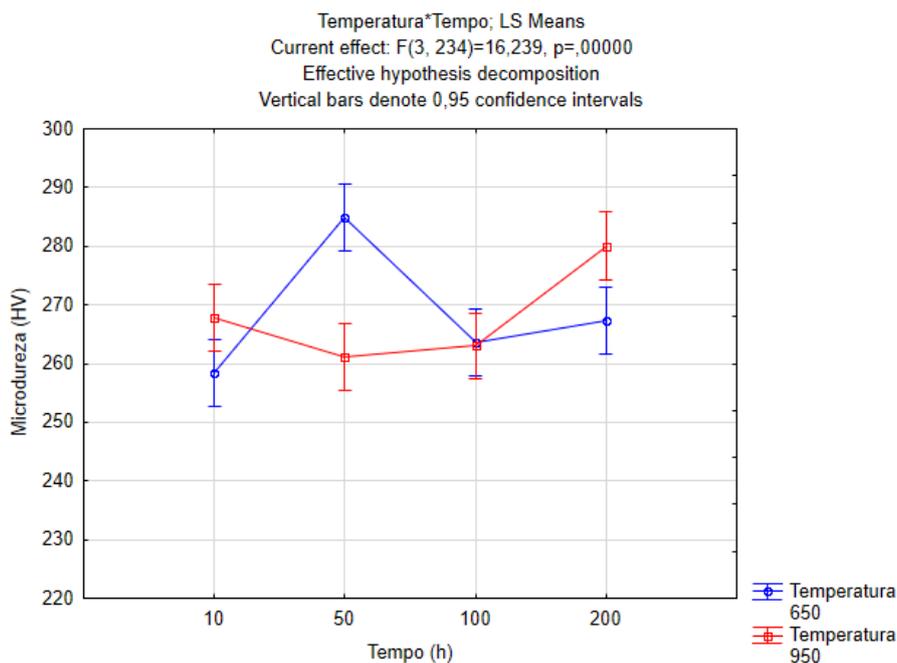
5.3.1.2 Ensaio de microdureza para liga *in-situ* B

No estudo da microdureza apresentada na liga *in-situ* B envelhecida observou-se que a temperatura e o tempo de envelhecimento foram estatisticamente significativos. Na Figura 124 observa-se o fator $p < 0$ ($p = 0,00$) e que as condições em que ocorrem distinções entre as médias de microdureza para as temperaturas são as de 50h e 200h de envelhecimento.

Na condição de 50h não foi verificada diferença entre as médias de quantidade de fases secundárias precipitadas entre a liga *in-situ* B envelhecida à 650°C e 950°C, logo não existe diferença entre os tipos de microestruturas resultantes nas respectivas temperaturas.

Para a condição de 200h de tratamento também é possível observar diferença significativa, na qual a média de microdureza apresentada pela liga envelhecida à 950°C é maior que a de 650°C.

Figura 124 - Análise de variância das medidas de microdureza da liga *in-situ* B envelhecida à 650° e à 950°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

Ao comparar os valores de médias de microdureza obtidas da liga *in-situ* B na condição como soldada (265,74 HV) como os valores apresentados na Tabela 34 observa-se no geral valores próximos, com exceção da condição envelhecida à 50h na temperatura de 650°C e na condição envelhecida a 200h na temperatura de 950°C.

Tabela 34 - Valores das médias e dos desvios padrões dos valores de microdureza na liga *in-situ* B envelhecida.

Tempo	650°C		950°C	
	Média (%)	Desvio Padrão	Média (%)	Desvio Padrão
0	265,7	16,7		
10h	258,3	11,2	267,7	11,3
50h	284,9	24,5	261,1	13,1
100h	263,6	10,0	263,0	18,8
200h	267,4	20,3	280,1	10,6

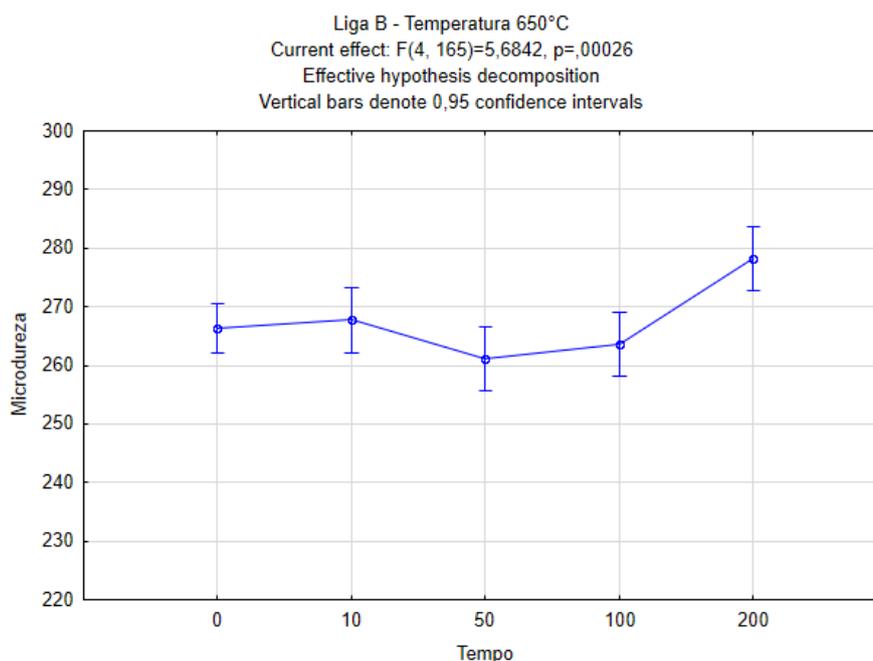
Fonte: Elaborada pela autora.

O tempo foi estatisticamente significativo para as médias de valores de microdurezas obtidos para a liga *in-situ* B na temperatura de 650°C, como pode ser observado na Figura 125 que apresentou $p=0,00$.

Uma morfologia apresentada na liga *in-situ* B foi a precipitação de fases dispersas em torno dos precipitados maiores, como vista na Figura 83. Além disso, destacou-se que na avaliação da microestrutura das fases precipitadas na liga *in-situ* B

fases com grandes dimensões. Essas características de precipitação da liga *in-situ* B aumentando a possibilidade das impressões de microdureza ocorrerem sobre ou no entorno dessas microestruturas, o que pode ter gerado o aumento da dureza com 50h de envelhecimento.

Figura 125 - Análise de variância das medidas de microdureza da liga *in-situ* B envelhecida à 650°C.



Fonte: Elaborada pela autora.

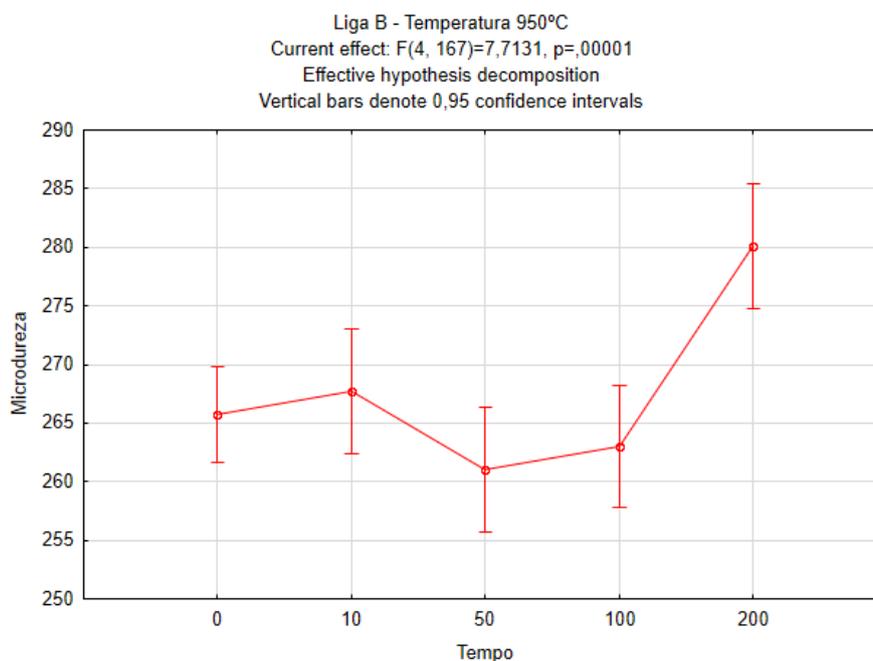
Akhter *et al.* (2001) ao envelhecer a liga Hastelloy C-276 observou a precipitação de fases frágeis ricas em Mo e W.

Apesar da liga *in-situ* B ter mostrado a precipitação da fase γ'' ao ser envelhecida a 200h na temperatura de 650°C, qualitativamente observou-se que a quantidade da fase γ'' precipitada foi em menor quantidade que na liga *in-situ* A e C por ter em sua composição global o teor de Nb menor que as demais ligas *in-situ* estudadas. Logo entende-se que esse fator deva ter influenciado para que a microdureza da liga *in-situ* B, em geral, não apresentasse aumentos tão significativos nos valores de microdureza.

A análise do efeito do envelhecimento da liga *in-situ* B à temperatura 950°C foi realizado a partir da Figura 126, que mostra a diferença significativa entre a média da condição envelhecida durante 200h a 950°C em comparação com os tempos menores de envelhecimento.

Esse aumento de dureza deve estar relacionado ao volume de fase precipitada na condição 200h que conforme visto na Figura 114 apresentou maior média que as demais condições de envelhecimento.

Figura 126 - Análise de variância das medidas de microdureza da liga *in-situ* B envelhecida à 950°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

Ao submeter a liga Hastelloy C-276 ao tratamento de envelhecimento na temperatura de 850°C Akhter *et al.* (2001) observaram intensa precipitação heterogênea nucleando no contorno de grão e se espalhando para o interior do grão, principalmente nas condições envelhecidas nos períodos de 48h e 175h.

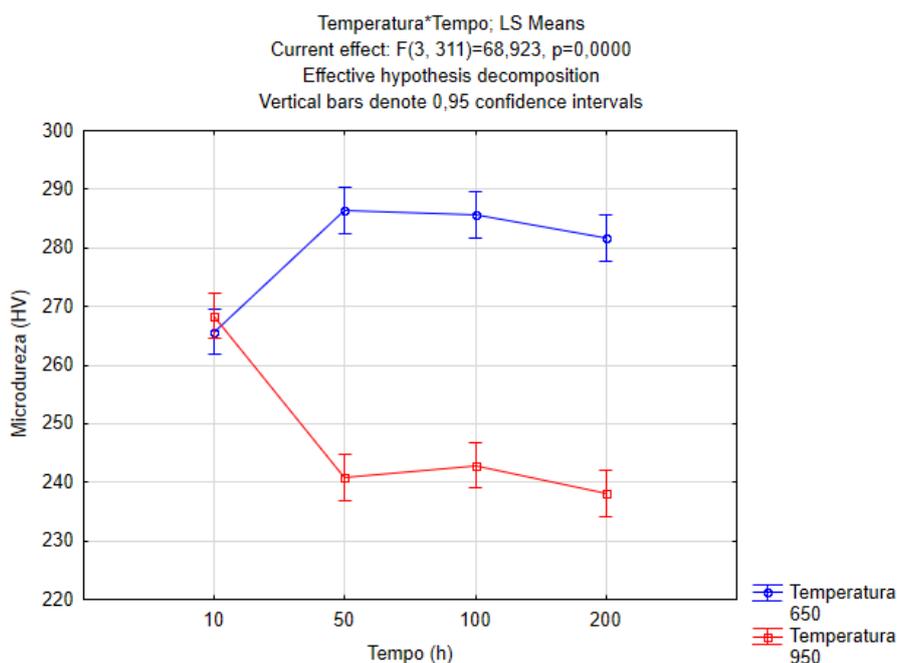
Esse comportamento de nucleação e crescimento de precipitação também foi observado Pu *et al.* (2018) que ao envelhecer a liga de níquel Hastelloy C-276 à temperatura de 870°C destacou que a precipitação de fases como M₆C e fase μ , consideradas fases frágeis, aumentam consideravelmente os obstáculos que impedem efetivamente o deslocamento e deslizamento das discordâncias, gerando uma multiplicação desses defeitos cristalinos gerando um efeito endurecedor na liga.

Hashim *et al.* (2013) ao tratar revestimentos compostos pela liga Hastelloy C-276 a laser observou um considerável aumento na microdureza de 250 HV_{0,3} à 447 HV_{0,3}. O autor destacou que esse aumento foi consequência do refinamento dos grãos.

5.3.1.3 Ensaio de microdureza para liga *in-situ* C

Os resultados dos ensaios de microdureza para a liga *in-situ* C foram analisados nesse item. A Figura 127 mostra que tanto a temperatura como o tempo de envelhecimento foram fatores de controle estatisticamente significativos para a microdureza apresentada pela a liga *in-situ* C.

Figura 127 - Análise de variância das medidas de microdureza da liga *in-situ* C envelhecida à 650° e à 950°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

É possível destacar pela Tabela 35 que a liga *in-situ* C apresentou maiores médias dos valores de microdureza ao ser envelhecida à 650°C. É importante destacar que os valores de médias de microdureza apresentados nas condições envelhecidas à 950°C foram em geral menores que a média de microdureza apresentada na condição como soldada dessa liga (269,91 HV) apresentada na Tabela 31.

Isso indica que o aumento do volume de precipitação ocorrido na condição de envelhecimento da liga *in-situ* C deve ter empobrecido a matriz dos elementos endurecedores que deveriam estar em solução sólida na matriz, mas se concentraram para a formação ou crescimento de precipitados em virtude do envelhecimento.

Tabela 35 - Valores das médias e dos desvios padrões dos valores de microdureza na liga *in-situ* C envelhecida.

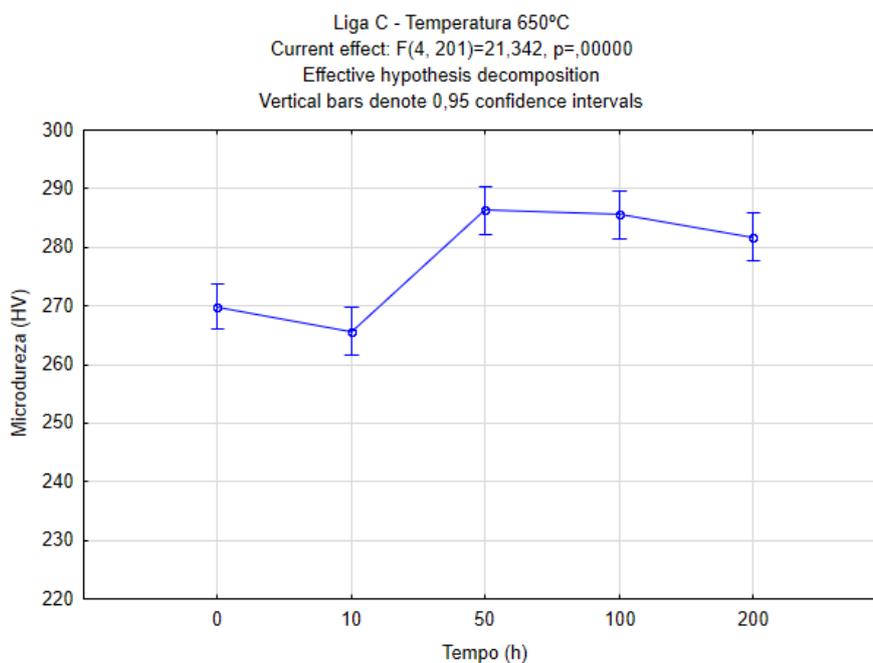
Tempo	650°C		950°C	
	Média (%)	Desvio Padrão	Média (%)	Desvio Padrão
0	269,9	10,0		
10h	265,7	11,5	268,4	12,8
50h	286,4	15,0	240,9	8,7
100h	285,6	15,1	242,9	9,6
200h	281,8	13,8	238,1	12,8

Fonte: Elaborado pela autora.

O tempo foi estatisticamente significativo para as condições de envelhecimento à temperatura de 650°C, com $p = (0,00)$. Pela análise da Figura 128 é possível observar que a diferença entre as médias de microdureza ocorre entre o primeiro tempo de envelhecimento 10h e os demais.

A média da microdureza apresentada na temperatura após 10h de envelhecimento não se mostrou estatisticamente distinta da média obtida pela liga *in-situ* C na condição como soldada. Destacando que nos tempos de 50h, 100h e 200h não houve diferença significativa entre as médias de microdureza.

Figura 128 - Análise de variância das medidas de microdureza da liga C envelhecida à 650°C.



Fonte: Elaborada pela autora.

Como a liga *in-situ* C possui maior concentração de Nb em sua composição global, e em curto tempo quando submetida ao envelhecimento a 650°C precipita a fase

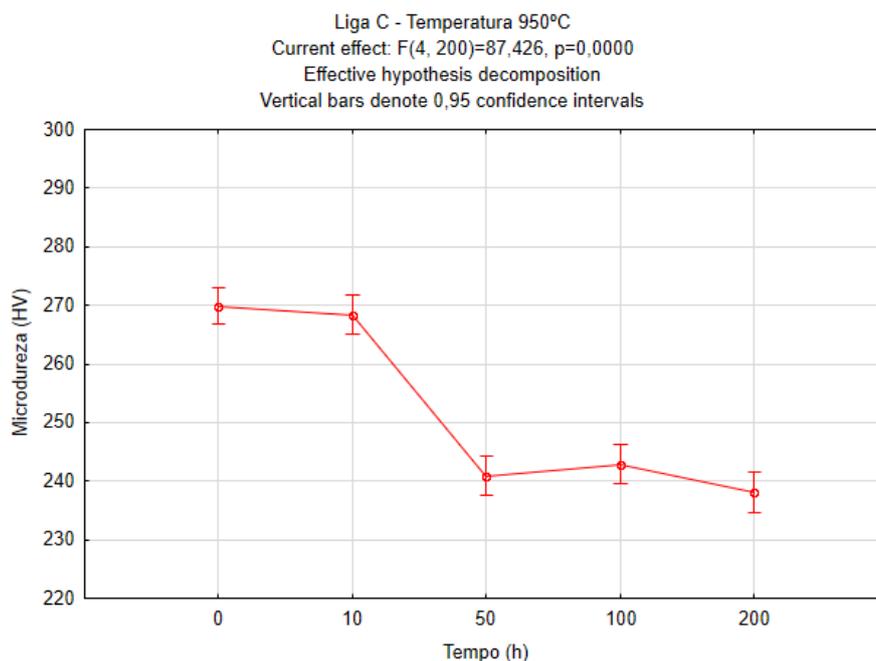
γ'' , esperava-se um aumento na média de microdureza dessa liga logo no primeiro intervalo de envelhecimento.

Provavelmente esse aumento de microdureza não ocorreu no primeiro tempo de envelhecimento da liga *in-situ* C devido o menor teor de Nb, e a maior concentração de Mo e W que pode ter alterado a cinética de precipitação dessa com relação à da liga Inconel 625.

O considerável aumento para as demais condições de envelhecimento, deve-se a precipitação das fases γ'' identificadas na Figura 95 e na Figura 96.

A análise da influência do tempo de envelhecimento para a liga *in-situ* C envelhecida à temperatura de 950°C é observada na Figura 129. A partir da qual observou-se que o tempo foi estatisticamente significativo para a microdureza da liga *in-situ* C, onde é possível diferenciar a média de microdureza obtida com 10h de tratamento e as apresentadas pelos demais períodos de envelhecimento.

Figura 129 - Análise de variância das medidas de microdureza da liga *in-situ* C envelhecida à 950°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

A partir da Figura 129 e da Tabela 35 observa-se que a média de microdureza na condição como soldada e com 10h de envelhecimento foi significativamente maior que as demais condições. A redução do valor de microdureza deve estar relacionado à dissolução dos precipitados Figura 119.

O comportamento da liga *in-situ* C foi contrário ao apresentado por Silva *et al.* (2018) ao envelhecer metal de solda da liga Inconel à 950°C. Os autores identificaram que as médias de microdureza aumentaram com o tempo de envelhecimento atingindo valores acima de 450HV, quando tratada por 100h. O aumento das medidas de microdureza foram atribuídas a precipitação da fase delta nessas condições.

Os valores de microdureza apresentados pela liga envelhecida foram menores do que os valores apresentados no metal de solda da liga Inconel 625 composto por várias camadas (260-285 HV). No qual houve precipitação de fase Laves na solidificação da primeira camada e em seguida dissolução dessa fase ao ser submetida ao ciclo térmico da próxima camada e precipitação de fase delta a partir do Nb liberado na dissolução da fase Laves (XU *et al.*; 2013).

O perfil de microdureza da liga *in-situ* C nessas condições de envelhecimento é semelhante ao apresentado no envelhecimento da liga Hastelloy C-276 que ao ser envelhecida na temperatura de 850°C mostrou um aumento de microdureza até 96 horas de tratamento e após isso manteve-se na mesma faixa (AKHTTER *et al.*, 2001).

Ao ser envelhecida a 650°C a liga *in-situ* C apresenta grande influência da liga Inconel 625 em sua composição, porém seu comportamento ao ser envelhecida à 950°C aproxima-se mais ao da liga Hastelloy C-276, embora na sua composição global tenha maior participação da liga Inconel 625. A incorporação do Mo e do W teve efeito na estabilização das fases TCP's formadas na solidificação, impedindo um efeito mais pronunciado em termos de formação da fase delta. Porém, não foi totalmente efetivo ao impedir a fase γ'' no envelhecimento à temperatura de 650°C na liga *in-situ* C, que mesmo em menor quantidade se mostra muito efetiva em bloquear discordâncias, visto se tratar de uma fase nanométrica e que, portanto, está na mesma escala.

5.3.2 Análise de Tenacidade

Os valores de energia absorvida foram bem semelhantes para as ligas *in-situ* A, B e C na condição como soldado, conforme pode ser vista na Tabela 36. Barreto (2018) mostra que as energias médias absorvida pelas ligas *in-situ* foi em torno de 150J. Os valores obtidos refletem a boa tenacidade das ligas *in-situ* A, B e C, que mesmo sendo ensaiadas à -196°C suportaram mais de 100J de energia.

Tabela 36 - Média da quantidade de energia absorvida das ligas *in-situ* A, B e C na condição como soldada.

Composição	Média (%)	Desvio padrão
A	155,7	8,1
B	149,3	3,8
C	156,7	1,2

Fonte: Barreto (2018).

O discreto volume de fase secundária precipitada quantificada na condição como soldada, como visto na Tabela 27, pode justificar a elevada performance dessas ligas.

Em soldas realizadas com a liga Inconel 625 Silva *et al.* (2018) verificaram que a energia absorvida no ensaio de impacto charpy foi em torno de 150J para condição como soldada, os corpos de prova assim como nesse trabalho foram ensaiados à temperatura de -196°C.

Ao analisar os valores de energia absorvida nos ensaios de impacto charpy à -40°C, Maltin *et al.* (2014) observou que as soldagens que utilizaram a liga Inconel 625 como metal de solda apresentaram valores que variaram entre 148J – 220J, superiores aos obtidos quando se utilizou a liga Inconel 686, cujas médias de valores de energia absorvida variaram de 107J – 205J. Os autores justificaram a performance da liga Inconel 686 com a precipitação de fases frágeis, ricas em Mo e W, na região interdendrítica.

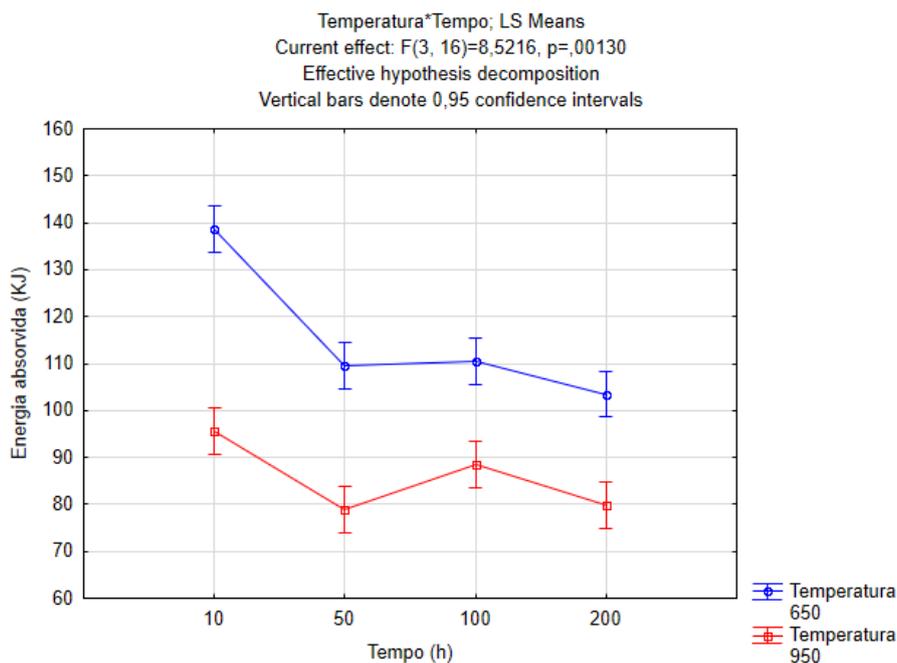
5.3.2.1 Ensaio de tenacidade liga *in-situ* A

Nesse item foi discutido os resultados obtidos em relação a tenacidade apresentada pela liga *in-situ* A em função das temperaturas e dos tempos de envelhecimento.

A partir da análise de variância realizada com as medidas de energia de impacto absorvida no ensaio Charpy, observada na Figura 130 que a temperatura e o tempo foram estatisticamente significativos para a liga *in-situ* A.

Destaca-se que o perfil de energia absorvida da liga *in-situ* A foi semelhante para as duas temperaturas de envelhecimento. A condição de menor tempo de envelhecimento, 10h, foi a que absorveu a maior quantidade de energia dentre as condições envelhecidas submetidas ao ensaio de impacto Charpy.

Figura 130 - Análise de variância dos valores de energia absorvida pela liga *in-situ* A envelhecida à 650 °C e à 950°C.



Fonte: Elaborada pela autora.

A Tabela 37 mostra as médias dos valores de energias absorvidas, pode-se destacar a amplitude do intervalo entre os valores obtidos em cada umas das temperaturas. Destacando que a liga *in-situ* A envelhecida à temperatura de 650°C mostrou tenacidade superior à apresentada pela liga quando envelhecida à temperatura 950°C.

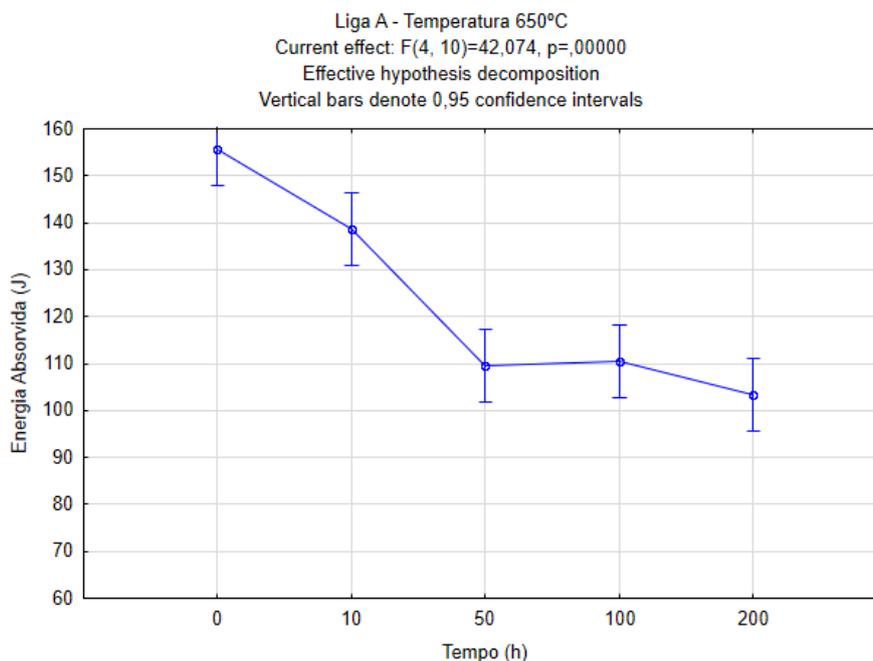
Tabela 37 - Valores das médias e dos desvios padrões da energia absorvida pela Liga *in-situ* A envelhecida.

Tempo	650°C		950°C	
	Média (%)	Desvio Padrão	Média (%)	Desvio Padrão
0	155,7	8,1		
10h	138,7	4,1	95,7	1,0
50h	109,6	1,7	79,0	1,1
100h	110,4	9,2	88,4	3,2
200h	103,5	3,2	79,8	1,2

Fonte: Elaborado pela autora.

A Figura 131 mostra que o tempo foi estatisticamente significativo para a tenacidade da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C. O aumento do tempo de envelhecimento provocou uma redução na quantidade de energia absorvida pela liga *in-situ* A.

Figura 131 - Influência do tempo nos valores de energia absorvida da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C.



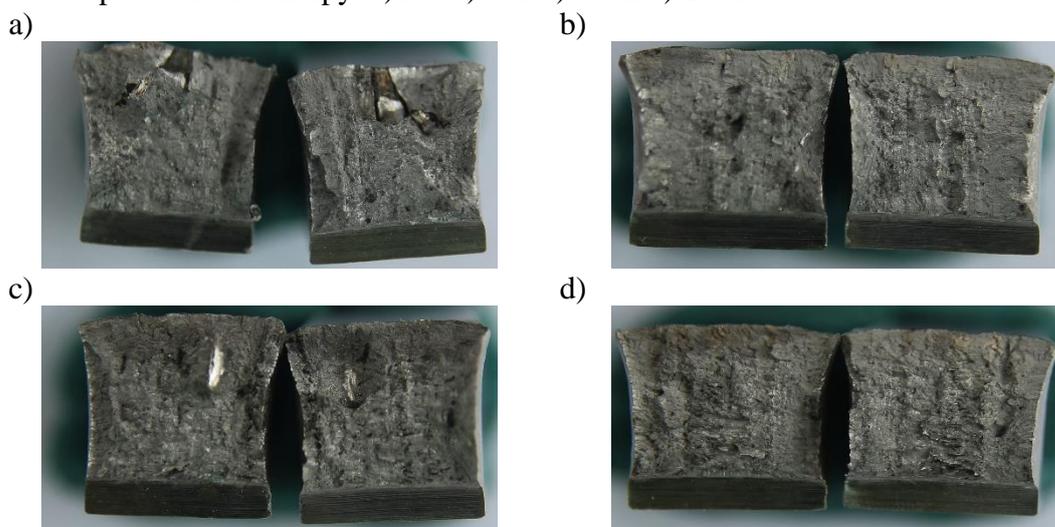
Fonte: Elaborado pela autora.

A redução da tenacidade da liga *in-situ* A deve estar relacionada a precipitação da fase γ'' e ao aumento da precipitação nos contornos de grãos, como visto na Figura 70.

O comportamento da tenacidade visualizado por Silva *et al.* (2018) para o envelhecimento de soldas da liga Inconel 625 na temperatura de 650°C foi bem semelhante ao apresentado pela liga *in-situ* A. Os autores relacionaram a redução da quantidade de energia absorvida com a precipitação da fase γ'' , que aumentaram com o tempo de tratamento, principalmente nos períodos de 100h e 200h se intensificaram em virtude da dissolução da fase Laves.

A Figura 132 mostra as fraturas de cada uma das condições de envelhecimentos estudadas da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C. Todas as fraturas tiveram aspectos superficiais semelhantes, mostrando deformação visível na extremidade oposto ao entalhe.

Figura 132 – Fractografia de topo dos corpos de prova da liga *in-situ* A envelhecidas à 650°C após o ensaio charpy. a) 10h b) 50h c) 100h d) 200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

A partir da Figura 133 é possível visualizar a presença de *dimples* em todas as condições avaliadas, caracterizando as fraturas como dúcteis. Esses microvazios encontram-se com mais representatividade na região intragranular, confirmando sua relação com a precipitação da fase γ'' que, como discutido anteriormente, a sua nucleação ocorre de forma heterogênea dispersa na matriz.

Alguns desses *dimples* no interior da matriz também devem estar relacionados com as fases frágeis, ricas em Mo, W e Nb, precipitadas na região interdendrítica resultantes do processo de soldagem que cresceram em tamanho/quantidade de forma discreta durante o envelhecimento, conforme visto na quantificação de fase precipitada da liga *in-situ* A à 650°C na Figura 111.

Outros *dimples* foram observados em posição alinhada, como na Figura 133 c), possivelmente essa disposição está relacionada à precipitação de carbonetos nos contornos de grãos, que foi identificada na liga *in-situ* A a partir de 50h de envelhecimento à 650°C.

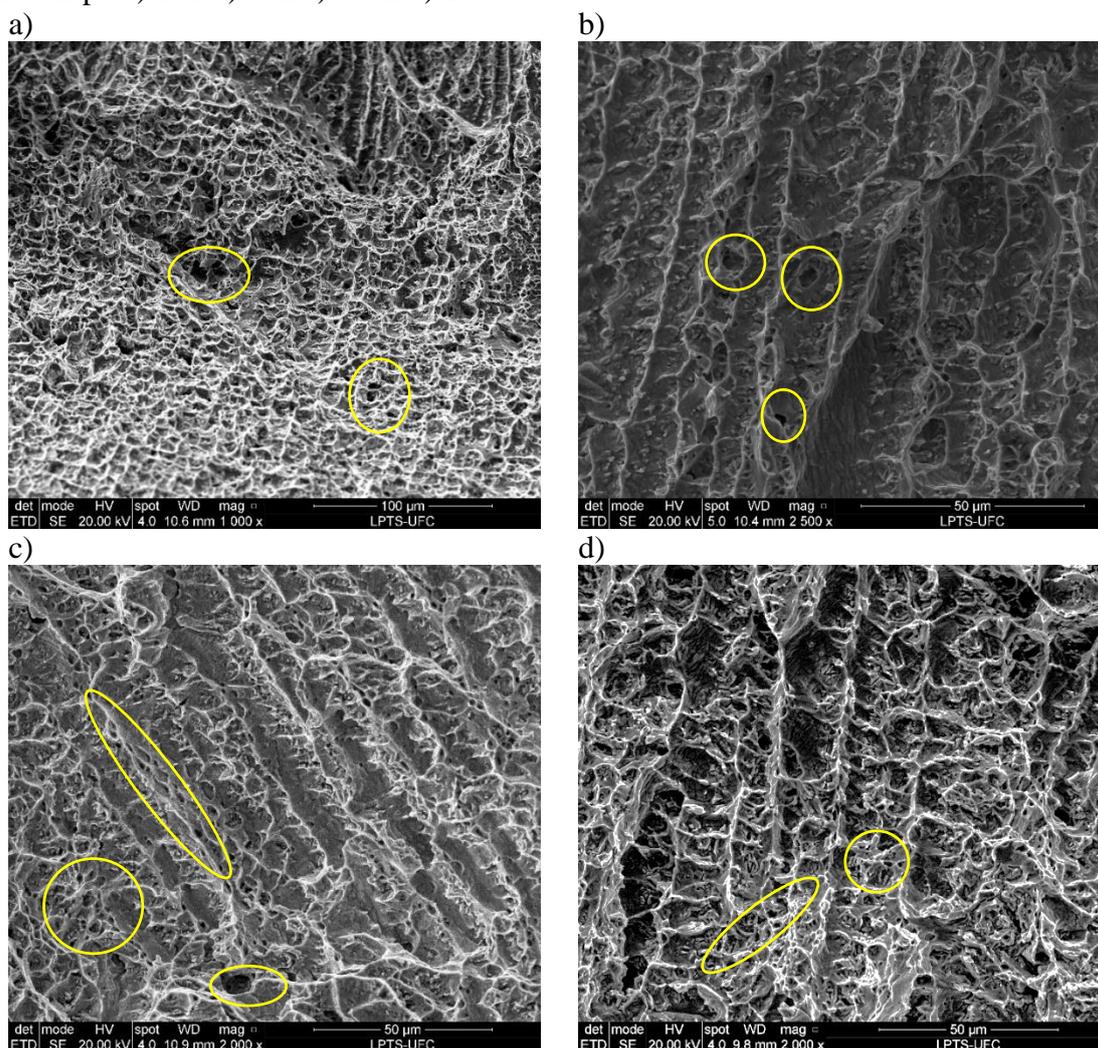
Ao envelhecer a liga Hastelloy C-276 à temperatura de 650°C até 240h, Akhter *et al.* (2001) destaca que não identificou a precipitação de fases frágeis, como a fase μ , apenas a precipitação de carbonetos do tipo M_6C . Os autores destacam que nessa condição de envelhecimento a liga Hastelloy C-276 mostrou-se consideravelmente tenaz, pois nenhum corpo de prova foi rompido.

Xu *et al.* (2013) explicam que a quantidade e a morfologia de fases frágeis precipitadas durante a soldagem, no caso da liga Inconel 625 a fase Laves, influencia significativamente o processo de fratura. A partir da presença da fase Laves e dos carbonetos no interior dos *dimples* os autores concluíram que a interface entre essas microestruturas e a matriz é o local de nucleação dos *dimples*.

Özgun *et al.* (2015) estudaram o efeito do envelhecimento na tenacidade da superliga de níquel Inconel 625 fabricada pelo processo de moldagem por injeção de pós. Foi observado que ao envelhecer essa liga à 745°C por 22 horas a energia absorvida reduziu consideravelmente em virtude da quantidade de fases intermetálicas e carbonetos precipitados.

Os autores observaram na microestrutura envelhecida a precipitação de partículas de carbonetos nos contornos de grãos e de fases TCP com alto teor de cromo no interior do grão. Essas microestruturas, em virtude de suas elevadas durezas, se comportam como concentradores de tensão reduzindo a ductilidade do material e conseqüentemente formando trincas, por isso são responsáveis pela redução da tenacidade.

Figura 133 - Fractografias dos corpos de prova da liga *in-situ* A envelhecidos à 650°C no tempo a) 10h b) 50h c) 100h d) 200h.

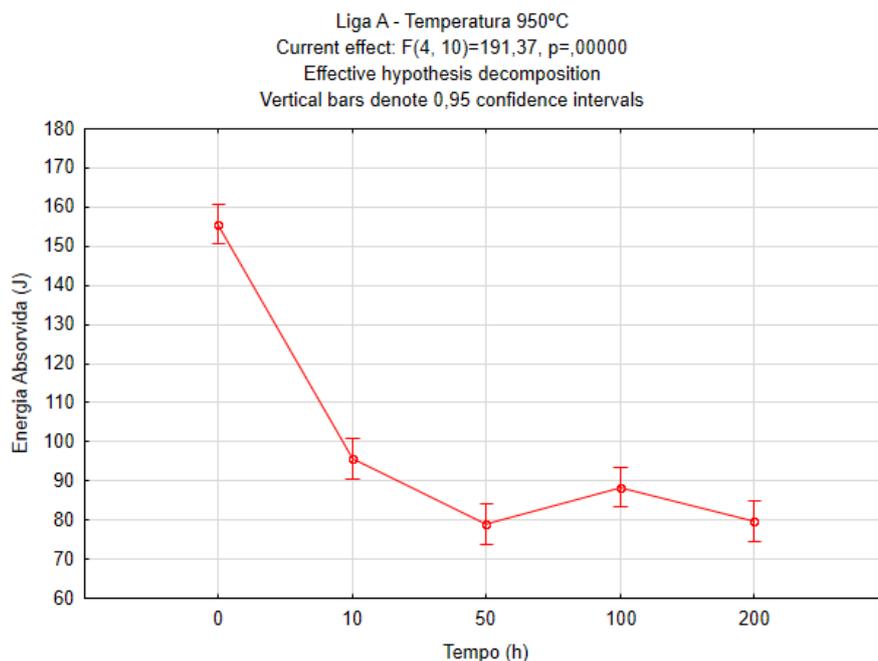


Fonte: Elaborado pela autora.

Embora as médias de energia absorvidas pelas amostras da liga *in-situ* A tratadas à temperatura de 650°C para os tempos de envelhecimento de 50h, 100h e 200h tenham sido menores que a energia absorvida pela condição como soldado e a submetida a envelhecimento por 10h, também foram consideradas boas em termos de tenacidade, uma vez que foram capazes de absorver mais de 100J em temperatura criogênica (-196 °C) com deformação plástica considerável durante a propagação da fissura e com aparência dúctil.

A análise de variância para a liga *in-situ* A envelhecida à 950°C mostrou que o tempo de envelhecimento foi estatisticamente significativo para a energia absorvida no ensaio de impacto Charpy como mostra a Figura 134 com fator $p=0,00$.

Figura 134 - Influência do tempo nos valores de energia absorvida da liga *in-situ* A envelhecida à 950°C.



Fonte: Elaborada pela autora.

A redução das médias de energia absorvidas pela liga *in-situ* A envelhecidas à temperatura de 950°C, evidenciadas na Tabela 37, possivelmente está relacionada a fração de fase secundárias precipitadas nessas condições como discutido anteriormente a partir da Figura 112 que foi maior que no envelhecimento à 650°C.

Ao avaliar a tenacidade da liga Inconel 625 envelhecida à 950°C Silva *et al.* (2018) identificaram que as médias de energias absorvida aumentaram com o tempo de envelhecimento atingindo 150J no maior período de envelhecimento. Esses valores foram bem superiores ao apresentado pela liga *in-situ* A envelhecida nessa mesma condição como visto na Tabela 37.

Os autores atribuem a recuperação do nível de energia absorvida para o patamar da condição como soldada da liga Inconel 625 à significativa redução na quantidade de fase δ remanescente durante o tratamento térmico.

A evolução microestrutural das fases precipitadas nessa condição, conforme já apresentado na Figura 72 a), mostrou uma intensa precipitação fina com morfologia agulhada na região interdendrítica. Quando a liga *in-situ* A foi envelhecida pelo período de 10h a microestrutura resultante é composta por fases de pequenas dimensões distribuídas ao longo do metal de solda.

Embora nessa condição a quantidade de fases precipitadas tenha sido intensa, a morfologia dos precipitados e a sua distribuição pode ter facilitado a acomodação da energia recebida distribuindo a tensão no material. Nesse caso, a trinca possui grande quantidade de obstáculos durante o seu caminho de propagação até a fratura. Logo a primeira condição de envelhecimento (10h) apresentou valor de energia absorvida superior aos demais.

Na condição de envelhecimento a partir de 50h tem uma considerável redução na energia absorvida. Nessa condição destacam-se dois fatores:

O primeiro é a dissolução de alguns precipitados, esse comportamento foi identificado no estudo de fração de fase secundária. Além disso, observa-se um tipo de fase secundária com dimensão maior que as outras, principalmente nos períodos de 100h e 200h como destacado na Figura 72.

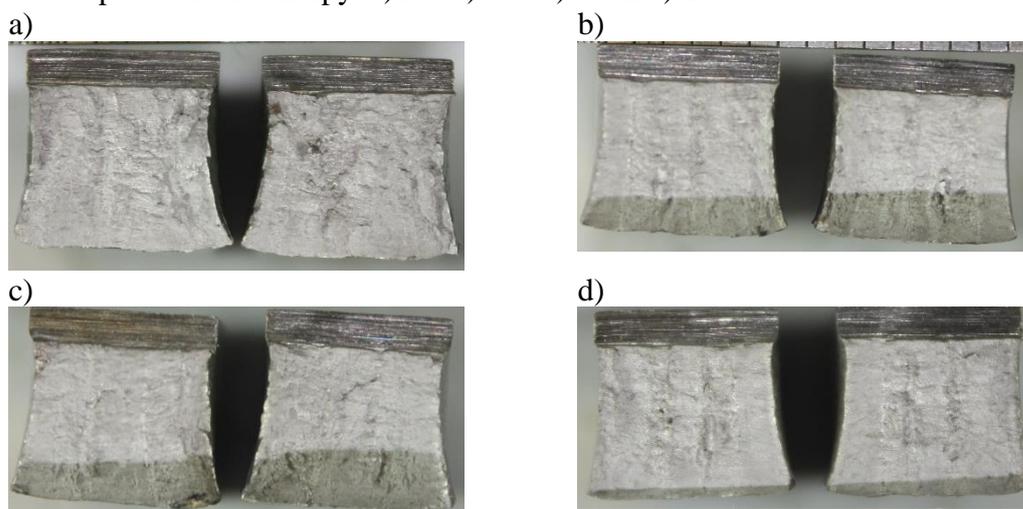
Essa fase é rica em Nb, Mo e discretamente possui a participação de W. A composição dessas fases possui elementos que se destacam na formação de fases frágeis, como a fase P e μ , com alto teor de Mo e W.

Evans *et al.* (2008) destaca que na aplicação de lâminas de Inconel 625 à temperatura de 750°C, a energia absorvida depende da precipitação e crescimento da fase μ topologicamente compacta nos contornos de grãos. O autor destaca que a presença dessa fase nos contornos de grãos pode ser minimizada ou eliminada pela estabilização de carbonetos do tipo M_6C ou $M_{23}C_6$.

Ao envelhecer a liga Hastelloy C-276 à temperatura de 850°C durante 120h, Akhter *et al.* (2001) destacaram que a precipitação da fase μ reduziu a ductilidade do material.

A Figura 135 mostra as fraturas de cada uma das condições de envelhecimentos estudadas da liga *in-situ* A envelhecida à 950°C. Todas as fraturas tiveram aspectos superficiais semelhantes, mostrando deformação visível na extremidade oposto ao entalhe.

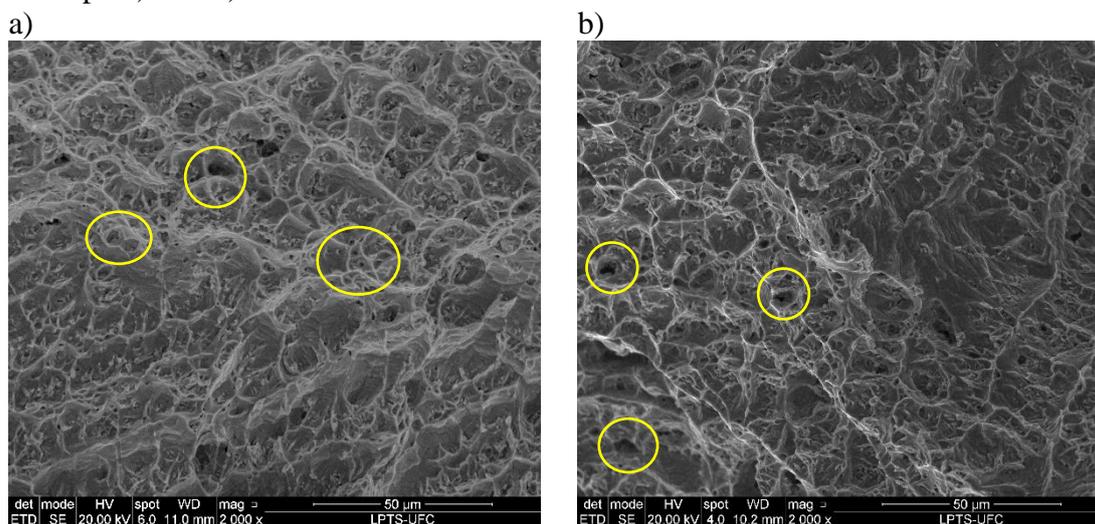
Figura 135 - Fractografia de topo dos corpos de prova da liga *in-situ* A envelhecidas à 950°C após o ensaio charpy. a) 10h b) 50h c) 100h d) 200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

A fratura da liga *in-situ* A envelhecida à 950°C, assim como nas condições envelhecidas na temperatura 650°C apresenta fratura dúctil. A Figura 136 possui destacado vários dimples devido o processo de deformação. Estima-se que os dimples maiores tender a está relacionada a coalescência dos microvazios rompendo próximo dos precipitados de maiores tamanhos.

Figura 136 - Fractografias dos corpos de prova da liga *in-situ* A envelhecidos à 950°C no tempo a) 10h b) 50h .



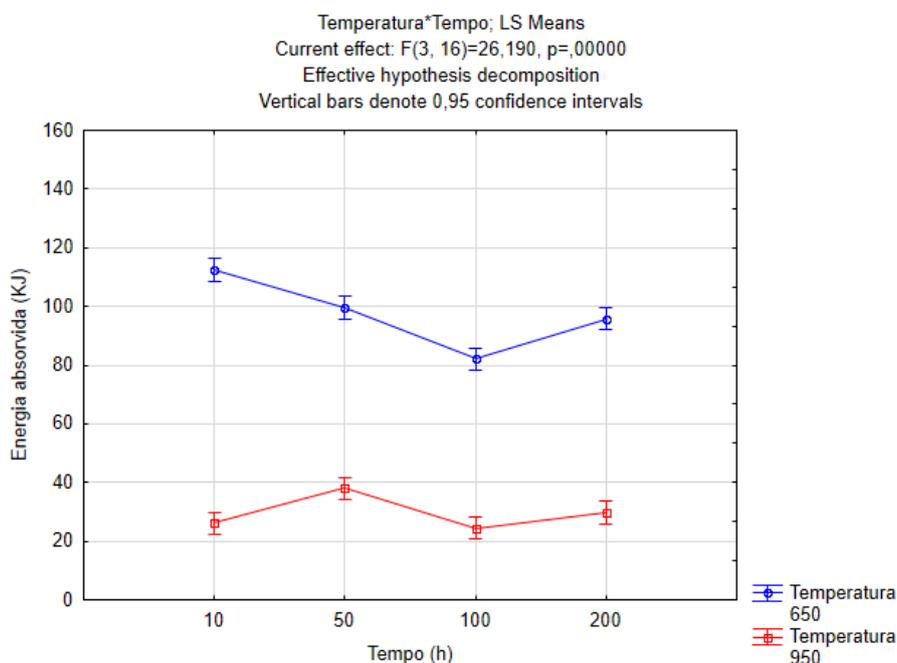
Fonte: Elaborada pela autora.

5.3.2.2 Ensaio de Tenacidade Liga *in-situ* B

A análise de variância para a média dos valores de energia absorvida pela liga *in-situ* B, mostrou que tanto o tempo como a temperatura foram estatisticamente significativo para a tenacidade do material como valor de $p=0,00$ como pode ser visto na Figura 137.

Os valores médios de energia absorvida da liga *in-situ* B para as condições envelhecidas foram consideravelmente menores que o identificado por Barreto (2018) na condição como soldada da liga (149,33 J).

Figura 137 - Análise de variância dos valores de energia absorvida pela Liga *in-situ* B envelhecida à 650 °C e à 950°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

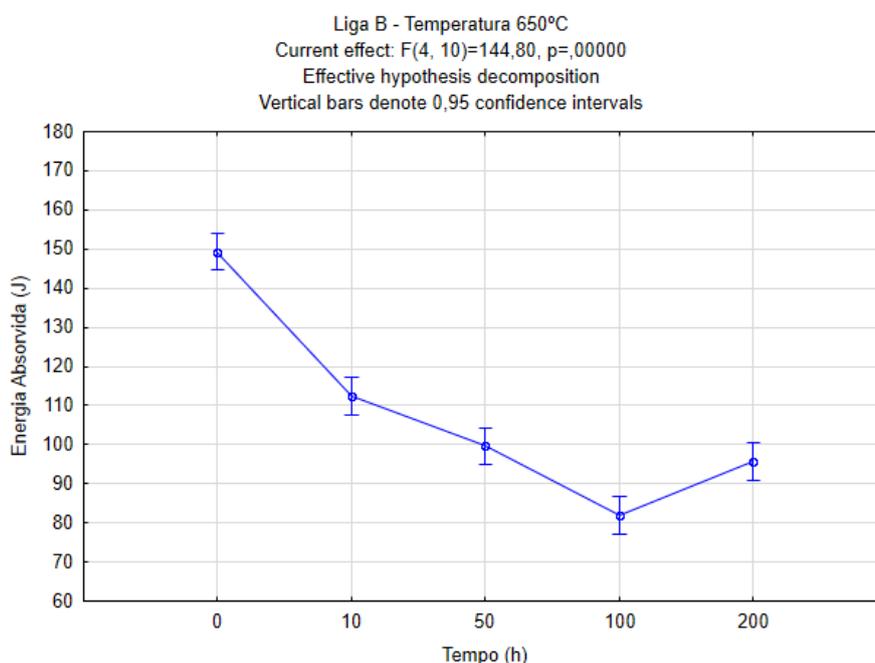
Os valores contidos na Tabela 38 correspondem às médias de energia absorvida para cada uma das respectivas condições. É possível destacar que ocorreu uma redução significativa entre a energia absorvida pela liga *in-situ* B envelhecida à 650°C com relação aos valores obtidos à 950°C, assim, destaca-se que o aumento da temperatura de envelhecimento foi prejudicial a tenacidade dessa liga. A análise de variância para a energia absorvida da liga *in-situ* B envelhecida à temperatura de 650°C mostrou que o tempo de envelhecimento foi estatisticamente significativo, com $p=0,00$, conforme visto na Figura 138.

Tabela 38 - Valores das médias e dos desvios padrões da energia absorvida pela Liga *in-situ* B envelhecida.

Tempo	650°C		950°C	
	Média (%)	Desvio Padrão	Média (%)	Desvio Padrão
0	149,3	3,8		
10h	112,5	5,1	26,2	3,7
50h	99,6	1,9	38,0	1,4
100h	82,0	4,0	24,5	1,5
200h	95,8	2,8	29,7	2,0

Fonte: Elaborado pela autora.

Figura 138 - Influência do tempo nos valores de energia absorvida da liga *in-situ* B envelhecida á 650°C.



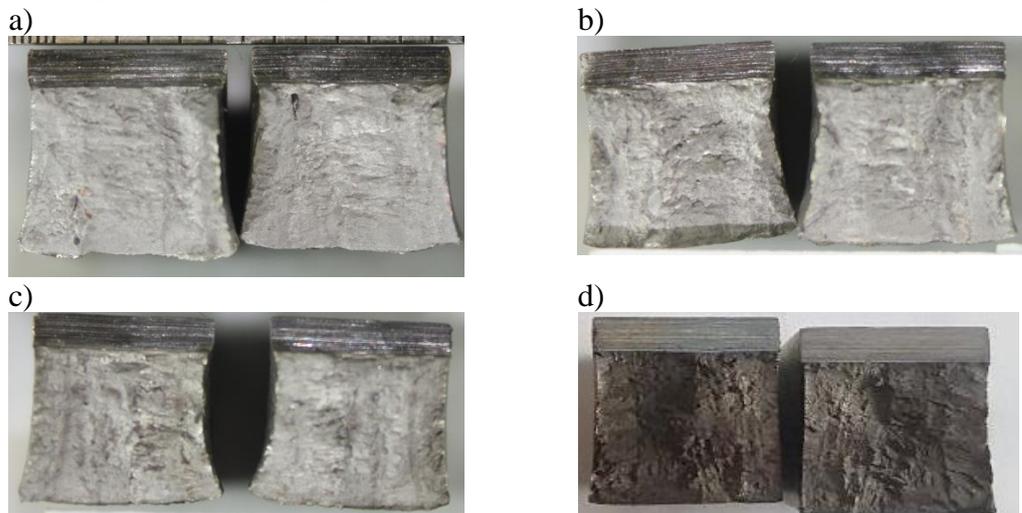
Fonte: Elaborado pela autora.

A primeira condição de envelhecimento no período de 10h apresentou maior média de energia absorvida. Nessa condição a liga *in-situ* B apresenta a menor fração de fase precipitada. Provavelmente, a menor participação de nióbio na composição global da liga *in-situ* B com realação as demais ligas *in-situ* estudadas, retarda a precipitação da fase γ'' , o que pode ser confirmado pelo fato dessa condição ter apresentado menor média de microdureza.

No período de 100h de envelhecimento a liga *in-situ* B obteve menor média de energia absorvida. Nessa condição observou-se precipitados de maiores dimensões, que podem ter desenvolvidos o papel de concentradores de tensão acelerando a propagação da trinca.

A Figura 139 mostra as fraturas das amostras após o ensaio de impacto Charpy.

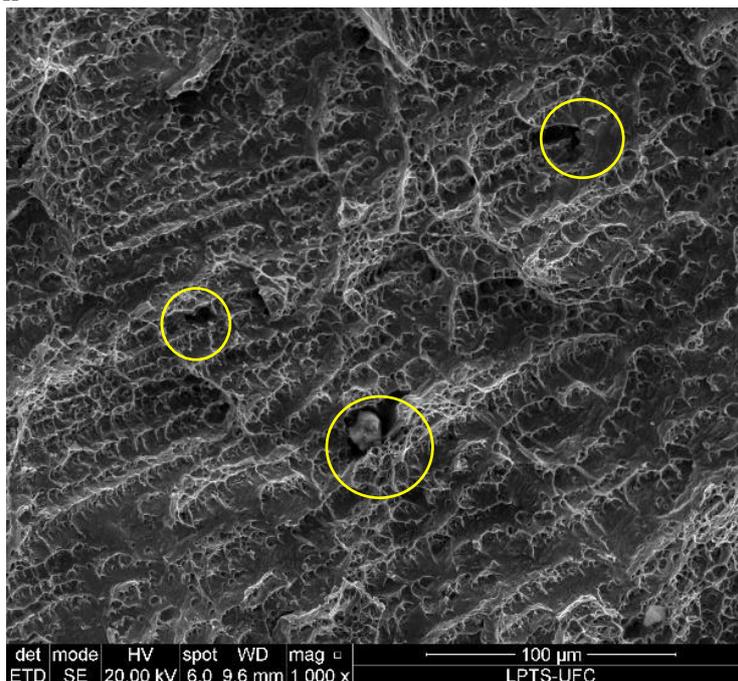
Figura 139 – Fractografia de topo dos corpos de prova da liga *in-situ* B envelhecidas à 650°C após o ensaio charpy. a) 10h b) 50h c) 100h d) 200h.



Fonte: Elaborada pela autora.

A Figura 140 é composta pela fractografia da amostra da liga *in-situ* B envelhecida à 650°C por 10h, é possível destacar a presença de *dimples* condições, característica de fratura dúctil. Esse comportamento se replicou para os demais tempos de envelhecimento.

Figura 140 - Fractografias dos corpos de prova da liga *in-situ* B envelhecidos à 650°C no tempo a) 10h



Fonte: Elaborado pela autora.

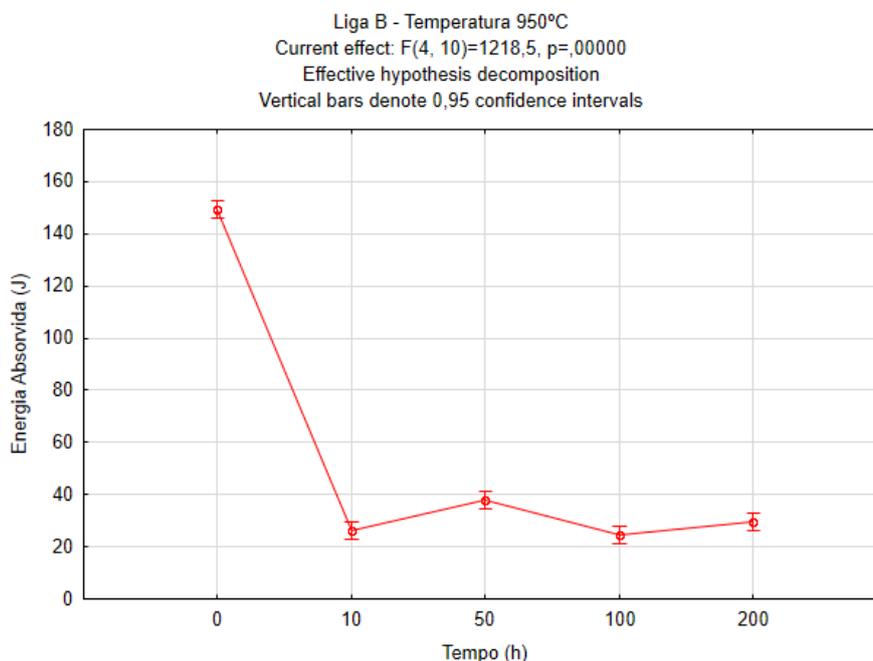
O menor valor de energia absorvida pela liga *in-situ* B envelhecida à 650°C foi 82J, correspondente ao tratamento de 100h, porém é importante destacar que para essas condições a liga *in-situ* B pode ser considerada como uma liga tenaz, pelas condições em que o ensaio foi realizado à -193°C.

Pu *et al.* (2018) ao investigar a fragilização em temperatura intermediária nas ligas Hastelloy C-276 destacam que a ocorrência de *dimples* só ocorreu nas fraturas das amostras que foram envelhecidas à 870°C de 1 à 36h antes do envelhecimento dinâmico sob tensão.

No estudo da liga *in-situ* B envelhecida à temperatura de 950°C obsevou-se pela análise de variância, conforme Figura 141, que o tempo foi estatisticamente significativo para os valores de energia absorvida com $p = 0,00$.

Pela análise da Tabela 38 e da Figura 141 observa-se que em consequência da exposição ao envelhecimento ocorreu uma redução considerável no valor de energia absorvida pela liga *in-situ* B envelhecida à 950 °C em relação a condição como soldada.

Figura 141 - Influência do tempo nos valores de energia absorvida da liga *in-situ* B envelhecida à 950°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

A média de energia absorvida da liga *in-situ* B envelhecida à 950°C deve está atribuída principalmente à intensa precipitação de fases secundárias precipitadas nessa

condição. A análise microestrutural apresentou a região interdendrítica em grande parte preenchida de fases secundárias.

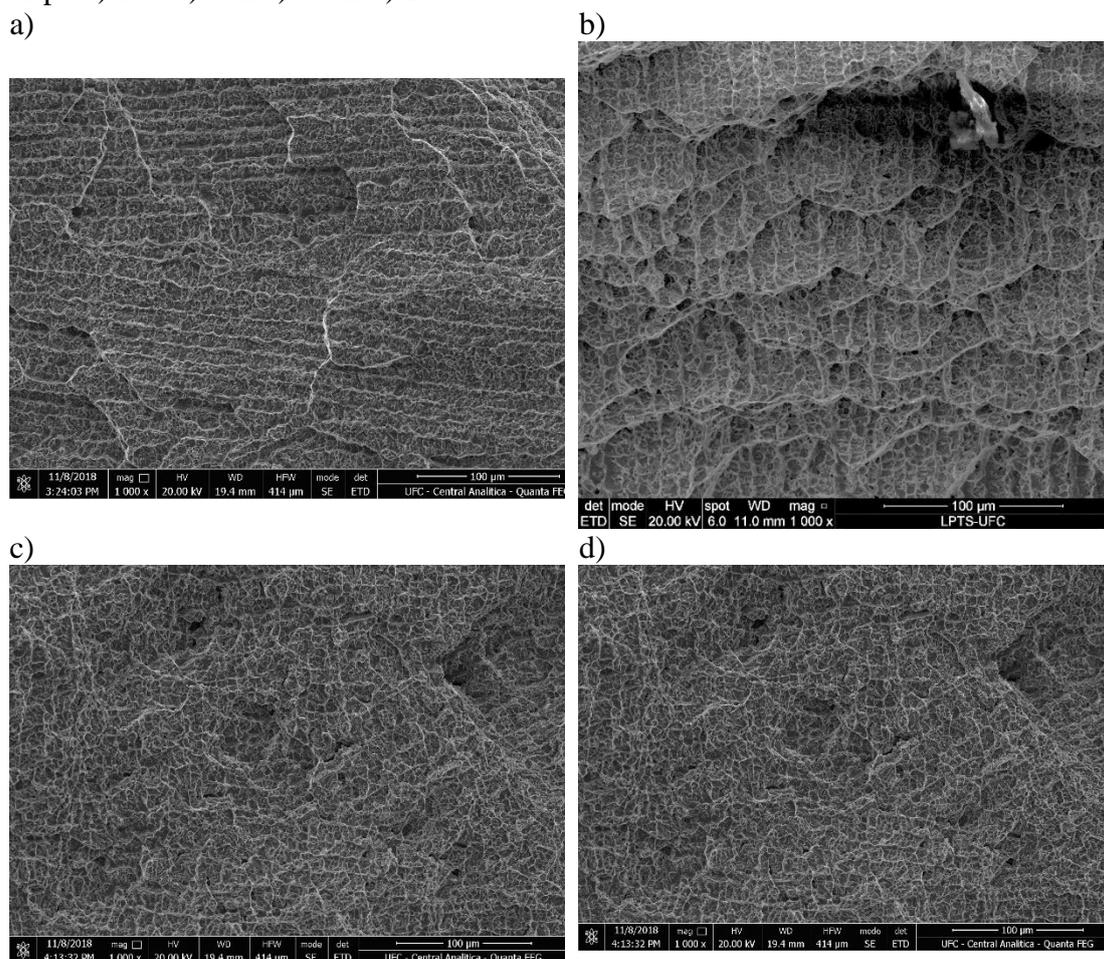
Outro fator influenciador a ser destacado foi a precipitação no contorno de grão que não se deu em forma de partículas, mas em fases alongadas. Possivelmente essa precipitação corresponda a fase μ , que é formado no envelhecimento da liga Hastelloy C-276.

Özgun *et al.* (2015) destaca que a redução da tenacidade ao impacto da liga Inconel 625 da condição sinterizada para a envelhecida ocorreu devido o aumento da quantidade de precipitados intermetálicos e carbonetos.

Tawancy (1996) sugere que a fase μ se forma na liga inconel 625, quando a presença do ferro na liga excede 3%. No caso da liga B, que possui sua em sua composição nominal 3,9% de ferro, existe uma grande possibilidade dessa fase ter sido formada durante o envelhecimento à 950°C, destacando que na Inconel 625 ela se forma à 820°C e na Hastelloy C-276 à 850°C.

A Figura 142 mostra indícios de que a fratura ocorreu preferencialmente nos contornos de grão, sem a presença intensa de *dimples* e nem deformação evidente na matriz.

Figura 142 - Fractografias dos corpos de prova da liga B envelhecidos à 950°C no tempo a) 10h b) 50h c) 100h d) 200h.



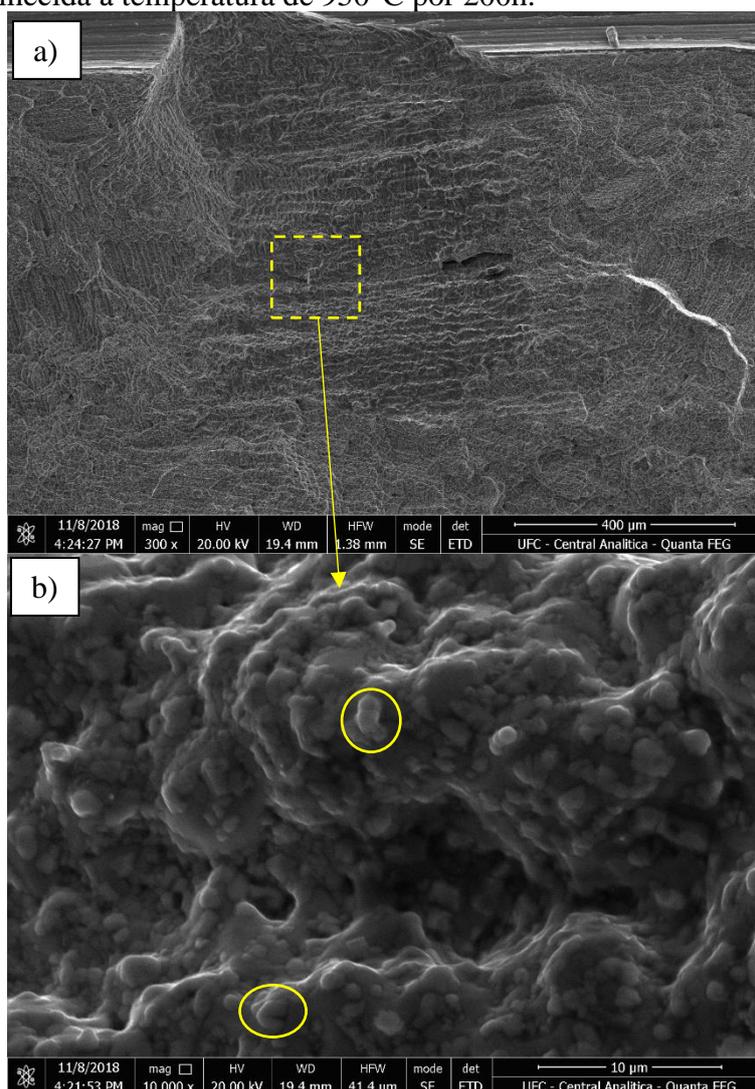
Fonte: Elaborado pela autora.

Xu *et al.* (2013) ressaltou que partículas grosseiras e em grandes quantidades precipitadas no metal de solda são mais prejudiciais a ductilidades do material. Nessas microestruturas o autor observou modo de fratura transgranular com *dimples* grosseiros, sem pequenas partículas no seu interior.

A análise da fratura da liga *in-situ* B permitiu identificar regiões, visualizada na Figura 143 a), com um perfil de propagação de trinca distinto dos apresentados para as demais ligas *in-situ* estudadas.

A imagem da Figura 143 b) mostra a região distinta de propagação da trinca na liga *in-situ* B em maior magnificação. É possível observar uma microestrutura com intensa presença de partículas que aparentam estar em parte no exterior da microestrutura.

Figura 143 – Detalhe de região com perfil distinto de deformação apresentado na liga *in-situ* B envelhecida à temperatura de 950°C por 200h.



Fonte: Elaborada pela autora.

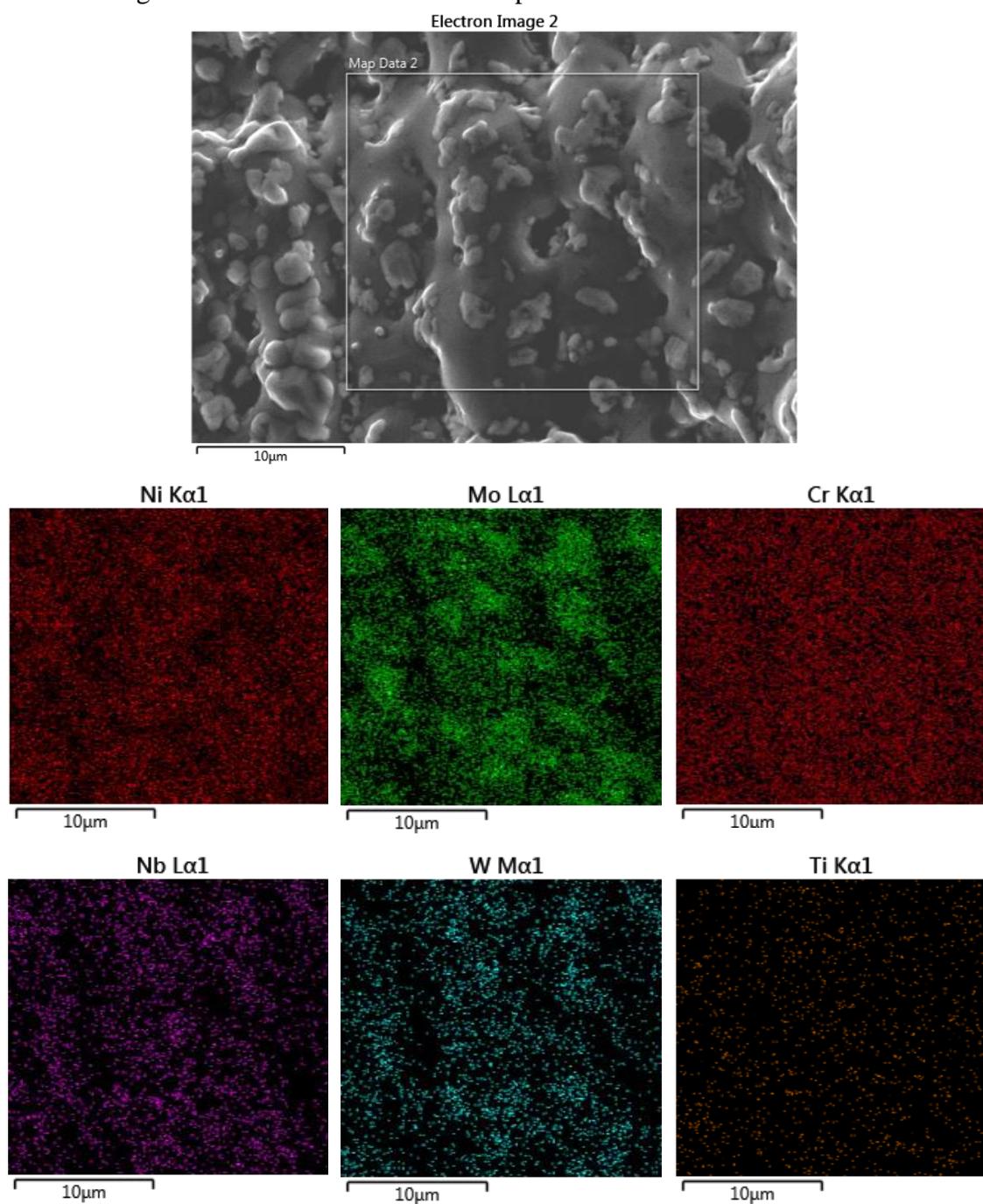
O mapa de composição química da região com propagação de trinca distinta visto na Figura 144 mostra que existe uma diferença de concentração de elementos entre as partículas externas e a região na qual as partículas encontram-se.

As partículas observadas possuem sua composição química formada principalmente por Mo, destacando também a concentração de W e Nb que é maior nas partículas do que nas outras regiões.

Pelos elementos destacados na composição químicas das partículas acredita-se que elas correspondam a fases secundárias precipitadas na matriz γ . Pela análise dos precipitados resultantes da liga *in-situ* B que possuem em sua composição elevadas concentrações de Mo, W e a presença de Nb.

Observa-se que não há indícios de deformação na matriz nessa região, indicando que a fratura não ocorreu de forma dúctil. Acredita-se que a trinca se propagou preferencialmente nos contornos de grãos em virtude da intensa precipitação e da dimensão dos precipitados identificados na liga *in-situ* B envelhecida à 950°C por 200h.

Figura 144 – Mapa de composição química da região com perfil de propagação de trinca distinto da liga *in-situ* B envelhecida à 950°C por 200h.



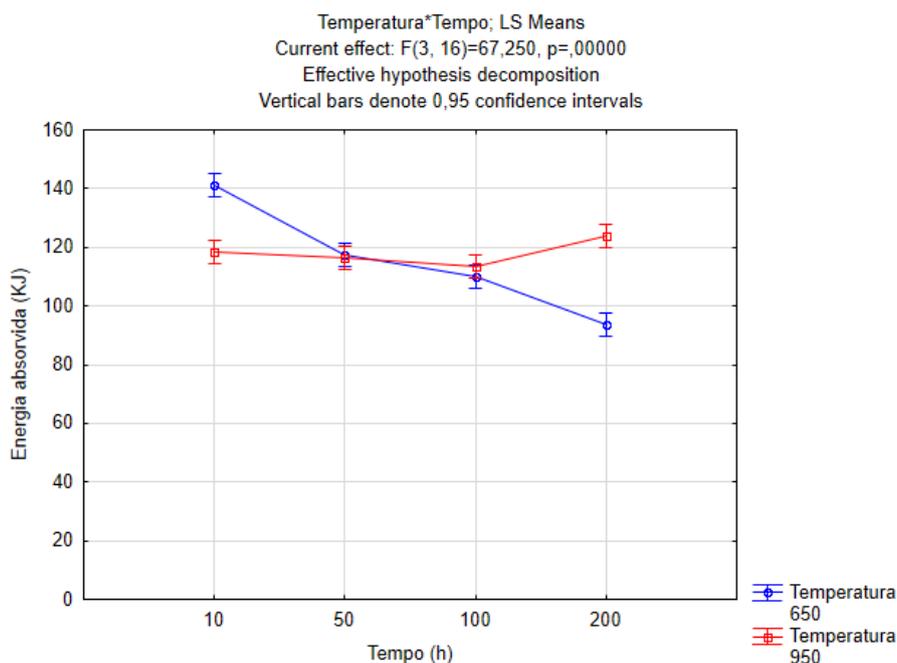
Fonte: Elaborada pela autora.

5.3.2.3 Ensaio de Tenacidade liga *in-situ* C

A tenacidade da liga *in-situ* C também foi analisada por meio do ensaio de impacto Charpy para observar a influência do envelhecimento nesta propriedade. A partir da análise de variância realizada com as medidas de energia de impacto absorvida pelo ensaio Charpy na Figura 145 observar-se que o tempo e a temperatura foram estatisticamente significativos para a liga *in-situ* C com $p=0,00$.

O perfil da curva de energia absorvida da liga *in-situ* C foi distinto para cada uma das temperaturas de envelhecimento. A temperatura de 650°C mostra que a energia absorvida reduziu com o aumento do tempo de envelhecimento, enquanto que ao ser envelhecida à 950°C após o período de maior tempo de envelhecimento, que foi de 200h, a liga *in-situ* C absorveu maior quantidade de energia antes da fratura.

Figura 145 - Análise de variância dos valores de energia absorvida pela liga *in-situ* C envelhecida à 650 °C e à 950°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

Os valores contidos na Tabela 39 correspondem às médias de energia absorvida para cada uma das respectivas condições de envelhecimento que foram menores que a energia absorvida na condição como soldada (156,67 J) vista na Tabela 36. É possível destacar que os valores de energia absorvida para as duas temperaturas são bem próximos, logo foi realizada investigação entre as duas temperaturas sem considerar os tempos de envelhecimento.

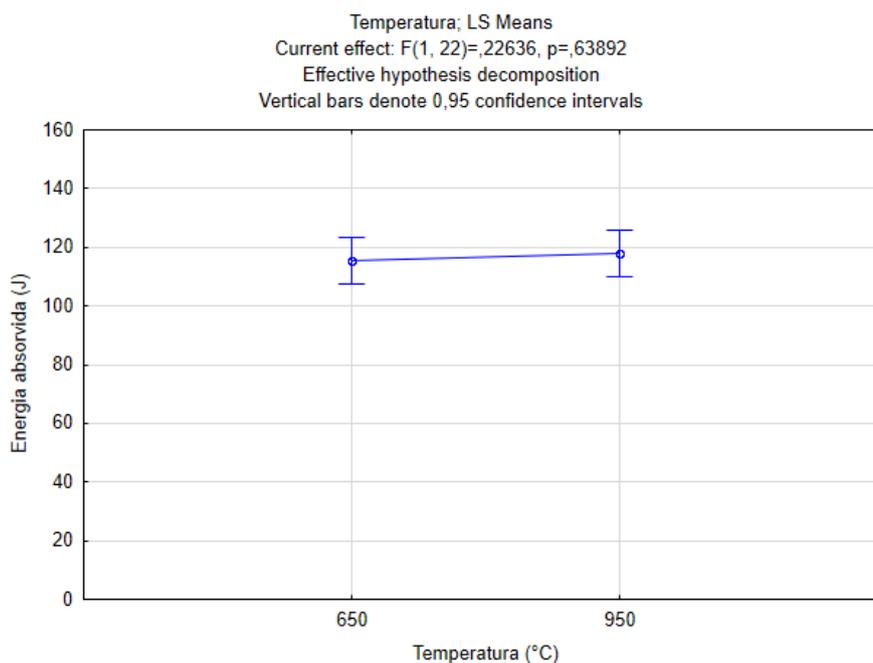
Tabela 39 - Valores das médias e dos desvios padrões da energia absorvida pela Liga *in-situ* C envelhecida.

Tempo	650 °C		950 °C	
	Média (%)	Desvio Padrão	Média (%)	Desvio Padrão
0	156,7	1,2		
10h	141,0	5,9	118,6	4,2
50h	117,4	2,4	116,5	2,5
100h	110,1	0,5	113,3	1,2
200h	93,6	3,3	124,0	2,8

Fonte: Elaborado pela autora.

Conforme a análise de variância realizada considerando as temperaturas de envelhecimento, destaca-se que não houve diferença significativa entre as médias de energia absorvida da liga *in-situ* C para as diferentes temperaturas, conforme pode ser visto na Figura 146, onde o $p = 0,63$ foi bem maior que 0,05.

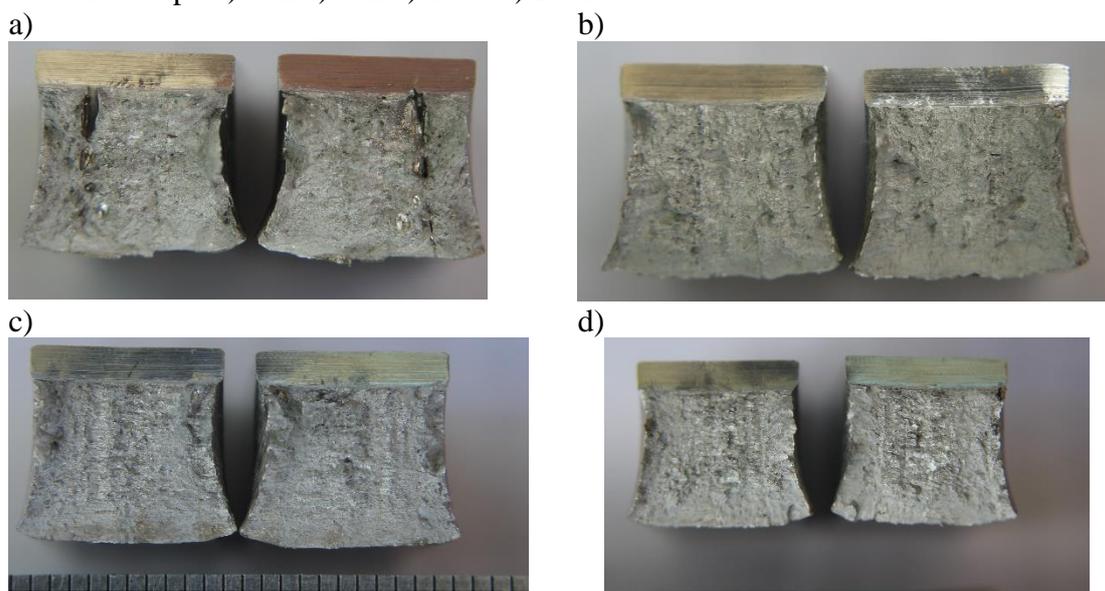
Figura 146 - Influência da temperatura nos valores de energia absorvida da liga *in-situ* C envelhecida.



Fonte: Elaborado pela autora.

A Figura 147 mostra as fraturas das amostras após o ensaio de impacto Charpy da liga C envelhecida à 950°C.

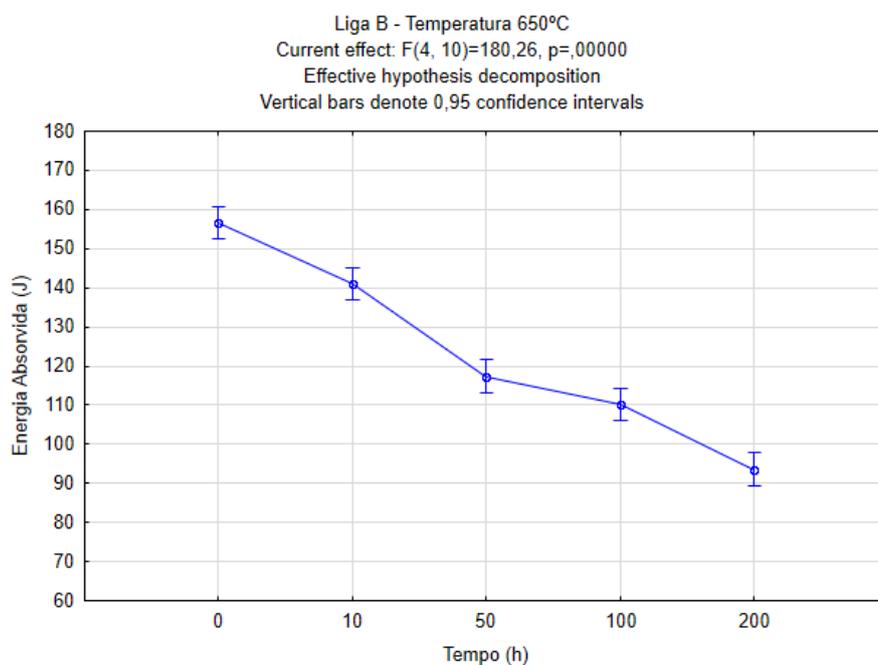
Figura 147 – Fractografia de topo dos corpos de prova da liga *in-situ* C envelhecidos à 650°C no tempo a) 10h b) 50h c) 100h d) 200h.



Fonte: Elaborado pela autora

Ao analisar a Figura 148 observa-se que o tempo foi estatisticamente significativo para a tenacidade da liga *in-situ* C, destacando que a energia absorvida pela liga *in-situ* C diminuiu com o tempo de envelhecimento à temperatura de 650°C.

Figura 148 - Influência do tempo nos valores de energia absorvida da liga *in-situ* C envelhecida à 650°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

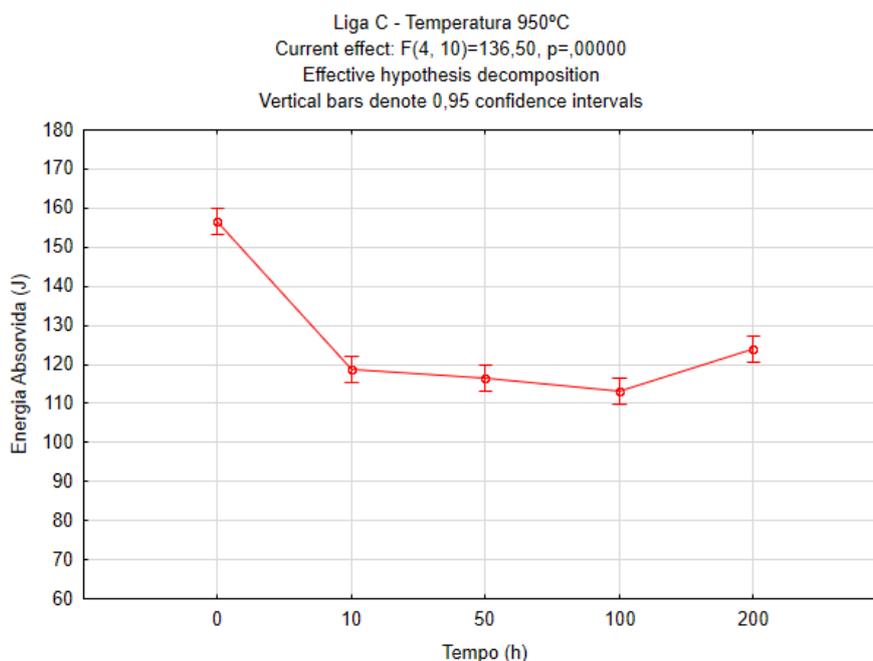
A redução da quantidade de energia absorvida para a liga *in-situ* C envelhecida à 650°C, deve estar relacionada a precipitação da fase γ'' e com a precipitação nos contornos de grão que ocorreu durante o envelhecimento.

O aumento no volume de precipitação da fase γ'' na liga *in-situ* C promove o bloqueio de discordâncias, como visto na Figura 96, desse modo, ao ser submetido ao impacto as discordâncias não possuem liberdade de movimento para dissipar a energia absorvida, resultando na liberação de energia por meio da propagação da trinca.

Özgüin *et al.* (2015) destacou que a precipitação da fase γ'' formada no envelhecimento da liga Inconel 625 aumenta a resistência e a dureza do material, porém por ser coerente com a matriz reduz sua ductilidade.

A análise da energia absorvida da liga *in-situ* C foi realizada para possibilitar o conhecimento do efeito do envelhecimento na tenacidade dessa liga. A Figura 149 mostra que a quantidade de energia absorvida foi estatisticamente significativa para a liga *in-situ* C envelhecida à 950°C, com $p = 0,01$. É importante destacar que essa diferença significativa se deu pelo aumento da energia absorvida na condição de 200h de tratamento térmico.

Figura 149 - Influência do tempo nos valores de energia absorvida da liga *in-situ* C envelhecida á 950°C.



Fonte: Elaborado pela autora.

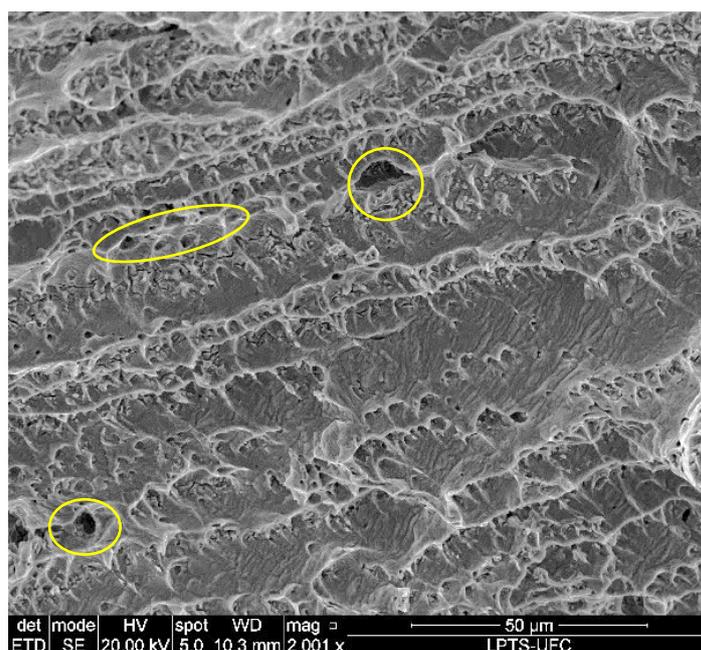
A fração de fase secundária na condição envelhecida foi significativamente menor nessa temperatura de envelhecimento como visto anteriormente, o aumento do tempo de tratamento gerou a dissolução das fases majoritárias e permanecendo principalmente os carbonetos.

Xu *et al.* (2013) indicou na avaliação das propriedades mecânicas de revestimento da Inconel 625 soldado a arco plasma pulsado que a fratura ocorreu ao longo da região interdendrítica, o autor identificou a presença da fase delta e carbonetos nos *dimples* da superfície da fratura, indicando onde se iniciou a formação de *dimples* que resultou na propagação da fratura.

A quantidade de energia absorvida pela liga *in-situ* C foi superior à 100J em todas as condições envelhecidas à 950°C, até mesmo na condição de 10h onde se identificou a precipitação da fase δ – Ni₃Nb. Apesar dessa fase ser incoerente com a matriz sua discreta presença não gerou intensos efeitos deletérios na tenacidade do material.

Na Figura 150 mostra muitos *dimples* que se formaram em torno de carbonetos e fases remanescentes nos contornos de grão, mesmo após 200h de envelhecimento.

Figura 150 - Fractografia dos corpos de prova da liga *in-situ* C envelhecidos à 650°C no tempo de 200h.



Fonte: Elaborada pela autora.

5.4 Propriedade de resistência a Corrosão

Neste tópico serão apresentados os resultados das performances das ligas *in-situ* A, B e C à resistência a corrosão, por meio de ensaio por imersão. Os valores de temperatura crítica de pite foram bem semelhantes para as ligas *in-situ* A, B e C na condição como soldado, conforme pode ser vista na Tabela 40. As ligas *in-situ* A e B se mostraram resistentes até quando submetidas à temperatura mais alta da norma utilizada que é de 85°C, enquanto que uma amostra da liga *in-situ* C apresentou pite quando submetida à essa mesma temperatura.

Como as ligas *in-situ* A e B não apresentaram pite na temperatura mais alta recomendada pela norma, considerou-se que sua temperatura crítica de pite é maior que 85°C, pois é necessário que a liga seja submetida à uma temperatura maior que 85°C para que ocorra o pite.

Tabela 40 - Média das temperaturas críticas de pite atingidas pelas ligas na condição como soldada.

Composição	Temp. Crítica de Pite °C
A	>85
B	>85
C	80

Fonte: Barreto (2018).

Os valores das temperaturas críticas de pite apresentadas pelas ligas *in-situ* A, B, mostraram que essas ligas na condição como soldada possui uma excelente performance de resistência à corrosão por pite. Apesar de ter apresentado perda de massa em virtude do pite na temperatura de 80°C, em uma amostra, a temperatura crítica de pite da liga *in-situ* C corresponde ao de ligas com elevada resistência à corrosão.

Os valores de temperatura crítica de pite apontados pelas ligas *in-situ* A, B e C na condição como soldado, devem estar relacionados com a composição global dessas ligas. Ao misturar as ligas Inconel 625 e Hastelloy C-276 o Cr, que é o principal elemento de resistência a corrosão dessas ligas, nas composições das ligas *in-situ* o teor de Cr é elevado a um valor maior que o apresentado na liga Hastelloy C-276 para um pouco menos de Mo, e um incremento de Mo significativo em relação aos 9% Mo nominal da liga Inconel 625, ainda que tenha uma redução do Cr. Além disso, tem-se uma mistura no Nb e W.

Durante a solidificação o molibdênio, em virtude do seu coeficiente de distribuição, é segregado para o líquido interdendrítico. Porém, devido a combinação do aumento do teor do Mo nas ligas *in-situ* A, B e C, em relação a liga Inconel 625, com a elevada taxa de resfriamento nas soldagens dos revestimentos, um grande volume do molibdênio permanece na dendrita por não ter havido tempo hábil para sua segregação durante a solidificação.

Além disso, a presença do W, pode ter sido relevante, uma vez que a literatura apresenta o W como um elemento que tem papel semelhante ao Mo quanto à resistência à corrosão localizada, mas sem o mesmo poder de segregação, permanecendo em alta concentração no centro da dendrita. Logo, por apresentar um elevado teor de Mo e W na região de centro de dendrita, as ligas *in-situ* A, B e C tornam-se menos susceptível ao ataque de corrosão por pite por essa região, o ataque de corrosão por pite pelo centro de dendrita é característico da liga Inconel 625.

É importante destacar que a composição química das fases topologicamente compactas apresentadas nas ligas *in-situ* A, B e C apresentaram em sua composição Mo, W e Nb, que conforme sugerido nesse trabalho são os elementos que compõem o Mo_{eq} dessas fases.

Acredita-se que o nióbio ocupe na estrutura cristalina dessa fase, pelas semelhanças das características atômicas discutidas anteriormente na solidificação das ligas *in-situ* A, B e C, posições que anteriormente eram ocupadas pelos elementos de Mo. Assim essas fases secundárias podem se formar com menor participação de Mo que as fases apresentadas nas ligas Hastelloy C-276, permanecendo o Mo em solução tanto na dendrita, quanto na região interdendrítica.

Outro fator relevante para a elevada performance dessas ligas quanto a resistência a corrosão por pite é a quantidade de fases secundárias precipitadas durante o processo de soldagem. Silva (2011) destaca que as fases topologicamente compactas dessas ligas são enriquecidas de molibdênio e tungstênio, porém a interface dos precipitados torna-se empobrecidas desses elementos. Logo essa região comporta-se como uma pilha galvânica, sendo susceptíveis à iniciação e ao crescimento do pite.

No entanto pelas ligas *in-situ* A, B e C na condição como soldada, terem apresentado um volume de precipitação de fases secundárias muito discreta, elementos como molibdênio e tungstênio são distribuídos de forma mais uniforme na região

interdendrítica, minimizando a quantidade de interfaces com precipitados. Além disso, a menor quantidade de precipitados ricos em Mo, W e Nb implica em maior concentração desses elementos dissolvidos em solução sólida substitucional.

Aguiar (2010) avaliou a resistência à corrosão por pite do metal de solda de superligas de níquel. Ao ser submetido ao ensaio de corrosão por imersão o metal de solda de liga Inconel 625 apresentou perda de massa superior à 0,0001 g/cm² em decorrência da formação de pite na face do lado do substrato à temperatura de 55°C.

O autor atribuiu a menor resistência à corrosão da face do corpo de prova no lado do substrato em decorrência da maior segregação do molibdênio em função do seu maior teor de ferro e do maior número de ciclos térmicos sofridos.

Para o metal de solda do revestimento da liga Hastelloy C-276, Aguiar (2010) observou o surgimento de pite no ensaio de corrosão por imersão após o material ser submetido à faixa de temperatura de 75- 80°C.

Santiago (2013) ao submeter metais de solda de revestimentos soldados simultaneamente com as ligas Inconel 625 e Hastelloy C-276 comparou os resultados referentes a diferentes níveis de diluição, 9,7% e 22,57%, e destacou que as amostras retiradas do revestimento de menor diluição suportaram o limite superior de temperatura da norma 85°C sem apresentar perda de massa maior que 0,0001 g/cm², e uma das amostras referentes ao revestimento de maior diluição apresentou pite ao ser submetida à temperatura de 80°C.

Segundo Aguiar (2010) as ligas Inconel 625 e Hastelloy C-276 na condição como soldada apresentaram as respectivas características críticas de pite menores que as obtidas pelas ligas equivalentes nas condições forjadas e solubilizadas, em virtude da ocorrência do fenômeno da segregação do molibdênio durante a soldagem.

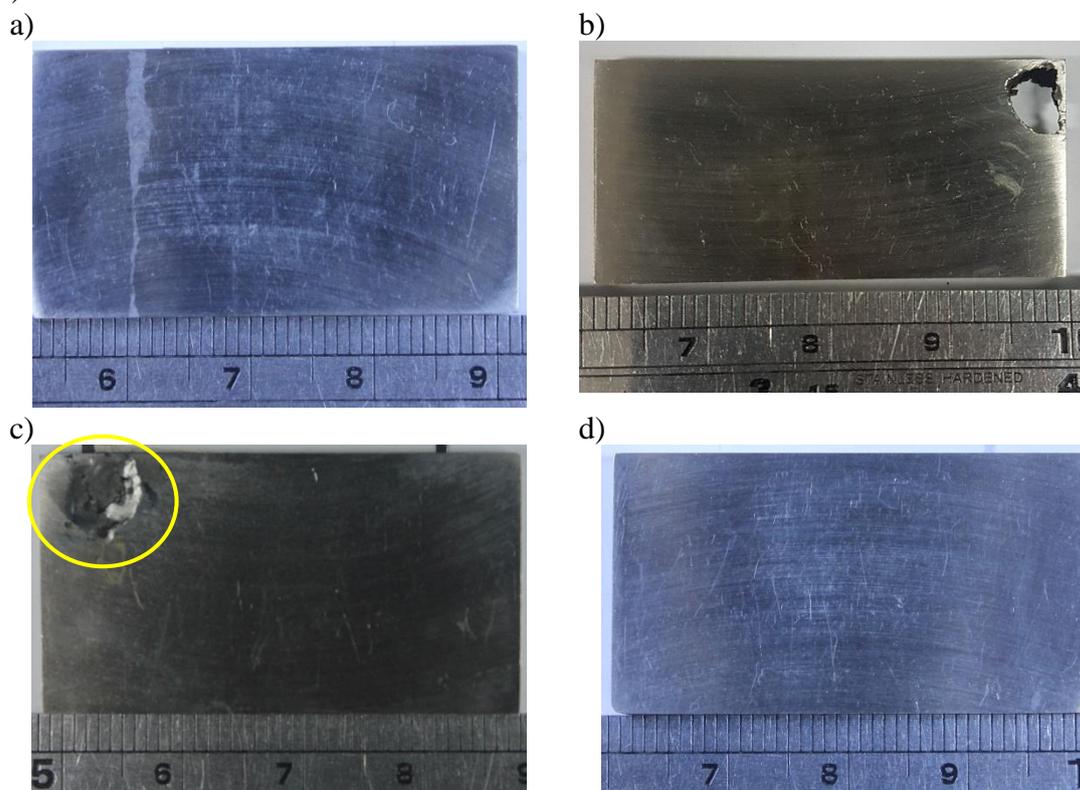
Assim como o fenômeno de segregação afetou a performance a corrosão das ligas Inconel 625 e Hastelloy C-276, o mecanismo de difusão pode gerar alterações metalúrgicas que impactem na temperatura crítica de pite das ligas *in-situ* A, B e C. As considerações a seguir mostram o efeito que o envelhecimento gerou nos resultados dos ensaios de corrosão por imersão.

5.4.1 Liga *in-situ* A envelhecida

A temperatura inicial utilizada nos ensaios de corrosão por imersão foi de 45°C, optou-se por manter uma posição conservadora a fim de se investigar possíveis prejuízos que o envelhecimento poderia gerar nas ligas estudadas.

A Figura 151 corresponde as imagens das amostras de cada uma das respectivas condições de envelhecimento após ensaio de corrosão por imersão segundo a norma ASTM G-48 método C. É possível destacar que os pites apresentados na Figura 151b) e c) mostraram-se bem acentuados, atingido de uma face a outra das amostras.

Figura 151 - Amostras da liga *in-situ* A envelhecidas à 650°C. a)10h. b)50h. c)100h e d)200h.



Fonte: Elaborado pela autora.

Segundo a norma ASTM G-48 método C, o incremento realizado na temperatura de cada ensaio é de 5°C, e a temperatura crítica de pite é considerada àquela temperatura ensaiada imediatamente inferior à temperatura na qual o ensaio foi realizado e o pite foi identificado. Como por exemplo, uma amostra da liga *in-situ* A apresentou pite ao final do ensaio realizado à temperatura de 85°C, logo a temperatura crítica de pite

dessa amostra é 80°C, que corresponde a maior temperatura na qual a amostra foi submetida e não apresentou perda de massa por pite.

Algumas condições não apresentaram pite após serem submetidas à maior temperatura de ensaio indicada na norma que é de 85°C, logo para essas condições considera-se que a temperatura crítica de pite pode ser maior de 85°C.

A Tabela 41 mostra as temperaturas críticas de pite de cada uma das condições envelhecidas da liga *in-situ* A. Dentre os resultados obtidos para a liga *in-situ* A envelhecida à temperatura de 650°C a condição que apresentou menor temperatura crítica de pite foi à referente ao período 100h de envelhecimento.

Tabela 41 - Valores de temperaturas críticas de pite da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C.

		Tempo de envelhecimento (h)				
		0	10h	50h	100h	200h
Temperatura crítica de pite (°C)	650°C	>85	85	85	70	85
			80	80	70	80

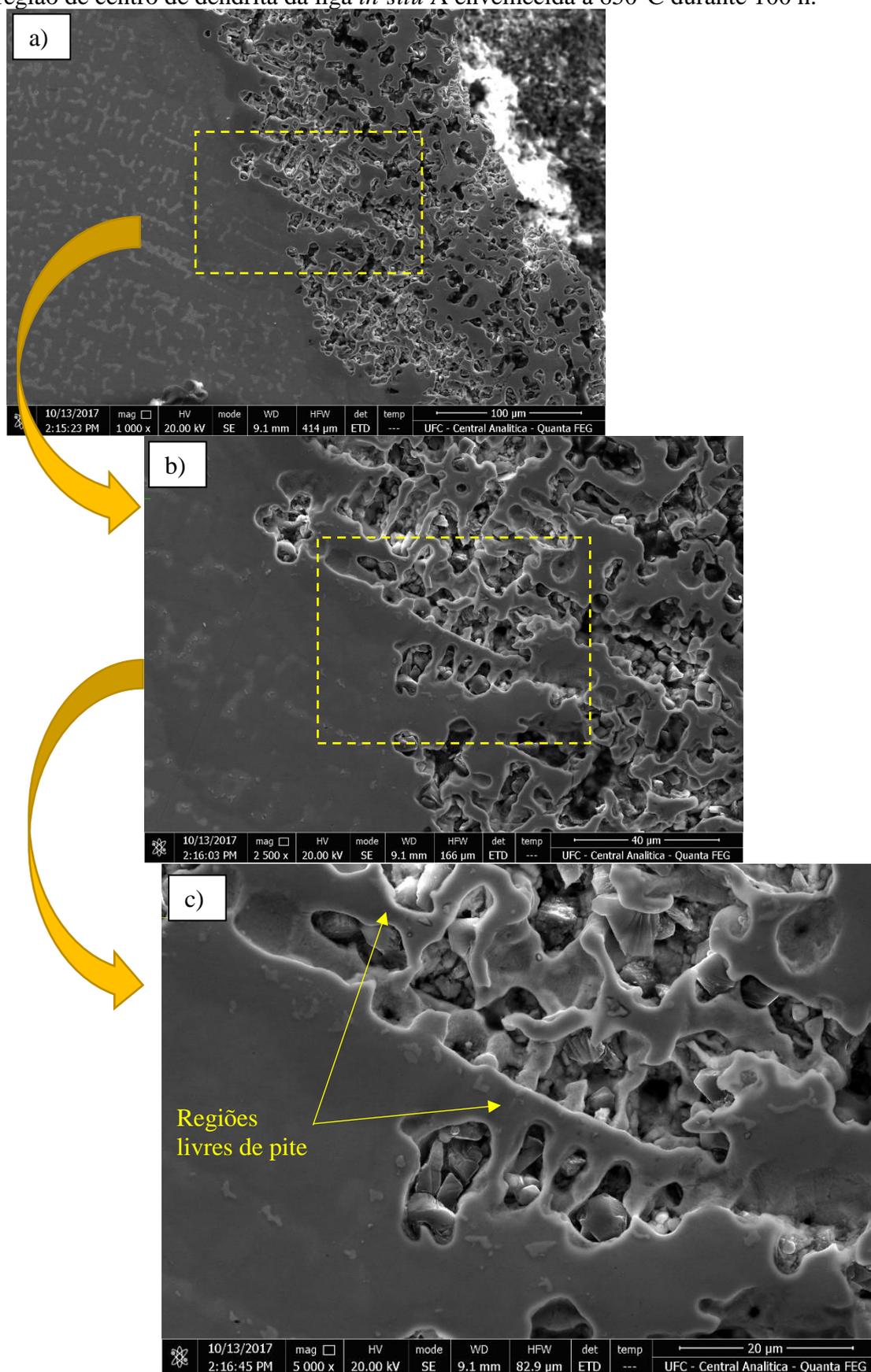
Fonte: Elaborado pela autora.

A redução da resistência a corrosão por pite na condição à 100h de envelhecimento deve estar relacionada a maior fração de fase secundária precipitada na liga nessa condição, como visto na Figura 111.

Além do crescimento de fases secundárias na região interdendrítica, observa-se também nessa condição intensa precipitação de carbonetos nos contornos de grãos que podem ser enriquecidos de cromo ou de molibdênio. Tornando regiões empobrecidas desses elementos que participam diretamente da resistência a corrosão dos materiais.

Pela Figura 152 é possível observar o resultado do ensaio de corrosão por imersão na liga *in-situ* A na condição envelhecida à temperatura de 650°C por 100h foi polida com a finalidade de se investigar o mecanismo de corrosão. Ao analisar a região que sofreu ataque por pite com maior magnificação por meio das micrografias da Figura 152 b) destaca-se que algumas regiões sofreram ataques pelo avanço do pite e outras mantiveram-se resistentes. Na Figura 152 c) observa-se que em várias regiões interdendríticas com a presença de precipitados permaneceram intactas ao ataque do pite, enquanto que as regiões de centro de dendrita foram consideravelmente atacadas.

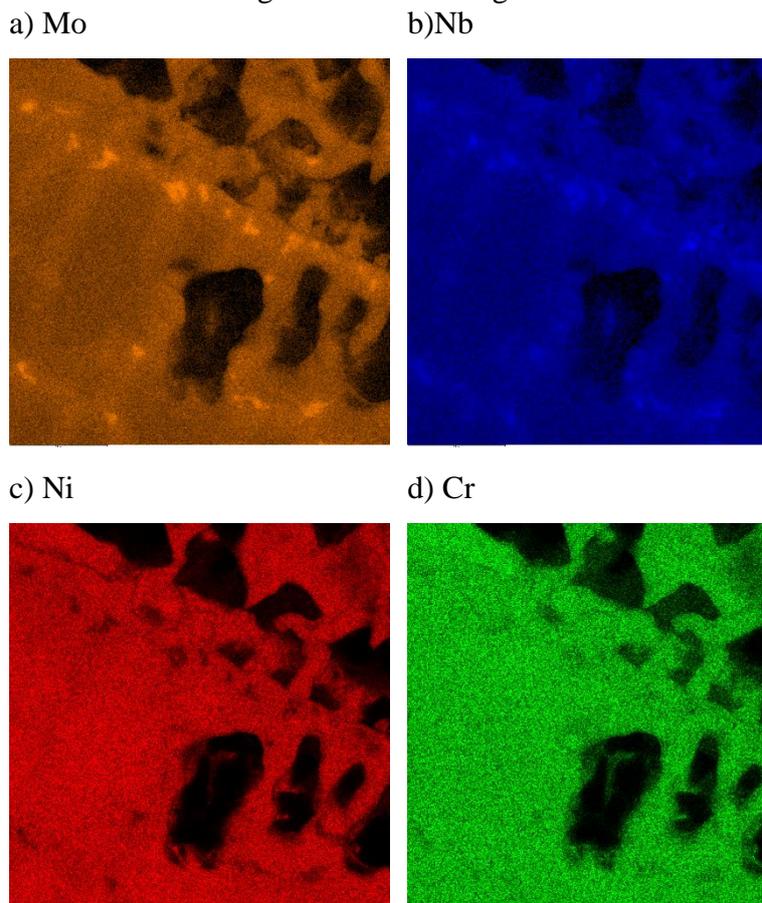
Figura 152 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura do pite apresentado na região de centro de dendrita da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C durante 100 h.



Fonte: Elaborado pela autora.

A análise da Figura 153, que consiste no mapa de composição química da região vista na Figura 152 c), mostra não haver entre as regiões de centro de dendrita e interdendrítica diferença significativa na concentração de Cr, que é o principal elemento na resistência a corrosão por participar da formação da camada passiva dessas ligas de níquel, porém é possível observar que o teor do Mo é maior nas regiões interdendríticas que no centro de dendrita.

Figura 153 - Análise de EDS na região corroída na liga *in-situ* A envelhecida à 100h.



Fonte: Elaborado pela autora.

É possível destacar que o mecanismo de corrosão apresentado nessa região foi por meio do ataque e crescimento preferencial na região de centro de dendrita, por apresentar menor concentração de Mo na região interdendrítica, tornando essa região local preferencial para propagação do pite.

As características de corrosão observadas nessa região da liga *in-situ* A assemelham-se ao mecanismo de corrosão localizada apresentada pelo metal de solda da liga Inconel 625 em várias técnicas de avaliação da performance a corrosão da liga.

Silva (2010) destacou ao investigar a corrosão por pite, por meio de ensaio eletroquímico, que a corrosão das amostras retiradas dos revestimentos soldados com a liga Inconel 625 ocorreu ao longo dos centros de dendritas, em virtude do empobrecimento de Mo desta região por consequência do processo de microsegregação durante a solidificação.

Comportamento semelhante foi observado ao realizar ensaio por imersão em metais de solda produzidos pelo processo TIG com alimentação de arame a frio, cujo resultado mostrou que a área corroída para a liga 625, foi concentrada ao longo do núcleo dendrítico (SILVA *et al.*, 2014).

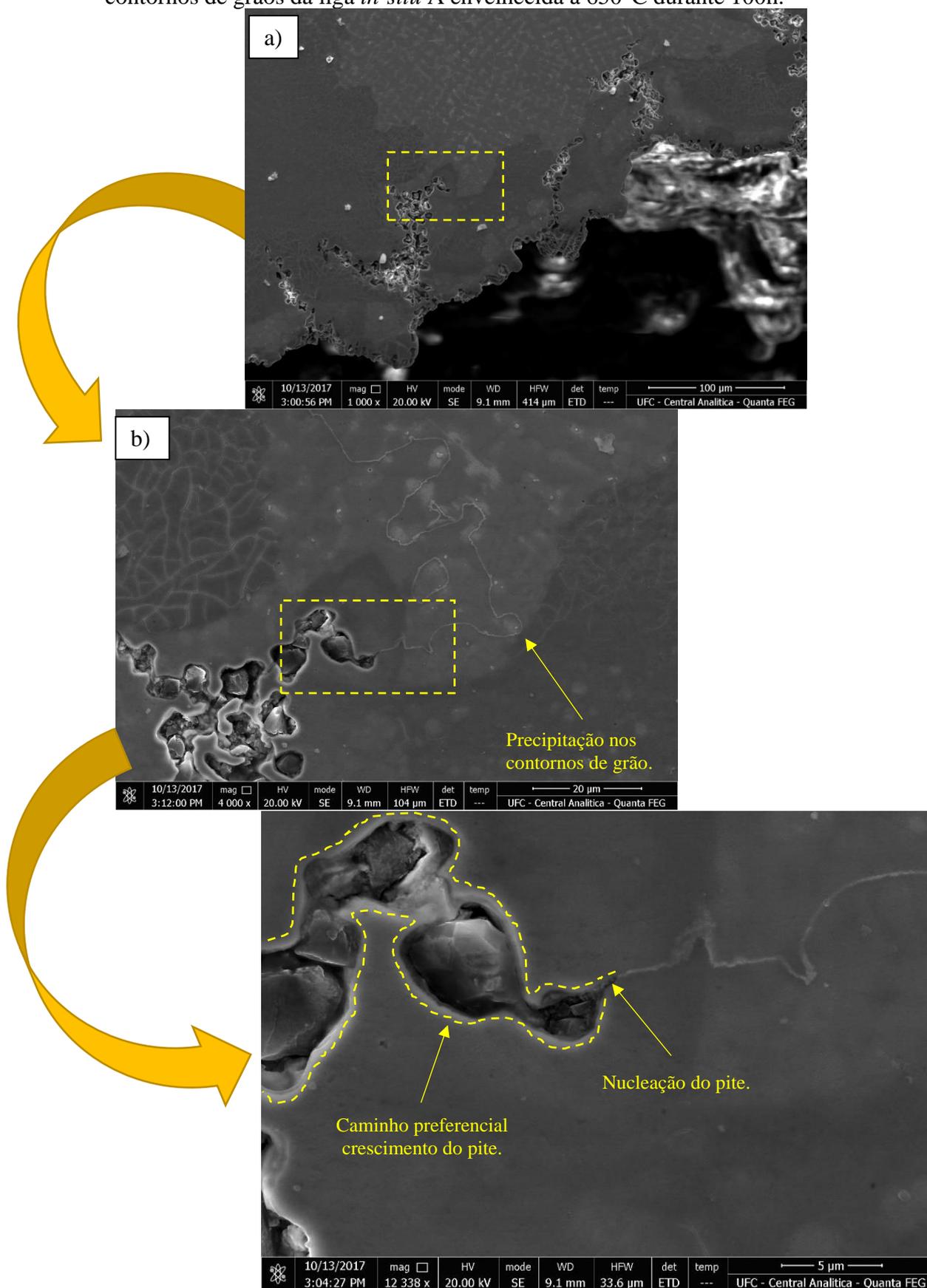
Na Figura 154 a) é possível visualizar uma outra área da liga *in-situ* A envelhecida na temperatura 650°C por 100h que sofreu o ataque por pite. Ressalta-se que os locais preferenciais de crescimento do pite, nesse caso, não foram de forma prioritária no centro da dendrita como visto na Figura 152.

Ao observar a imagem em maior magnificação na Figura 154 b) destaca-se que na microestrutura existe a precipitação em forma de filme nos contornos de grãos. A Figura 154 c) mostra o caminho preferencial de crescimento do pite, que ocorreu a partir da precipitação existente nos contornos de grãos. A seta indica limite o entre duas condições do lado direito a região livre de pite e do lado esquerdo pite em estágio de crescimento.

Nesse limite entre as regiões é possível destacar que a corrosão ocorre inicialmente numa região bem estreita, na interface da precipitação do contorno de grão, e a partir dessa nucleação se propaga no contorno do filme avançando para o interior do grão, conforme é visto na região contornada na Figura 154 c).

Como visto na análise microestrutural da liga *in-situ* A, a região de contorno de grão foi local para a precipitação de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$, sendo o precipitado enriquecido de molibdênio ou de cromo, desse modo, seu entorno apresenta um déficit de concentração formando um gradiente de concentração de elementos nobres, comportando-se como uma pilha galvânica promovendo o surgimento do pite.

Figura 154 - Imagens de MEV do pite apresentado em torno dos precipitados dos contornos de grãos da liga *in-situ* A envelhecida à 650°C durante 100h.



Fonte: Elaborado pela autora.

Hodge (1973) destacou o ataque intergranular em ligas de níquel da família NiCrMo envelhecidas à 760°C por 1 hora. O autor explica que o aumento do tempo de envelhecimento para 24h promoveu uma corrosão lateral em virtude da depreciação da matriz de elementos importantes para a resistência a corrosão.

O autor destaca que a cinética de precipitação de fases topologicamente compactas, como a fase μ é mais lenta que referente à formação de carbonetos, que se precipitou preferencialmente nos contornos de grãos.

As amostras após ensaio de corrosão por imersão da liga *in-situ* A envelhecida à temperatura de 950°C podem ser vistas na Figura 155. A condição envelhecida por 200h apresentou um pite em estágio de avançado de crescimento.

Figura 155 - Amostras da liga *in-situ* A envelhecidas à 950°C. a)10h. b)50h. c)100h e d)200h.

a)



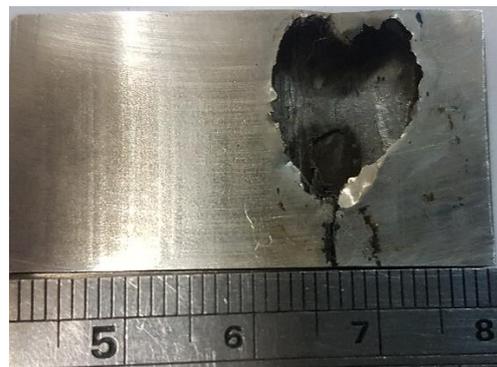
b)



c)



d)



Fonte: Elaborada pela autora.

Os resultados obtidos para as condições da liga *in-situ* A envelhecida à temperatura de 950°C, mostraram que as menores temperaturas críticas de pite foram

apresentadas quando a liga *in-situ* A foi submetida ao maior período de envelhecimento, 200h, como visto na Tabela 42.

Tabela 42 - Valores de temperaturas críticas de pite da liga *in-situ* A envelhecida à 950°C.

		Tempo de envelhecimento (h)				
		0	10h	50h	100h	200h
Temperatura crítica de pite (°C)	950°C	>85	85	85	85	60
			85	80	85	60

Fonte: Elaborado pela autora.

No estudo das fases secundárias precipitadas no envelhecimento da liga *in-situ* A à temperatura de 950°C foi possível observar que na condição de 200h de envelhecimento as fases com morfologia disforme apresentaram maiores dimensões. As análises químicas desses precipitados mostraram que essas microestruturas possuem em suas composições aproximadamente 40% de Mo e 6% de W, valores consideravelmente maiores que os referentes a participação desses elementos na composição química global da liga *in-situ* A (15,6% de Mo e 1,53% W). A concentração desses elementos nos precipitados torna outras regiões com concentração baixa de Mo e W que são importantes para a corrosão localizada,

Lloyd *et al.* (2015) destaca que a camada de proteção nas ligas de níquel da família NiCrMo é dividida em uma região externa enriquecida de Ni (contato com o meio) e uma região interna em contato com o metal. As ligas com alto teor de cromo promovem o enriquecimento desse elemento na camada interna, promovendo o aumento na sua espessura distanciando o meio corrosivo da superfície do metal retardando a nucleação do pite.

Portanto, Cr é necessário na liga para formar um filme passivo protetor, mas uma vez que a passivação é destruída e a corrosão localizada é estabelecida, a presença de Mo na liga é o elemento crucial que controla uma rápida repassivação (KLAPPER *et al.*, 2014).

A espessura da camada vai depender do equilíbrio entre a sua intensidade de formação/recuperação e a sua dissolução. O Mo e W presentes na liga participam da camada mais externa se ligando a defeitos gerados com o aumento do potencial nessa

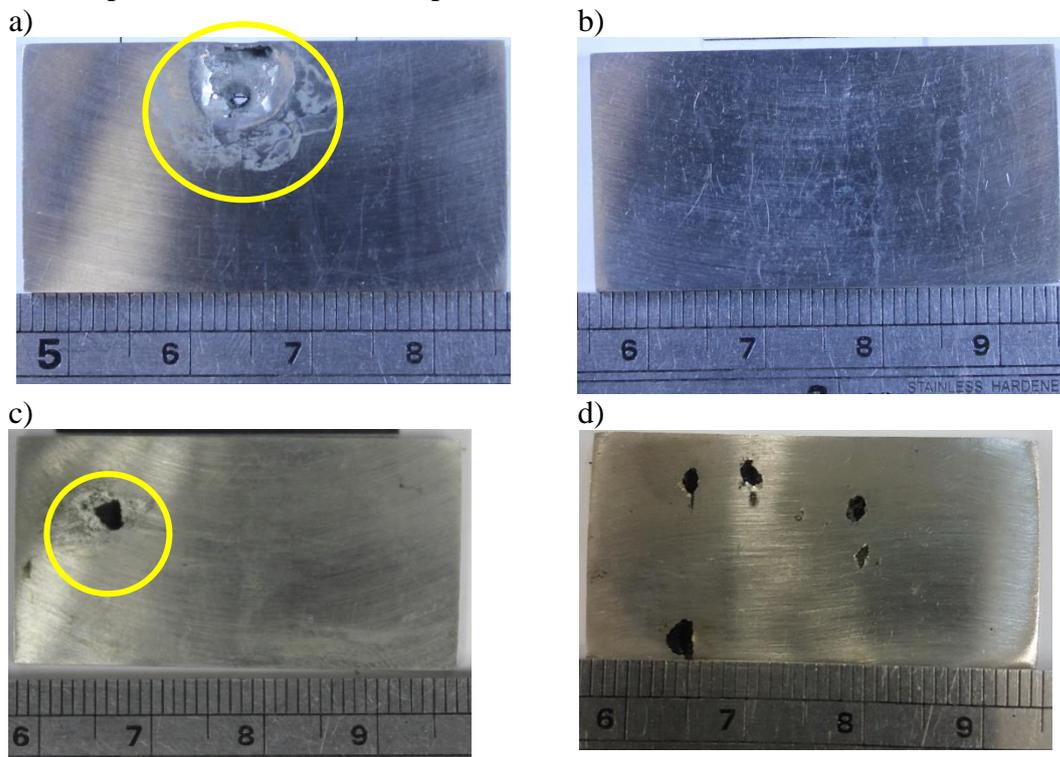
camada. Desse modo, a falta de uniformidade na distribuição de Mo e W na matriz, gera efeitos severos a resistência a corrosão por pite (LLOYD *et al.*, 2015).

Lloyd *et al.* (2015) destaca que a presença de W nas ligas Hastelloy C276 e C22 parece ter suprimido a corrente passiva e ter melhorado a espessura do filme, ressaltando que uma vez que a oxidação e liberação de Cr se tornem possíveis, a quantidade de W da liga desempenha um papel mais significativo na suspensão da dissolução passiva.

5.4.2 Liga *in-situ* B envelhecida

O estudo da avaliação da performance de resistência à corrosão por meio de ensaio por imersão da liga *in-situ* B envelhecida está apresentado a seguir. A Figura 156 corresponde as imagens das amostras de cada uma das respectivas condições de envelhecimento da liga *in-situ* B após ensaio de corrosão por imersão.

Figura 156 - Amostras da liga *in-situ* B envelhecidas à 650°C. a)10h. b)50h. c)100h e d)200h após o ensaio de corrosão por imersão.



Fonte: Elaborado pela autora.

As temperaturas críticas de pite suportadas por cada uma das condições da liga *in-situ* B envelhecidas à 650°C, são visualizadas na Tabela 43.

A condição envelhecida durante o período de 10h de envelhecimento suportou temperatura foi resistente ao pite até 75°C, porém é importante destacar que o mecanismo de corrosão apresentado por essa amostra foi bem mais agressivo, como visto na Figura 156. No entanto, a amostra referente a condição de 100h de envelhecimento apresentou pite após ensaio à temperatura de 55°C, sendo esse mecanismo de corrosão menos severo.

Tabela 43 - Valores de temperaturas de críticas de pite da liga *in-situ* B envelhecida à 650°C.

		Tempo de envelhecimento (h)				
		0	10h	50h	100h	200h
Temperatura crítica de pite (°C)	650°C	>85	75	85	55	60
			85		60	60

Fonte: Elaborada pela autora.

O comportamento da temperatura crítica de pite para as condições envelhecidas à temperatura de 650°C mostrou que a temperatura crítica de pite da liga *in-situ* B tende a diminuir com o aumento do tempo de envelhecimento.

O aumento do tempo de envelhecimento, principalmente nos períodos de 100h e 200h promoveram uma drástica redução na temperatura crítica de pite da liga B.

Na análise microestrutural da liga *in-situ* B envelhecida à 650°C foi possível observar diferença na morfologia das fases apresentadas nos períodos mais curtos 10h e 50h das visualizadas nas amostras das condições de 100h e 200h.

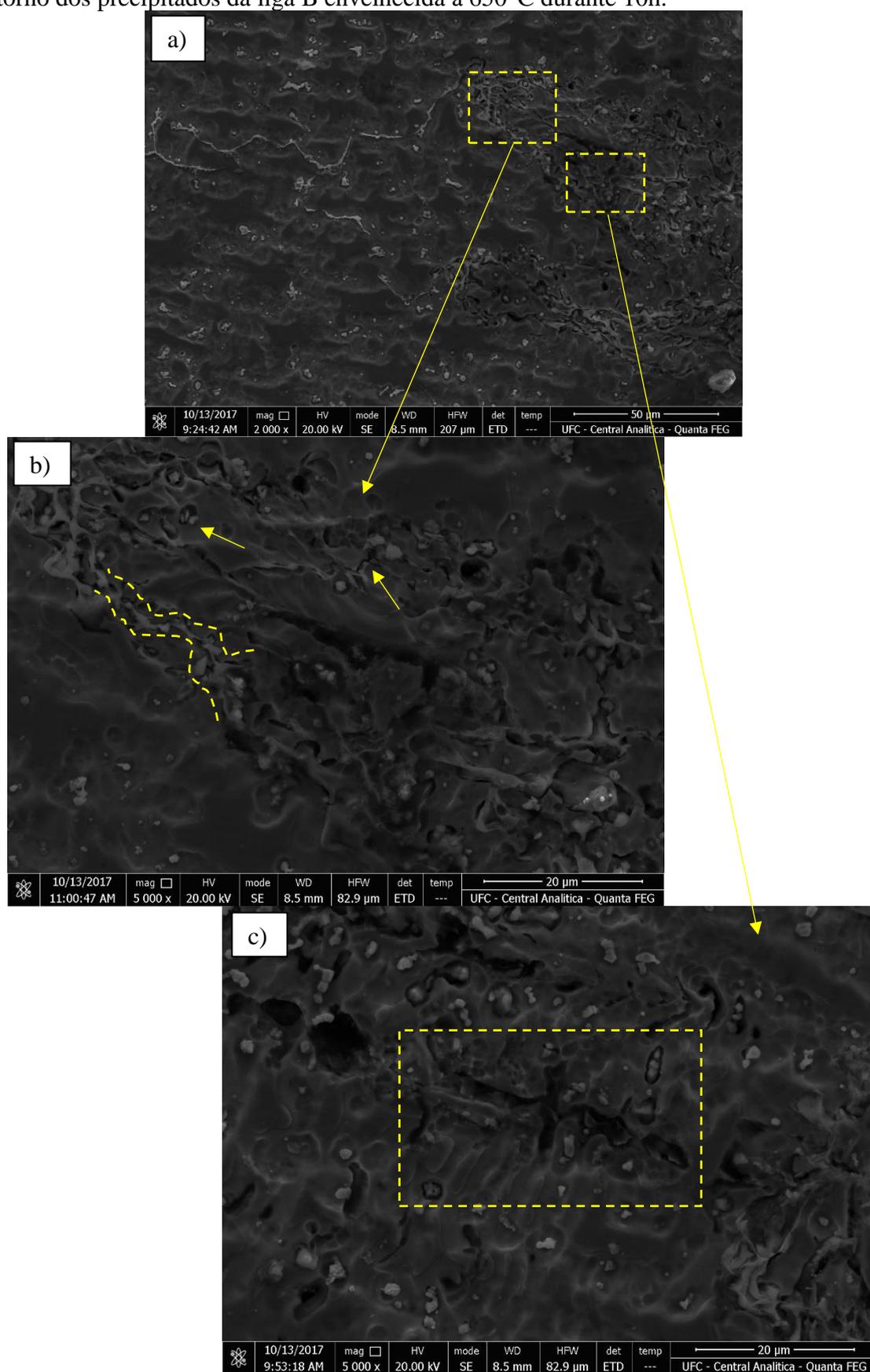
Ressalta-se a morfologia apresentada na Figura 83 e Figura 84, nas quais foi possível destacar precipitados de menores dimensões dispersos em torno de precipitados maiores. Acredita-se que esses conglomerados de precipitados sejam enriquecidos de Mo e W, diminuindo a quantidade desses elementos disponíveis para a formação da dupla camada de proteção.

Realizou-se um corte transversal na amostra da liga *in-situ* B envelhecida à temperatura de 650°C por 10h para a análise microscópica da corrosão resultado do

ensaio de imersão. As regiões demarcadas na Figura 157 a) foram analisadas a fim de se investigar o mecanismo de corrosão localizada ocorrido na liga *in-situ* B.

As imagens na Figura 157 a) e b) mostram com mais detalhes as regiões que sofreram ataques de corrosão localizada, as setas mostram as frestas menores que se originam na interface entre os precipitados. É possível destacar que a corrosão por pite ocorreu tanto nos precipitados maiores em cadeia, como em precipitados menores localizados no interior do grão.

Figura 157 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura do pite apresentado em torno dos precipitados da liga B envelhecida à 650°C durante 10h.



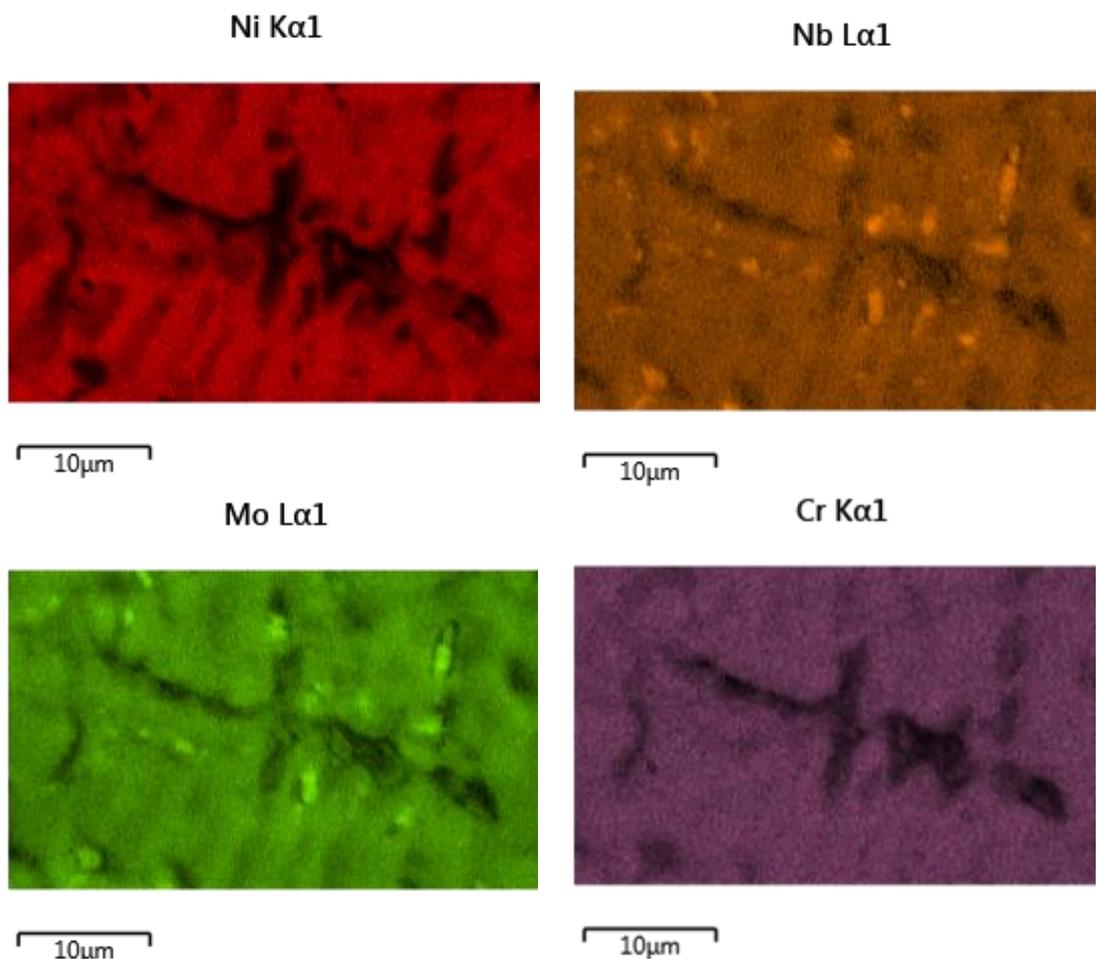
Fonte: Elaborado pela autora.

O mapa de composição química da região marcada na Figura 157 c) é visualizado na Figura 158, pela qual é possível destacar a considerável diferença entre o teor de molibdênio e nióbio presentes no precipitado e nas demais regiões.

Como destacado anteriormente na discussão da resistência da liga *in-situ* B na condição como soldada, essa liga apresenta em sua composição química global aproximadamente 17% de Mo e mesmo com a segregação durante a soldagem a região interdendrítica não apresenta grande déficit desse elemento.

Durante o envelhecimento o molibdênio presente na região interdendrítica, difundiu-se para o crescimento das fases interdendríticas formadas anteriormente durante a soldagem. Deixando a interface entre o precipitado e a fase secundária menos provida de molibdênio, tornando-se a região preferencial de nucleação do pite, que crescem preferencialmente nas regiões na qual existe cadeias de precipitados, pela maior quantidade de interfaces.

Figura 158 - Análise de EDS na região corroída na liga *in-situ* B envelhecida à 10h.



Fonte: Elaborado pela autora.

Desse modo, é importante destacar que o mecanismo de corrosão apresentado pela liga *in-situ* B é semelhante ao que a literatura apresenta para a ligas NiCrMoW.

No caso das ligas Hastelloy C-276 e Inconel 686, devido ao seu maior teor de molibdênio, o centro de dendritas apresenta ainda uma quantidade apreciável de Mo capaz de torná-la resistente em comparação com a liga Inconel 625. Além, disso a adição de W à liga auxilia neste aumento de resistência a corrosão do centro das dendritas para substituir o Mo perdido (SILVA, 2010).

O autor destaca que na região interdendrítica verificou-se a presença de fases ricas em Mo e W, e que apresentam uma região empobrecida destes elementos na sua vizinhança. A queda destes elementos ao redor das fases TCP, especialmente da fase P, chega a valores de 4% para o Mo e praticamente zero para o W. tais alterações metalúrgicas torna estas regiões extremamente susceptíveis aos ataques dos meios corrosivos, explicando o porquê da distinção entre o ataque preferencial observado em cada uma das ligas (SILVA, 2010).

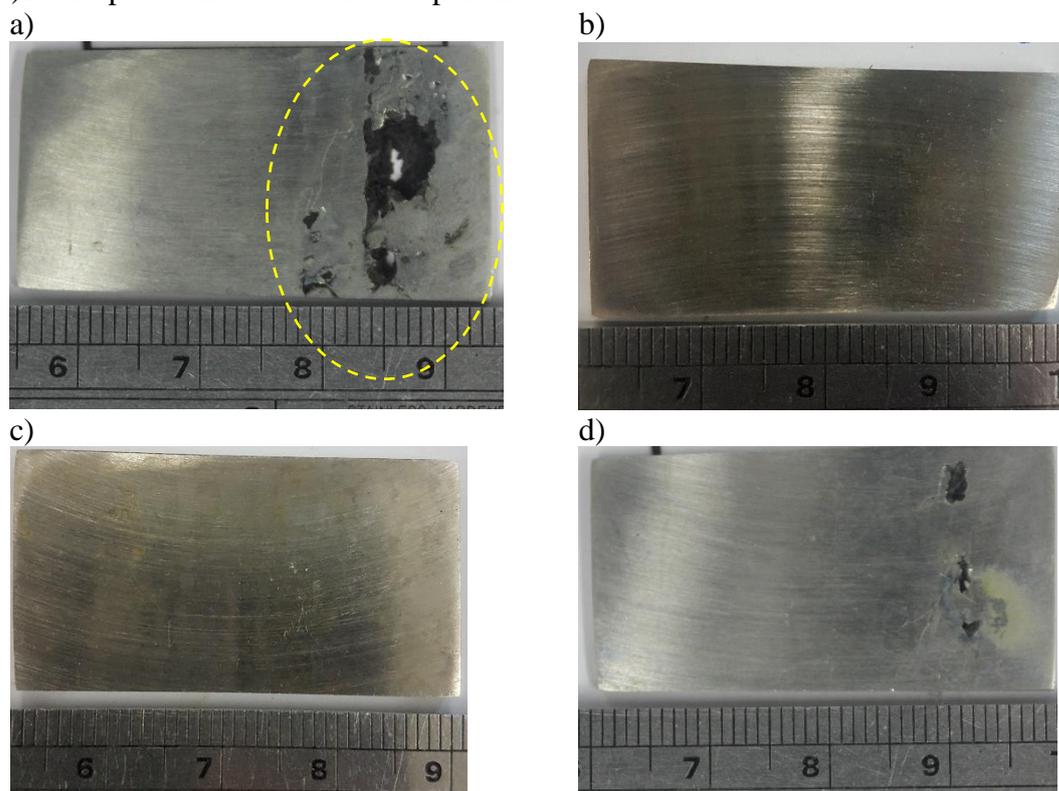
Hodge (1973) destaca que ao envelhecer a liga Cr (14,94%), W (5,68%), Fe (4,65%), e Mo (15,82%) a microestrutura apresentada apresentou apenas a precipitação de carbonetos indicando que sua reação de precipitação é mais rápida que a de fases intermetálicas.

O autor relacionou o aumento do volume de precipitação de fase μ e de carbonetos precipitados com o aumento da taxa de dissolução da camada passiva. Destacando que na investigação realizada os carbonetos mostrarem uma influenciar maior que a fase μ nesse mecanismo, em virtude dos carboneto se apresentaram de forma contínua nos contornos de grãos, enquanto que a fase μ foi observada de forma dispersa em morfologia globular, além disso os carbonetos contém em suas composições maior participação de molibdênio que a fase μ que é mais instável.

Mishra *et al.* (2015) observou que o envelhecimento reduziu a resistência a corrosão localizada da liga Inconel 722 os autores ressaltam que esse comportamento pode ser efeito do aumento do volume de fração de fases secundárias precipitadas que podem ser lugares preferenciais de nucleação do pite.

Os resultados da liga *in-situ* B envelhecida à 950°C podem ser vistos na Figura 159, cujos pites apresentados

Figura 159 - Amostras da liga *in-situ* B envelhecidas à 950°C. a)10h. b)50h. c)100h e d)200h após o ensaio de corrosão por imersão.



Fonte: Elaborado pela autora.

Conforme os valores de temperatura crítica de pite da Tabela 44 A condição de 10h de envelhecimento à temperatura de 950°C mostrou-se a mais prejudicial para a liga *ins-situ* B, que em uma de suas amostras apresentou pite na temperatura de 60°C, destaca-se a severidade do ataque destacado na Figura 159 no qual o pite atacou a amostra de uma face a outra. Enquanto que para as condições de 50h e 100h de envelhecimento à temperatura crítica de pite foi elevada.

Tabela 44 - Valores de temperaturas de críticas de pite da liga *in-situ* B envelhecida à 950°C.

		Tempo de envelhecimento (h)				
		0	10h	50h	100h	200h
Temperatura crítica de pite (°C)	950°C	>85	55	85	85	55
			60	80	85	85

Fonte: Elaborado pela autora.

O pite apresentado pela liga B envelhecida à 950°C destacado na Figura 159 a) assemelha-se com os destacados na literatura para os ensaios realizados na liga Hastelloy C 276.

Segundo Aguiar (2010) o resultado do mecanismo de corrosão apresentado no metal de solda da liga Hastelloy C-276 é mais acentuado do que o apresentado pela liga Inconel 625.

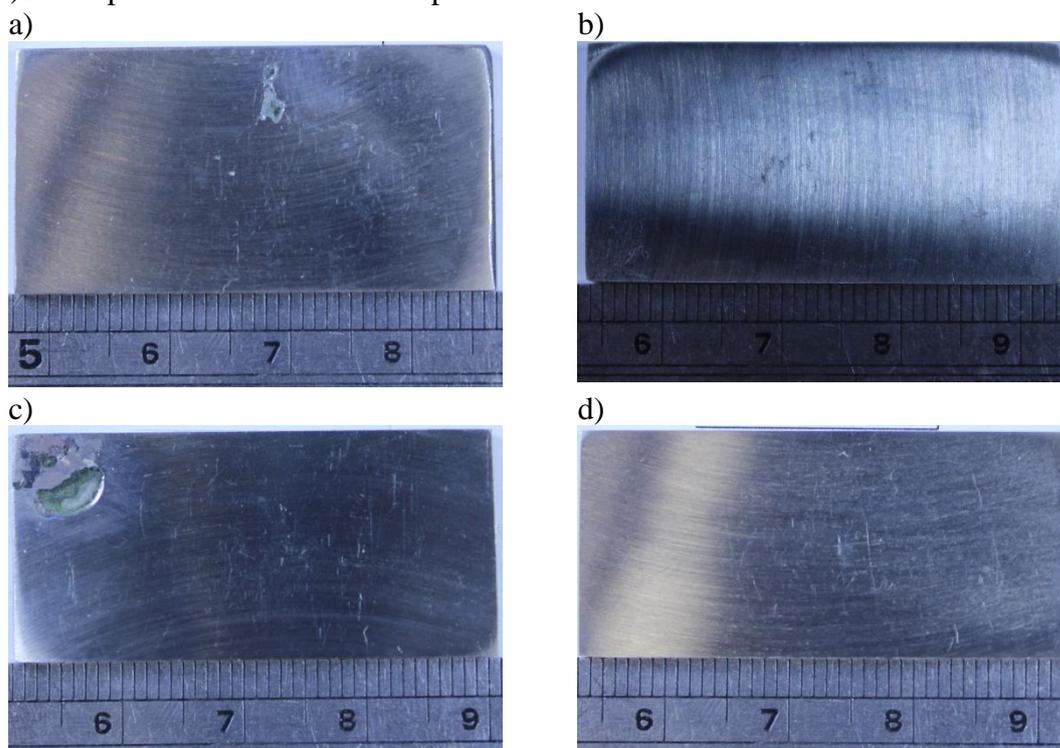
De acordo com os resultados obtidos por Silva *et al.* (2014) os testes de imersão de acordo com a norma ASTM G48 indicaram que, a 50 °C, o metal de solda da liga 625 estava com a superfície claramente corroída e nenhuma evidência de corrosão por pite na liga C276 foi observada a esta temperatura. Esse comportamento continuou até atingir 70oC, onde a liga C276 falhou. No entanto, a esta temperatura, a liga C276 foi ainda mais atacada em comparação com a liga 625

5.4.3 Liga *in-situ* C envelhecida

A seguir serão apresentados os resultados referentes aos ensaios de corrosão da liga *in-situ* C nas condições envelhecidas.

A partir da Figura 160 é possível observar as condições das amostras da liga *in-situ* C envelhecida à 650°C por cada um dos respectivos tempos de envelhecimento. Apesar da nucleação dos pites apresentados nas condições envelhecidas nos períodos de 10h e 100h, destaca-se que o crescimento deles não se deu de forma acelerada, mostrando um ataque pouco agressivo.

Figura 160 - Amostras da liga *in-situ* C envelhecidas à 650°C. a)10h. b)50h. c)100h e d)200h após o ensaio de corrosão por imersão.



Fonte: Elaborado pela autora.

As temperaturas críticas de pite suportadas por cada uma das condições da liga *in-situ* C, são visualizadas na Tabela 45. Observa-se que, de forma geral, os valores apresentados são bem próximos, supondo não haver grandes diferenças na performance de resistência à corrosão para as condições de envelhecimento da liga *in-situ* C à temperatura de 650°C.

Tabela 45 - Valores de temperaturas de críticas de pite da liga *in-situ* C envelhecida à 650°C.

		Tempo de envelhecimento (h)				
		0	10h	50h	100h	200h
Temperatura crítica de pite (°C)	650°C	80	75	85	80	85
			80	80	75	85

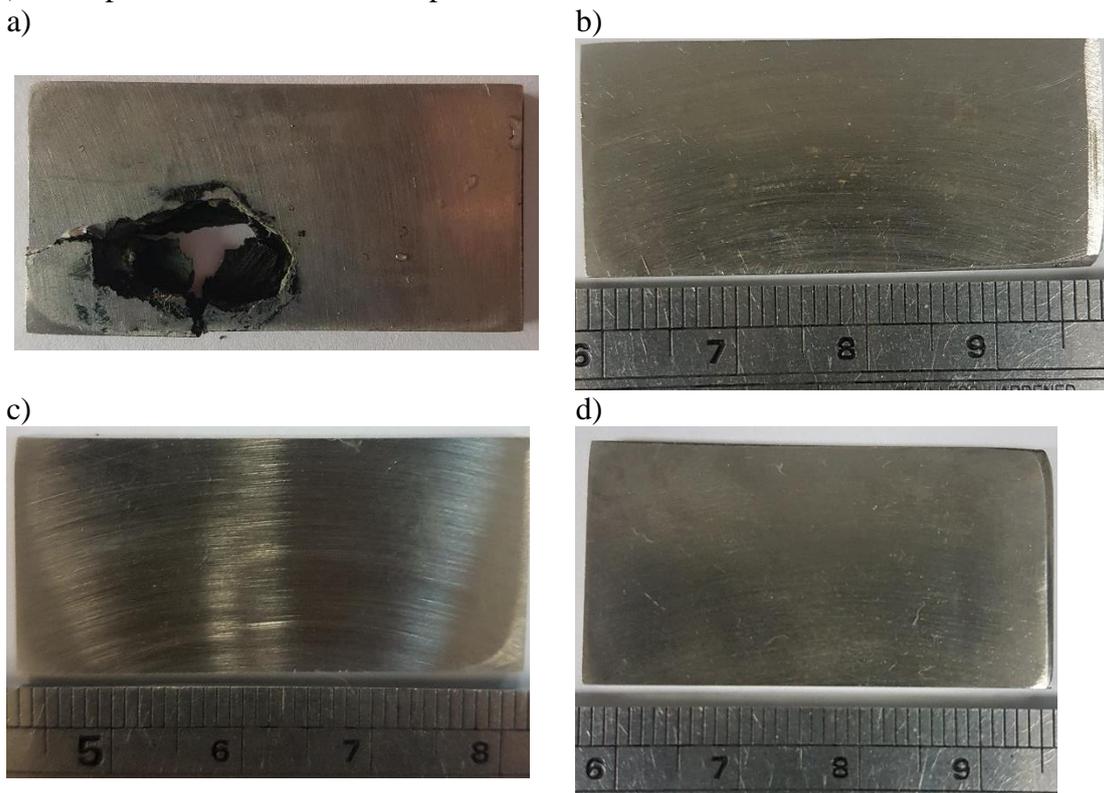
Fonte: Elaborado pela autora.

A aproximação dos valores de temperatura crítica de pite observados na liga C envelhecida à temperatura de 650°C mostra que o envelhecimento não promoveu uma

redução na resistência a corrosão por pite dessa liga, ressaltando que os valores foram semelhantes inclusive à condição como soldada.

Os resultados referentes aos ensaios realizados nas amostras da liga *in-situ* C envelhecidas serão mostrados a seguir. A Figura 161 mostra as condições das amostras após o ensaio de corrosão por imersão.

Figura 161 - Amostras da liga *in-situ* C envelhecidas à 950°C. a)10h. b)50h. c)100h e d)200h após o ensaio de corrosão por imersão.



Fonte: Elaborado pela autora.

A partir da análise dos valores das temperaturas críticas de pite vistos na Tabela 46 é possível observar que apenas uma das amostras apresentou pite no início do ensaio de corrosão por imersão que foi a condição envelhecida à temperatura de 950°C por 10h.

Tabela 46 - Valores de temperaturas de críticas de pite da liga *in-situ* C envelhecida à 950°C.

		Tempo de envelhecimento (h)				
		0	10h	50h	100h	200h
Temperatura crítica de pite (°C)	950°C	80	55	85	85	85
			85		85	80

Fonte: Elaborada pela autora.

A composição química resultante da liga *in-situ* C promoveu uma certa estabilidade na performance de resistência a corrosão dessa liga, que dentre as ligas estudadas possuem maior concentração de Cr (18,84%) e considerável participação de Mo (14,5%) e ainda possui a presença W (1,24%).

A liga Inconel 625 contribui majoritariamente para a formação da camada passiva, pelo seu teor elevado de Cr, enquanto que presença da liga Hastelloy C-276 influenciou para a repassivação da camada, por meio da presença de Mo e W.

Durante a solidificação e o envelhecimento essa liga apresentou discreta quantidade de fases secundárias (ricas em Cr, Mo, W e Nb) precipitadas tanto intragranular como nos contornos de grãos, apesar da intensa precipitação de fase Ni₃Nb a composição dos elementos necessários para a participação na formação da dupla camada de passivação permaneceram disponíveis na matriz para a proteção da liga.

Lloyd *et al.* (2015) destacaram que as análises de superfície das ligas de níquel mostraram que as ligas com alto teor de Cr (Hastelloy C-276 e C 22) foram capazes de construir óxidos mais espessos com uma estrutura em camadas consistindo de uma camada interna de óxido de Cr-Ni e um externo de Mo-Cr.

Ao envelhecer a liga Inconel 625 à temperatura de 650°C por um período de 24 à 1000h. Tawancy *et al.* (1990) destacou o aumento da taxa de corrosão em função do prolongamento do envelhecimento.

Os autores destacaram que a a formação da fase γ'' (Ni₃Nb), que foi identificada a partir de 100h e aumentou como tempo de envelhecimento, promoveram diferença da concentração de Cr com relação a matriz da liga Inconel 625, promovendo a formação de uma pilha galvânica na qual o ânodo foi a microestrutura formada pela fase Ni₃Nb (com baixo teor de cromo) e o cátodo a matriz γ (elevado teor de níquel).

Mishra *et al.* (2015) ao investigar a temperatura crítica de pite de ligas de níquel por ensaio de imersão observaram superioridade da liga Inconel 702 (21%Cr – 17%Mo) que atingiu 130°C solubilizada e 110°C envelhecida, seguida da Inconel 625 que suportou 85°C na condição solubilizada, enquanto que a Inconel 718 (18% Cr- 3% Mo) solubilizada e envelhecida apresentaram a temperatura de 45°C. Portanto, os autores explicam que, o alto teor de Mo em uma liga em associação com alto teor de cromo é necessário para alcançar uma melhor resistência à corrosão localizada.

Lloyd *et al.* (2015) ressaltaram que a crescente relação Cr/Mo das regiões externas para as internas do filme para as ligas com alto teor de Cr indicou a tendência dessas ligas de formarem uma camada interna rica em Cr, uma característica não observada para as ligas com baixo teor de Cr, que mostraram uma tendência quase insignificante para segregar Cr e Mo.

Assim acredita-se que a composição química da liga C promoveu uma relação Cr/Mo suficiente para manter uma boa performance de resistência a corrosão principalmente quando envelhecida à temperatura de 650°C nos diferentes tempos de envelhecimentos estudados na pesquisa.

6 CONCLUSÕES

Com base nos resultados apresentados sobre a produção e envelhecimento de ligas *in situ* por meio da mistura das ligas de níquel Inconel 625 e Hastelloy C-276 pelo processo MIG/MAG duplo arame, foi possível obter as seguintes conclusões quanto aos aspectos operacionais, metalúrgicos, de resistência mecânica e de performance de resistência à corrosão das ligas:

Aspectos operacionais:

- Nas soldagens com configuração duplo arame utilizando velocidades de alimentação distinta entre os eletrodos, o eletrodo de maior velocidade de alimentação deve vir a frente, o processo mostrou-se mais estável nessa condição por não gerar grande quantidade de curto-circuito no eletrodo 2, que, mesmo abrindo seu arco sobre a poça do eletrodo 1, mantém altura do arco suficiente para não gerar curtos circuitos em intensidade.
- A utilização de defasagem entre as correntes mostrou-se mais vantajosa, no que diz respeito a estabilidade dos arcos e o aspecto superficial do cordão de solda, do que as soldagens sem defasagem, com configuração duplo arame utilizando velocidades de alimentação distintas (eletrodo 1 com 65% do total da velocidade de alimentação e eletrodo 2 com 35 %).

Aspectos Metalúrgicos

- Nas soldagens das ligas *in-situ* A, B e C foram identificadas regiões parcialmente misturadas no metal de solda. Nas regiões de sobreposição observou-se que a parte mais profunda da poça apresentou uma faixa cuja composição química foi mais semelhante com a composição do eletrodo que vem a frente.
- A existência das regiões parcialmente misturadas deve-se à diferença entre às faixas de solidificação das ligas utilizadas como metal de solda, pois a liga Hastelloy C-276 possui a faixa de temperatura de solidificação (1385°C - 1313°C) mais alta e muito menor que a apresentada pela liga Inconel 625 (1367°C 1153°C).
- Os precipitados resultantes do processo de solidificação das ligas *in-situ* A, B e C, apresentaram morfologia cúbica, sendo ricos em Nb e com a presença de núcleo de

Ti ou Mg, e morfologia disforme, cuja composição química era enriquecida de Mo, Nb e W.

- A rota de solidificação proposta para as ligas *in-situ* A, B e C foi:



- O aumento da fração de fase precipitada na liga *in-situ* A envelhecida à temperatura de 650°C deve-se à formação de partículas e filmes nos contornos de grão, bem como, ao crescimento dos precipitados disformes.
- A fração de fase secundária na liga *in-situ* A envelhecida à 950°C foi maior que à apresentada na condição de 650°C de envelhecimento devido à ocorrência de precipitados complexos compostos de vários grãos.
- A maior fração de fase precipitada no envelhecimento da liga *in-situ* B, comparando com a das ligas *in-situ* A e C, deve-se ao maior percentual de Mo presente na liga *in-situ* B, sendo esse elemento o principal formador de fase secundária das ligas em estudo.

Resistência mecânica

- Os elevados valores de microdureza apresentados pelas ligas *in-situ* A e C envelhecidas à temperatura de 650°C devem-se à intensa precipitação da fase endurecedora γ'' , por essas ligas possuírem em sua composição química maior teor de Nb que a liga *in-situ* B.
- O aumento do valor de microdureza da liga *in-situ* B envelhecida em relação à condição como soldada foi atribuído ao intenso volume de fase secundária apresentado nessa liga.
- A redução da energia absorvida apresentada pelas ligas *in-situ* A e C envelhecidas em relação à condição como soldada foi relacionada à precipitação da fase γ'' quando envelhecidas à 650°C e à precipitação nos contornos de grãos quando envelhecidas à 950°C. Porém, ainda com essa redução é possível considerar elevada tenacidade dessas ligas que apresentaram *dimples* caracterizando em fratura dúctil.
- A liga *in-situ* B envelhecida à 950°C apresentou uma drástica queda na tenacidade em comparação com a apresentada na condição como soldada e envelhecida à

650°C que foi atribuída à intensa precipitação de fase com morfologia de placa, tanto nos contornos como nas regiões interdendríticas.

Resistência à corrosão

- O mecanismo de corrosão da liga *in-situ* A foi em uma região preferencialmente no centro de dendrita, e em outra região no entorno dos precipitados dos contornos de grãos devido à menor concentração de Mo nessas regiões em relação ao seu entorno.
- A queda considerável na temperatura crítica de pite da liga *in-situ* B, em algumas condições de envelhecimento, relaciona-se à elevada fração de precipitados ricos em Mo e a presença de carbonetos Cr₂₃C₆ presentes nos contornos de grãos.
- A elevada performance de resistência à corrosão da liga *in situ* C em todas as condições de envelhecimento deve-se ao fato dessa liga ter a maior relação Cr/Mo e menor fração de fases precipitadas entre as ligas estudadas

REFERÊNCIAS

- AGHAJANI, A.; TEWES, J.; PARSA, A. B.; HOFFMANN, T.; KOSTKA, A.; KLOEWER, J. Identification of Mo-Rich $M_{23}C_6$ carbides in alloy 718. **Metallurgical and Materials Transactions A**, 47 A, p. 4382-4392, 2016.
- AGUIAR, W. M. **Revestimento por soldagem MIG/MAG empregando ligas de Níquel para aplicações em componentes do setor de petróleo e gás natural**. 2010. 255f. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais)-Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2010 Disponível em: <http://www.teses.ufc.br/tde_arquivos/41/TDE-2010-12-07T111550Z-3939/Publico/Tese%20WILLYS%20AGUIAR%20PROTEGIDA%202011.pdf> Acesso em: 20/07/2016.
- AGUILAR, A.; ALBARRAN, J. L. Microstrutural response on the cracking resistance of alloy 600. **Materials Letters**, v. 61, p. 274-277, 2007.
- AKHTER, J. I.; SHAIKH, M. A.; AHMAD, M.; IQBAL, M. SHOAIB, K. A.; AHMAD, W. Effect of aging on the hardness and impact properties of Hastelloy C-276. **Journal of Materials Science letters**, n. 20, p. 333-335.2001.
- ALBUQUERQUE, V.H.C., SILVA, C. C., NORMANDO, P.G., MOURA, E. P., TAVARES, J. M. R. S. Thermal aging effects on the microstructure of Nb-bearing nickel based superalloy weld overlays using ultrasound techniques. **Materials and Design**, v. 36, p. 337-347, 2012.
- ALCAN. **Manual de Soldagem**. Alcan Alumínio do Brasil S/A.1. ed. 1993.
- ANDRADE, A. F. C. de. **Influência da corrente de pulso, tempo de pulso, e diâmetro de gota sobre a estabilidade da transferência metálica no processo MIG-P**. 2012. 107f. Dissertação (Mestrado m Engenharia Mecânica) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2012 Disponível em: <https://repositorio.ufrn.br/jspui/bitstream/123456789/15692/1/AugustoFCA_DISSERT.pdf> Acesso em: 01/02/ 2018.
- ASM. Nickel and Nickel alloys. In:(Ed). **Propeties and selection of nonferrous alloys and special-porpuse materials**. ASM International. Metals Park, Ohio, v.1, ed.10, p. 950-994, 1990.
- ASM. **Properties and Selection: Irons, Steel and High Performance Alloys**. ASM International. Ohio, v.11,1993 a.
- ASM. Nickel and nickel alloys. In: Casting. Ed. ASM International. Metals Park, Ohio, v. 15, 1993b.
- BARRETO, Alexandre Sousa. **Estudo de ligas de níquel produzidas In-situ pela deposição simultânea das ligas Inconel 625 e Hastelloy C276 por soldagem MIG/MAG com duplo arame**. 2018. 155 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais)-Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2018 Disponível em: <<http://www.repositoriobib.ufc.br/00004a/00004a2d.pdf>>. Acesso em: 16 nov. 2018.

BANOVIC, S. W.; DUPONT, J. N.; MARDER, A. R. Dilution and microsegregation in dissimilar metal welds between super austenitic stainless steel and nickel base alloy. **Science and Technology of Welding and Joining**. V7, n.6, p.374-372, 2002.

BROOKS, C. R. **Heat Treatment, Structure, and Properties of Nonferrous Alloys**. Metals Park, Ohio: American Society for Metals, p. 95-139, 1982.

CALLISTER, W. D. Jr.; RETHWISCH, D. G. *Ciência e Engenharia de Materiais uma Introdução*. LTC. 8. ed. 2016.

CHANG, Y.H. Improve GMAW and GTAW with Alternating Shield Gases. **Welding Journal**, v. 85, n. 2, p. 41-43, 2006.

CIESLAK, M.J.; HEADLEY, T. J.; ROMIG, A. D. The welding metallurgy of Hastelloy alloys C-4, C-22 and C-276. **Metall. Trans. A** 17A, p. 2035–2047, 1986.

CIESLAK, M.J. The welding and solidification metallurgy of alloy 625. **Welding Journal**. n.70, p. 49–56, 1991.

DELEUME, J. CLOUÉ J. M., ANDRIEU E. Influence of δ phase precipitation on the stress corrosion cracking resistance of alloy 718 in PWR primary water. **Journal of Nuclear Materials**. v.382, p. 70-75, 2008.

DILLENBECK, V. R.; CASTAGNO, L. The Effects of Various Shielding Gases and Associated Mixtures in GMA Welding of Mild Steel, **Welding Journal**, v. 66, n.9, p. 45-49, set. 1987.

DONACHIE, M. J.; DONACHIE, S. J. **Superalloys: A Technical Guide**, 2nd ed. ASM International, 2002. 129 p.

DU, H. –Y., WEI, Y. H., WANG, W. –X., LIN, W. –M., FAN, D. Numerical simulation of temperature and fluid in GTAW-arc under changing process condition. **Journal of materials Processing Technology**. v. 209, n. 8, p. 3752 – 3765, 2009.

DUPONT, J. N. Solidification of an Alloy 625 Weld Overlay. **Metallurgical and Materials Transactions A**. v. 27A, p.3612-3620. 1996.

DUPONT, J. N. BANOVIC, S. W.; MARDER, A. R. Microstructural evolution and weldability of dissimilar welds between a superaustenitic stainless steel and nickel - based alloys. **Welding Journal**. v. 82, p. 125-56. 2003.

DUPONT, J. N.; LIPPOLD, J. C.; KISER, S. D. **Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys**. John Wiley & Sons. Nova Jersey.p.440, 2009.

DUPONT, J. N.; RABINO, C. V. Influence of Nb and C on the solidification microstructure of Fe-Ni-Cr- alloys. **Scripta Materialia**. 41 (4) p. 449-454, July, 1999.

DURRANT-CHARRE, M. The microstructure of supealloys. OPA Amsterdam B. V. 127p. 1997.

- ECER, M. G. Magnetic Deflection of the Pulsed Current Welding Arc. **Welding Journal**, n. 6, p. 183 -191, Jun. 1980.
- EVANS, N. D.; MAZIASZ, P. J.; SHINGLEDECKER, J. P.; YAMAMOTO, Y. Microstructure evolution of alloy 625 foil and sheet during creep at 750°C. **Materials Science and Engineering A**. A 498, p.412-420. 2008.
- FLOREN, S.; FUCHS, G. E.; YANG, W. J. The metallurgy of alloy 625. **The Minerals, Metals & Materials Society**, p. 13-37, 1994.
- FRATARI, R. Q.; SCHVARTZMAN, M.; SCOTTI, A. Otimização dos parâmetros de tecimento para confecção de amanteigamento de chapas de aço pelo processo TIG com arame AWS ER 309L. **Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação**. Belo Horizonte- Minas Gerais. 2009.
- FOX, R.W.; MCDONALD, A.T.; PRITCHARD, P.J. **Introdução à Mecânica dos Fluidos**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2004.
- GEDDES, B.; LEON, H.; HUANG, X. **Superalloys: Alloying and Performance**. Metals Park, Ohio: ASM International, v. 9, p. 17-21, 2010.
- GROETELAARS, P. J.; MORAIS, C. O.; SCOTTI, A. Influência do comprimento do arco sobre a transferência metálica no processo mig/mag duplo-arame com potencial único. In: **CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO – COBEF**, 3º, 2005. Anais. Joinville: Santa Catarina, 2005.
- GOECKE, S.; HEDEGARD, J. ,LUNDIN M.; KAUFMANN, H. Tandem MIG/MAG Welding. Svetsaren n. 2-3, 2001.
- GOMES, J. R.; NOGUEIRA, M.** Petrobras prevê elevar em quase 40% produção de petróleo no Brasil até 2022. Extra Digital. 27 dez 2017. Disponível em: <<https://extra.globo.com/noticias/economia/petrobras-preve-elevar-em-quase-40-producao-de-petroleo-no-brasil-ate-2022-22218661.html>>. Acesso em: 31/10/2018.
- GONZÁLEZ, A. M. R; DUTRA. J. C. Análise e desenvolvimento do processo MIG/MAG duplo arame com potencial único. **XXV ENCONTRO NACIONAL DE TECNOLOGIA DA SOLDAGEM**. Belo Horizonte – MG. 1999. Disponível em: <http://www.labsolda.ufsc.br/publicacoes/artigos/ents_1999_aldo.pdf> Acesso em: 28/01/2018.
- HACKL, H. Faster with Two Wire Electrodes Metal Inert Gas Welding of Aluminium Materials. Proceedings, Exploiting Advances in Arc **Welding Technology**. TWI. Abington, Cambridge, UK. 1997.
- HASHIM, M.; BABU, K. E. S. R.; DURAISELVAN, M.; NATU, H. Improvement of wear resistance of Hastelloy C-276 through laser surface melting. **Materials and Desing**. 46, p. 546-551. 2013.

- HONG, S. J.; CHIEN, W. P.; WANG, T. W. A diffraction study of the γ'' phase in Inconel 718 superalloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 32, agosto, p.1887-1901.1887.
- HODGE, F. G. Effect of aging on the anodic behavior of Ni-Cr-Mo alloys. **Corrosion Nace**.v. 29, n.10, Out. 1973.
- KLAPPER, H. S.; STEVENS, J. Susceptibility to pitting corrosion of nickel-based alloy 718 exposed to simulated drilling environments. *Corrosion Science*. v.70, n.9, p. 899-906.2014.
- LITTLE, K. A. STAPON, F. G. Select the best shielding gas blend for the application. *Welding Journal*, p 21-28, 1990.
- LOWKE, J.J. Physical basis for the transition from globular to spray modes in gas metal arc welding. **Journal of Physics D. applied physics** v.42, 7p. 2009.
- LLOYD, A.C. NOEL, J. J. MCINTYRE, S. SHOESMITH, D. W. Cr, Mo e W alloying additions in Ni and their effect on passivity. **Electrochemical Acta**. 49, p. 3015-3027, 2004.
- LU, K. The future of metals. **Science**, USA, v.328, p. 319-320, 2010.
- MANIKADAN, M.; ARIVAZHAGAN, N.; NAGESWARA RAO, M. REDDY, G. G. Microstructure and mechanical properties of alloy C-276 weldments fabricated by continuous and pulsed current gas tungsten arc welding techniques. **Journal of Manufacturing Processes**. n.16, p. 563-572, 2014.
- MARQUES, P.V., MODENESI, P.J., BRACARENSE, A.C. **Soldagem – Fundamentos e Tecnologia**. Ed. UFMG, Belo Horizonte, 2005, 362 p.
- MATHEW, M.D.; RAO, K. B. S.; MANNAN, S. L. **Mater. Sci. Eng. A**, 2004, vol. 372, 1030. p. 327–333.
- MALTIN, C. A.; GALLOWAY, A. M.; MWEEMBA, M. Microstructural Evolution of Inconel 625 and Inconel 686CPT Weld Metal for Clad Carbon Steel Linepipe Joints: A Comparator Study. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 45A, p. 3519 - 3532, July, 2014.
- MICHIE, K., BLACKMAN, S.; OGUNBIYI, T. E. B. Twin Wire GMAW: Process Characteristics and Applications, **Welding Journal**, n. 5, p. 31 - 34. Maio. 1999.
- MINÁ, Émerson Mendonça. **Efeito da diluição sobre a microestrutura e resistência à corrosão de revestimentos da liga AWS ER NiCrMo-14 depositados pelo processo TIG com alimentação de arame frio**. Fortaleza, 2015. 117 f. Dissertação (mestrado) Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza-CE, 2015. Disponível em: <<http://www.repositoriobib.ufc.br/00001e/00001ee9.pdf>>. Acesso em: 18/06/2018.

MINÁ, E. M. ; DA SILVA, Y. C.; DILLE, J.; SILVA, C. C. The Effect of Dilution on Microsegregation in AWS ER NiCrMo-14 Alloy Welding Claddings. **Metallurgical and Materials Transactions. A**, Physical Metallurgy and Materials Science, v. 47, p. 6138-6147, 2016.

MIRANDA, H. C. de. **Reconhecimento e controle da transferência metálica no processo mig/mag pulsado**: 2002. 241f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia. 2002.

MISHRA, A.; RICHESIN, D.; REBAK, R. B. Localized Corrosion Study of Ni-Cr-Mo Alloys for Oil and Gas Application. **NACE international Corrosion Conference & Expo**. n.5802. 2015.

MOTTA, M. F. **Aplicação do Processo MIG/MAG Pulsado com Duplo Arame e Potenciais Isolados em Soldagens de Revestimento**. 2002. 153 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2002 Disponível em: <http://www.labsolda.ufsc.br/publicacoes/teses_dissertacoes/tese_2002_motta.pdf> Acesso em: 01/07/2016.

NUNES, T. M.; ALBUQUERQUE, V. H. C.; PAPA, J. P. Papa; SILVA, C. C.; NORMANDO, P. G.; MOURA, E. P.; TAVARES, J. M. R. S. **Expert Syst. Appl.** v. 40, p. 3096-3105, 2013.

NYSTROM, J. D.; POLLOCK, T. M.; MURPHY, W.H. GARG, A. Discontinuous cellular precipitation in a high-refractory nickel-base superalloy. **Metallurgical and Materials Transaction A**. v.28 A, p. 2443-2452, 1997.

PERRICONE, M.J.; DUPONT, J. N.; CIESLAK, M. J. Solidification of Hastelloy alloys: na alternative interpretation. **Metallurgical and Materials transactions A** A 34 p. 1127 – 1132, 2003.

OGBORN, J.S; OLSON, D.L.; CIESLAK, M.J. Influence of solidification on the microstructural evolution of nickel base weld metal. **Materials Science and Engineering A**.203 p. 134-139, 1995.

ÖZGÜİN, Ö.; UILMAZ, R.; GULSOY, H. O., FINDIK, F. The effect of aging treatment on the fractures toughness and impact strength of injection molded Ni-625 superalloy parts. **Materials Characterization**. 108, p. 8-15, 2015.

PAN, Y. M. DUNN, D. S. CRAGNOLINO, G. A. Topologically closed-packed phase precipitation and thermal stability in alloy 22.

PERRICONE, M. J. DUPONT, J. N. CIESLAK, M. J. Solidification of Hastelloy alloys: an alternative interpretation. **Metallurgical and Materials transactions A**. v.34. maio.p. 1127-1132, 2003.

PESSOA, E. F. **Soldagem de revestimento com ligas de níquel empregando o processo MIG/MAG com duplo arame para aplicações em componentes do setor de petróleo e gás natural**. 2014. 196 f. Tese (doutorado) - Universidade Federal do

Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza-CE, 2014. Disponível em:
<http://www.teses.ufc.br/tde_busca/arquivo.php?codArquivo=13746>. Acesso em: 24/10/2017.

PIERAGGI, B.; MACDOUGALL, B.; RAPP, R.A. The role of the metal/oxide interface in the growth of passive films in aqueous environments. **Corrosion Science**, v. 47, p. 247–256, 2005.

PIERRE, E. R. Shielding gases for Welding. *Welding Desing & Fabrication*. P 63-65, mar, 1987.

POLLOCK, T. M. The growth and elevated temperature stability of high refractory nickel base single crystals. **Materials Science & Engineering B**. v.32, n.3, p.255-266, jul.1995.

PORTER, D. A. KENNETH, K. E. EASTERLING, M. Y. SHERIF. Phase transformations in metals na alloys. 3. ed. Taylor and Francis Group.2008

PU, E.; ZHENG, W.; SONG, Z.; ZHANG, K.; LIU, S.; SHEN, W.; DONG, H. The effect of aging on the serrated yielding and intermediate temperature embrittlement of nickel-base C-276 alloy. **Materials Science & Engineering A** A 714, p. 59-67, 2018.

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

RAGHAVAN, M.; BERKOWITZ, B. J.; SACLON, J. C. Electron Microscopic Analysis of Heterogeneous Precipitates in Hastelloy C-276. **Metallurgical Transaction A**. v.13, p.979-984, 1982.

REED-HILL, R. E. **Princípios de metalurgia física**. Guanabara Dois, p. 277 – 278, 1982.

REED, R. C. **The superalloys: Fundamentals and applications**. Cambridge University Press. 390p. Canbridge, 2006.

REIS, R.P.; NORRISH, J; CUIURI, D. Preliminary evaluations on laser – tandem GMAW. **Welding in the world Peer-reviewed Section**, n. 9, p. 41 – 49, v. 55, 2011.

SUAVE, L.M.; BERTHEAU, D.; CORMIER, J.; VILLECHAISE, P. SOULA, A.; HERVIER, Z.; LAIGO, J. Impact of microstructural evolutions during thermal aging of Alloy 625 on its monotonic mechanical propertie. **EDP Sciences**, 2014.

SAVAGE, W. F., NIPPES, E. F. SZEKERES, E. S. A study of fusion boundary phenomena in a low alloy steel. **Welding Journal**. v. 55, p. 260 – 268, 1976.

SANTIAGO, K. G. **Estudo da viabilidade econômica de revestimentos com as ligas de níquel AWS ERNiCrMo-3 e AWS ERNiCrMo-4 em chapas de aço ASTM 516 GR60 pelo processo MIG/MAG duplo arame**. 2013. 98 f. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em

Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza-CE, 2013 Disponível em:
<http://www.teses.ufc.br/tde_busca/arquivo.php?codArquivo=11562> Acesso em:
20/05/2016.

SANTIAGO, K. G.; MOTTA, M. F. Exploração de Parâmetros do Processo MIG/MAG Duplo Arame para Aplicação em Revestimento de Ligas de Níquel com Proposta de Custeamento Direto do Processo. **CONSOLDA**. 40. 2014. São Paulo.

SCOTTI, A. PONOMAREV, V. **Soldagem MIG/MAG: melhor entendimento, melhor desempenho**. 2.ed. São Paulo: Artliber Editora, 2014.

SHANKAR, V.; RAO, K.B.S.; MANNAN, S.L. Microstruture and mechanical properties of Inconel 625 superalloy. **Journal of nuclear materials** . (2001) 288 222-232.

SILVA, C. C. **Revestimentos de ligas de níquel depositadas pelo processo TIG com alimentação de arame frio - aspectos operacionais e metalúrgicos**. Fortaleza (2010) 319 f. Tese (Doutorado). Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza, 2010 Disponível em :
<http://www.teses.ufc.br/tde_arquivos/41/TDE-2010-05-13T104259Z-3470/Publico/Tese%20de%20Cleiton%20Carvalho%20Silva%20protegido%202011.pdf>
> Acesso em: 20/01/2018.

SILVA, C. C.; AFONSO, C. R. M.; MIRANDA, H. C. ; RAMIREZ, A. J. ;FARIAS, J. P. . Migração de molibdênio na interface matriz/precipitado em metais de solda de ligas ni-cr-mo. **Tecnologia em Metalurgia e Materiais** (São Paulo. Impresso), v. 8, p. 197-202, 2011.

SILVA, C.C., Miranda, H. C., Motta, M. F., FARIAS, J. P., AFONSO, C. R. M., RAMIREZ, A. J. New insight on the solidification parth of an alloy 625 weld overalay. **Journal of materials research and technology**. 2013, 2(3):228-237.

SILVA, C. C.; AFONSO, C. R.; M.;RAMIREZ, A. J.;MOTTA, M.F.; MIRANDA, H. C. ; FARIAS, J. P.. Evaluation of the Corrosion Resistant Weld Cladding Deposited by the TIG Cold Wire Feed Process. **Materials Science Forum (Online)**, v. 783-786, p. 2822-2827, 2014.

SILVA, Y. C. da. **Envelhecimento térmico de metais de solda dissimilares da liga AWS ER NiCrMo-14 (Inconel 686)**. Fortaleza, 2015. 95 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) - Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2015 Disponível em:
<<http://www.repositoriobib.ufc.br/00001b/00001ba6.pdf>> Acesso em: 20/06/2018.

SILVA, C. C.; de ALBUQUERQUE, V. H. C.; MINÁ, E. M.; MOURA, E. P.; TAVARES, J. M. R. S. Mechanical Properties and Microstructural Characterization of Aged Nickel-based Alloy 625 Weld Metal. **Metallurgical and materials transactions a-physical metallurgy and materials science**, v. 49A, p. 1653-1673, 2018.

SHOEMAKER, D. P.; SOEMAKER, C. B.; WILSON, F.C.; The Crystal structure of P phase Ni-Cr-Mo. II Refinement of parameters and discussion on atomic coordination. **Acta Crystallographica**. v.10, n.1, p. 1-14, jan.1957.

SIMS, C. T.; STOLOFF, N. S.; HAGEL, W. C. **Superalloys II**. 2.ed. New York, NY: John Wiley & Sons Inc. p. 98-117, 1987.

SUBRAMANIAM, S.; WHITE, D. R.; JONES, J. E., LYONS, D. W. Experimental approach to selection of pulsing parameters in pulsed GMAW. **Welding Journal**. p.166-172, 1999.

SUMMERS, T. S.; REBAK, R. B.; SEELEY, R.R. Influence of Thermal Aging on the Mechanical and Corrosion Properties of C-22 Alloy Welds. **Lawrence Livermore National Laboratory UCRL – JC – 137727**. 2000. Disponível em: <https://e-reports-ext.llnl.gov/pdf/238610.pdf>

TAWANCY, H. M. precipitation characteristics of μ -phase in wrought nickel-base alloys and its effect on their properties. **Journal of Materials Science**. v. 31, n. 15, p. 3929-3936. 1996.

THOMAS, C.; TAIT, P. The performance of alloy 625 in long-term intermediate temperature applications. **Int. J. Pres. Ves. & Piping**. Irlanda do Norte. 59 (1994).

TROMMER G. Welding with two wire electrodes – status and prospects of the optimisation of gas – shielded metal – arc welding. **Welding and Cutting**, n. 3, p. 122-125, 2002.

TUSEK, J. SAW with Multiple Electrodes Achieves High Production Rate. **Welding Journal**. v. 75, n. 8, p. 41 – 43. Agosto, 1996.

UEYAMA T.; OHNAWA T.; TANAKA M.; NAKATA K. Effects of torch configuration and welding current on weld bead formation in high speed tandem pulsed gas metal arc welding of steel sheets. **In: Science and Technology of Welding and Joining**. v.10, n. 6, p. 750 – 759, 2004.

UEYAMA T.; OHNAWA T.; TANAKA, M.; NAKATA, K. Occurrence of arc interaction in tandem pulsed gas metal arc welding. **Science and Technology of Welding and Joining**. n. 6, v. 12, p. 523–529, 2007.

UTTARACHI, G. D. Multiple Eelectrode Systems for Submerged Arc Welding. **Welding Journal**. p. 15 – 22. 1978.

VOROPAY, N.M.; PROTSSENKO, P. P. Features of weld and HAZ formation in gas shielded pulsed double-arc welding in high-strength low –alloyed steels. **The paton Welding Journal**, n. 8, p. 40 -46, 2000.

XU, F.; LV, Y., LIU, Y.; SHU, F.; He, P.; Xu, B. Microstructural evolution and mechanical properties of Inconel 625 alloy during pulsed plasma arc deposition process. **J. Matr. Sci. Technol**. n. 29 p. 480-488.2013

YANG, J. X.; ZHENG, Q.; SUN, X.F.; GUAN, H.R.; HU, Z. Q. Formation of μ phase during thermal exposure and its effect on the properties of K465 superalloy. **Scripta Materialia**. v. 55, n. 4, p. 331-334. 2006.

YANG, J. X.; KOU, S. Macrosegregation in Cu-30Ni welds made with dissimilar fillers metals. **Science and Technology of Welding and Joining**. v.13 n.4 .2010.