

048902002

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

**PRODUÇÃO DE UMA LIGA AINi POR  
REFUSÃO COM LASER**

**Autor: Ulisses Miguel de Souza**

**Orientador: Profa. Dra. Maria Clara Filippini Ierardi**

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA  
TESE DEFENDIDA POR *Ulisses Miguel*  
*de Souza* ARROVADA PELA  
COMISSÃO JULGADORA EM *09/04/01*

*Maria Clara Filippini Ierardi*  
ORIENTADOR

36/2001

**UNICAMP**  
BIBLIOTECA CENTRAL  
SEÇÃO CIRCULANTE

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

# **PRODUÇÃO DE UMA LIGA AINi POR REFUSÃO COM LASER**

**Autor: Ulisses Miguel de Souza**

**Orientador: Profa. Dra. Maria Clara Filippini Ierardi**

**Curso: Engenharia Mecânica**

**Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação**

Dissertação de mestrado apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2001  
S.P. – Brasil

UNIDADE	BC
NL° CHAMADA:	T/UNICAMP
	S=89p
V.	
TOTAL	47649
PREC	837/02
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREC#	R\$ 11,00
DATA	07-02-02
NL° CPD	

CM00163719-1

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

Souza, Ulisses Miguel de  
So89p Produção de uma liga AlNi por refusão com laser / Ulisses Miguel de Souza. --Campinas, SP: [s.n.], 2001.

Orientadora: Maria Clara Filippini Ierardi.  
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Laser de dióxido de carbono. 2. Ligas de alumínio. 3. Superfícies (Tecnologia). I. Ierardi, Maria Clara Filippini. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**PRODUÇÃO DE UMA LIGA AlNi POR  
REFUSÃO COM LASER**

**Autor: Ulisses Miguel de Souza**

**Orientador: Profa. Dra. Maria Clara Filippini Ierardi**



**Profa. Dra. Maria Clara Filippini Ierardi, Presidente  
Universidade Estadual de Campinas - Faculdade de Engenharia Mecânica**



**Prof. Dr. Amauri Garcia  
Universidade Estadual de Campinas - Faculdade de Engenharia Mecânica**



**Prof. Dr. Necésio Costa Gomes  
Escola Federal de Engenharia de Itajubá**

Campinas, 09 de abril de 2001

## **Dedicatória**

Dedico este trabalho a minha irmã Maria Inês, a meu sobrinho João Augusto, aos meus pais, a minha esposa Ana Paula e especialmente a meu filho Alexandre.

## Agradecimentos

Aos meus pais por todo carinho e dedicação.

À minha irmã por todo companheirismo, incentivo e paciência.

À minha esposa por todo amor e compreensão.

À professora Dra. Maria Clara pela dedicação e orientação deste trabalho.

Agradeço especialmente ao professor Quaresma, pela amizade, incentivo e auxílio na elaboração deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Amauri Garcia pelas ricas e eficientes sugestões.

Aos amigos Paulo S. Wagner, Walter Azzolini e Jaime Spim pelo auxílio e sugestões

Aos amigos do corredor FE-2 pelo companheirismo.

Ao pesquisador Luís Galego e ao IPEN pela realização da difração de Raio-X

A Prof. Dr. Célia Marina pelos ensaios de corrosão.

As técnicas Rita Helena Buso Jacon e Claudia pela eficiência e colaboração dos trabalhos experimentais.

Ao CNPq pelo auxílio financeiro para realização desta dissertação.

Ao Prof. Dr. Rui Vilar do Instituto Superior Técnico de Lisboa pela concessão das amostras

A todos amigos da engenharia mecânica pelos momentos agradáveis nesses anos de convivência.

*...E o futuro é uma astronave  
Que tentamos pilotar  
Não tem tempo, nem piedade  
Nem tem hora de chegar  
Sem pedir licença  
Muda nossa vida depois convida  
A rir ou chorar....*

Aquarela  
Toquinho

## Resumo

SOUZA, Ulisses Miguel, *Produção de liga AlNi sobre substrato de Al por refusão com laser*.  
Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2001  
p. Dissertação (Mestrado)

O laser atualmente é uma eficiente ferramenta para tratamentos de superfície, atingindo uma área restrita, ou seja, alterando propriedades das regiões superficiais sem alterar o material como um todo. Dentre os tratamentos superficiais com laser pode citar-se a Formação de ligas de Superfície (Alloying) e o Formação de Ligas de Camadas Superficiais (Cladding). Esses processos, em função da pequena área afetada pelo calor, propiciam condições para a solidificação rápida, favorecendo precipitação de fases fora do equilíbrio e refino de grão. Essas alterações superficiais podem melhorar a resistência ao desgaste e dureza.

O presente trabalho analisa o processo de Formação de ligas de Superfície (Alloying) de uma liga Al Ni sobre substrato de alumínio comercialmente puro. A nova liga de superfície formada é avaliada através da análise da microestrutura resultante, dureza, variação da concentração de Ni na camada e resistência à corrosão.

Palavras Chave: laser, laser alloying, alumínio

## **Abstract**

SOUZA, Ulisses Miguel, *Laser alloying of AlNi alloy on an Al substrate*. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2001 p. Dissertação (Mestrado)

Nowadays the laser is an efficient tool to treat surfaces, getting to a restricted area by altering the properties of those superficial areas, without altering the material as a whole. Amongst the superficial laser treatments one can mention Alloying and Cladding. These processes, because of the small heat affected area, allow conditions to a rapid solidification, favoring the precipitation of phases out of equilibrium and grain refinement. These surface alterations can increase the resistance to wearing and the hardness.

The present work analyses the laser Alloying of a AlNi compound over a commercially pure Al substrate. The newly formed surface compound is evaluated by an analysis of the resulting microstructure, porosity, hardness, variation of the Ni concentration in the layer and resistance to corrosion.

Key words: laser, laser alloying, aluminium

# Sumário

<b>Capítulo 1 - Introdução e Objetivos</b>	1
1.1 - Introdução	1
1.2 - Objetivos	3
<b>Capítulo 2 – Revisão bibliográfica</b>	4
2.1 - Características do Laser, Propriedades dos Materiais e Interação do Laser com a Matéria	4
2.1.1 - Considerações Gerais	4
2.1.2 - Laser	5
2.1.3 - Influência das Características do Feixe na Absorção	6
2.1.3.a – Influência do Comprimento de Onda do Laser na Refletividade	6
2.1.3.b - Distribuição de Intensidade de Energia	6
2.1.3.c - Polarização do Feixe	7
2.1.3.d - Profundidade de Foco do Laser	9
2.1.4 - Características dos Materiais	10
2.1.4.a - Absorção e Reflexão	10
2.1.4.b - Capacidade Térmica	14
2.1.4.c - Condutividade Térmica	14
2.1.4.d - Difusividade Térmica	14
2.1.5 - Interação do Laser com o Material	15
2.1.5.a - Introdução	15
2.1.5.b- Propagação das Ondas nos Materiais	16
2.2 – Características do Processamento à Laser	19
2.2.1 – Laser alloying para ligas de Al	19
2.2.2 – Características do Al e Ni no processamento à laser	23

2.2.3 - Homogeneização da Liga Al/Ni	25
2.2.4 - Parâmetros do Processo	26
2.2.5 - Deposição do pó	27
2.3- Solidificação no Processamento por Laser	
2.3.1 - Considerações Gerais	27
2.3.2 - Seleção de Microestruturas	27
2.3.3 –Processo de solidificação induzida por refusão à Laser	28
<b>Capítulo 3 - Materiais e Métodos</b>	<b>34</b>
3.1 - Materiais e Parâmetros	34
3.2 – Parâmetros utilizados	35
3.3. - Metodologia de Deposição da Liga Al/Ni	35
3.3.1 - Metodologia da Caracterização Microestrutural	36
3.3.1.a - Análise Química	36
3.3.1.b - Análise Metalográfica	37
3.3.2 - Metodologia da Avaliação da Dureza	37
3.3.3 - Metodologia da Avaliação da Corrosão	37
3.3.4 - Avaliação da Porosidade	37
<b>Capítulo 4 - Resultados e Discussões</b>	<b>38</b>
4.1 - Considerações Gerais	39
4.2 - Difratoograma	39
4.3 - Análise de Imagem	38
4.4 - Análise semiquantitativa da concentração de Ni	42
4.5 – Microdureza da secção transversal do poço fundido	45
4 6 – Microestrutura	48
4.6.1 – Considerações da microestrutura	48
4.7 – Ensaio de corrosão	56
4.7.1 – Análise da resistência à corrosão do Ni eletrolítico e do Al comercial puro	56
4.7.2 – Análise da resistência à corrosão das amostras submetidas a F.S. com	
R.D.=0,03g/s e $v_F=5\text{mm/s}$	57

4.7.3 - Análise da Resistência à corrosão da Amostras submetidas a Refusão com R.D.=0,03g/s e $v_F=5\text{mm/s}$ e refusão para R.D.=0,015g/s e $v_F=10$ e $20\text{mm/s}$	58
<b>Capítulo 5 - Conclusão</b>	60
<b>Referências Bibliográficas</b>	61
<b>Anexos</b>	68
Anexo I - Diagrama de Fase	68
Anexo II - Difratoogramas	70
Anexo III - Gráficos do Ensaio de Corrosão	86

## Lista de Figuras

### Capítulo 2

Fig. 2.1-(a)	Distribuição do modo TEM <sub>00</sub> , também chamado modo fundamental ou Gaussiano. [ROESSLER, 1986]	7
Fig.2.1-(b)	Secções transversais dos modos [GNANAMUTHU, 1985].	
Fig. 2.2	Refletividade em função do comprimento de onda [ROESSLER, 1986]	8
Fig. 2.3	Foco do laser para o modo TEM <sub>00</sub> . [ROESSLER, 1986].	8
Fig.2.4	Refletividade em função da temperatura para o comprimento de onda da radiação de 1,06 μm. [STEEN, 1991]	10
Fig.2.5	Fase e amplitude de uma radiação eletromagnética atingindo um meio sólido. [STEEN, 1991]	14
Fig.2.6	Atenuação da intensidade de energia de uma onda em um meio na direção Z [ROESSLER, 1986].	14
Fig.2.7	Representação esquemática dos processos físicos que ocorrem quando um feixe de laser de alta potência atinge uma superfície [STEEN, 1991].	16
Fig.2.8	Variação da Densidade de Potência do Laser em Função do Tempo de Interação para cada processo. [Roessler, 1986]	17
Fig.2.9	Ilustração do laser alloying com o depósito da liga em pó conjuntamente com o feixe laser [BURAKOWSKI,1999]	19
Fig.2.10	Temperatura de fusão e vaporização de diferentes materiais (área branca: estado líquido). [VANNES, 1995]	20
Fig.2.11	Desenho apresentando os movimentos convectivos no poço fundido de acordo com o sentido do movimento do laser.[BURAKOWSKI, et al 1999]	24

Fig.2.12	Representação esquemática da região afetada pelo feixe do laser, mostrando a forma geométrica do poço de material líquido [FRENK, 1991].	27
Fig.2.13	Secção longitudinal da amostra mostrando o poço de material líquido e as direções de deslocamento do feixe e a evolução da solidificação. [FRENK, 1991].	28
Fig.2.14	Representação esquemática da evolução do gradiente da interface sólido/líquido ( $G$ ) e a taxa de solidificação ( $V_s$ ) x profundidade do poço fundido ( $Z_F$ ); $Z_c$ : profundidade do poço onde $G/V_s$ se torna crítico. [ PELLETIER, 1991]	28
Fig.2.15	Condição para resfriamento constitucional. [SANTOS,1995]	30
Fig.2.16	Condição para superesfriamento constitucional na interface sólido/líquido, e estrutura resultante.[KURZ, 1984]	30
Fig.2.17	Diagrama da morfologia da solidificação. Taxa de solidificação [m/s] x Gradiente de temperatura [ $^{\circ}$ C/m]. [STEEN,1991]	31
 <b>Capítulo 3</b>		
Fig.3.1	Desenho da camada depositada na superfície da amostra, representando o sentido de deposição (a) e refusão (b).	34
Fig.3.2	Detalhe das dimensões da área analisado pelo EDS-MEV dentro da poça. $H= 57,5 \mu\text{m}$ e $L= 571,5\mu\text{m}$	34
Fig.3.3	Detalhe da localização aproximada das medições da dureza na secção transversal da poça	36
Fig.3.4	Representação esquemática da secção transversal submetida à análise da porosidade	36
 <b>Capítulo 4</b>		
Fig.4.1	Micrografias das amostras submetidas a análise de imagem (a) Amostra submetida à F.S com $R.D.=0,03\text{g/s}$ e $v_F=5\text{mm/s}$ (b) Amostra submetida à F.S com $R.D. =0,015\text{g/s}$ e $v_F=5\text{mm/s}$	39

Fig.4.2	Micrografias das amostras submetidas a análise de imagem (a) Amostra submetida à refusão com R.D.=0,03g/s e $v_R=5\text{mm/s}$ (b) Amostra submetida à refusão c/ R.D=0,015g/s e $v_R=10\text{mm/s}$ (b) Amostra submetida à refusão c/ R.D.=0,015g/s e $v_R=20\text{mm/s}$	40
Fig.4.3	Variação da concentração de Ni em função da profundidade para duas diferentes R.D. e com velocidade do feixe igual a $5\text{mm/s}$ .	41
Fig.4.4	Variação da concentração de Ni em função da profundidade para duas diferentes R.D. e com diferentes velocidades de varredura do feixe.	42
Fig.4.5	Variação da concentração de Ni em função da profundidade da poça fundida, R.D. de 0,03 g/s velocidade de fusão e refusão de $5\text{mm/s}$ .	43
Fig.4.6	Variação da concentração de Ni em função da profundidade do poço fundido, R.D. de 0,015 g/s, velocidades de refusão: $10\text{mm/s}$ e $20\text{mm/s}$	43
Fig.4.7	Variação da microdureza em função da profundidade da poça para duas diferentes R.D. e velocidade do feixe igual a $5\text{mm/s}$ .	44
Fig.4.8	Variação da microdureza em função da profundidade do revestimento em amostras refundidas com diferentes R.D. e diferentes $v_F$ .	45
Fig.4.9	Variação da microdureza em função da profundidade do revestimento em amostras submetidas à fusão simples e refusão com R.D.=0,03g/s e $v_F=5\text{mm/s}$	45
Fig.4.10	Variação da microdureza em função da profundidade do revestimento em amostras submetidas à fusão simples e refusão com R.D.=0,015g/s e diferentes $V_F$ .	46
Fig.4.11	Micrografia que representa região de “over lap” na F.S. $v_F=5\text{mm/s}$ - R.D. =0,03g/s. Ataque em NaOH - 10% por 10s. A: 200x - luz polarizada.	48
Fig.4.12	Micrografia que representa a região central da F.S. com R.D.= 0,03g/s e $v_f=5\text{mm/s}$ . Ataque em solução de NaOH a 10% por 10s. A: 400x - luz polarizada. Detalhe da Fig. 6.9.	48
Fig.4.13	A Micrografia mostra a interface do over lap na F.S. com R.D.=0,03g/s e $v_f=5\text{mm/s}$ . Ataque em solução de NaOH a 10% por 10s. A:400x - Detalhe da Fig. 6.9.	49

Fig.4.14	Micrografia que representa região de “over lap” na F.S. $v_f=5\text{mm/s}$ - R.D.=0,015g/s. Ataque em NaOH - 10% por 10s. A: 200x - luz polarizada.	50
Fig.4.14	Micrografia que representa região de “over lap” na F.S. $v_f=5\text{mm/s}$ - R.D.=0,015g/s. Ataque em NaOH - 10% por 10s. A: 200x - luz polarizada.	50
Fig.4.15	Micrografia que representa um detalhe da região central mais o “over lap” na F.S. $v_f=5\text{mm/s}$ e R.D.=0,015g/s. Ataque em NaOH - 10% por 10s. A: 400x.	51
Fig.4.16	Micrografia que representa um detalhe da região de “over lap” na F.S. $v_f=5\text{mm/s}$ - R.D.=0,03g/s. Ataque em NaOH - 10% por 10s. A: 200x - luz polarizada.	51
Fig.4.17	Micrografia da amostra refundida com R.D.= 0,03g/s e $v_f=5\text{mm/s}$ . Ataque em solução aquosa de NaOH a 10%; 10s. A: 200x. Luz polarizada.	53
Fig.4.18	Micrografia da amostra refundida com R.D.=0,015g/s e $v_f=10\text{mm/s}$ . Ataque em solução aquosa de NaOH a 10%; 10s. A: 200x. Luz polarizada.	54
Fig.4.19	Micrografia da amostra refundida com R.D.=0,015g/s e $v_f=20\text{mm/s}$ . Ataque em solução aquosa de NaOH a 10%; 10s. A: 200x. Luz polarizada.	55
Fig.4.20	Ação da corrosão em uma solução salina (3%) demonstrando a passividade superficial.	56
Fig.4.21	Macrografia superficial apresentando região exposta e outra isolada do eletrólito na solução de NaCl 3%.	57
Fig.4.22	Macrografia do ensaio de corrosão da amostra submetida a refusão apresentando região exposta e outra isolado do eletrólito NaCl 3%. Ampliação 15,625x.	58

## Lista de Tabelas

### Capítulo 2

Tabela II.1	Lasers mais comuns utilizados no processamento de materiais [ROESSLER,1986]	6
Tabela II.2	Índice de refração, coeficiente de reflexão e absorção para alguns materiais para comprimento de onda da radiação de 1,06 $\mu$ m [STEEN,1991]	11

### Capítulo 3

Tabela III.1	Parâmetros de processamento	33
--------------	-----------------------------	----

### Capítulo 4

Tabela IV.1	Avaliação da porcentagem de poros	38
-------------	-----------------------------------	----

## Simbologia

### Letras Gregas

$\omega$	Raio do feixe na saída da lente	m
$\lambda$	Comprimento de onda do feixe laser	$\mu\text{m}$
$\rho$	Densidade	$\text{kg/m}^3$
$\tau$	Tempo de exposição do feixe com o material	s
$\beta$	Parâmetro adimensional que caracteriza os movimentos convectivos dentro do poço	[adimensional]
$\sigma$	Tensão superficial	
$\mu$	Viscosidade cinemática	$\text{kg/ms}$
$\theta$	Ângulo formado pelos vetores $V_s$ e $V_b$	Rad
$\omega(z)$	Raio do feixe laser em uma posição definida	m
$\rho.c$	Volume específico do calor	$\text{J/m}^3\text{K}$
$\omega_0$	Valor mínimo do raio no melhor ponto de focalização	m

### Letras Latinas

A	Coefficiente de absorção de um dado material	[adimensional]
a	Difusividade térmica	$\text{m}^2/\text{s}$
C	Capacidade térmica	J/K
c	Calor específico	$\text{J/kgK}$
$C_s$	Concentração do sólido junto à interface sólido/líquido	[adimensional]
d	Posição de desfocalização do feixe	m
dE	Energia específica	$\text{J/m}^2$
$D_L$	Difusividade do soluto	$\text{m}^2/\text{s}$
dQ	Quantidade de calor recebida pelo corpo [kcal]	J
$dT/dx$	Gradiente de temperatura na direção do fluxo de calor	$\text{K/m}$

$I_0$	Intensidade da luz incidente	J
$k$	Condutividade térmica do material	J/smK
$k_0$	Coefficiente de redistribuição do soluto	[adimensional]
$L$	Comprimento da mancha da microsonda eletrônica do M.E.V no ensaio da análise semiquantitativa	$\mu\text{m}$
$m$	Inclinação da linha liquidus	rad
$n$	Índice de refração	[adimensional]
$P$	Potência da radiação laser	W
$q_0$	Potência específica fornecida ao material	$\text{W/m}^2$
$R$	Coefficiente de refletividade de um dado material	[adimensional]
R.D.	Razão de deposição da liga em pó	kg/s
$S$	Área de contato da passagem de calor	$\text{m}^2$
$T$	Temperatura	K
$v_b$	Velocidade de varredura do feixe laser	m/s
$v_D$	Velocidade na deposição	m/s
$v_R$	Velocidade na refusão	m/s
$v_s$	Velocidade de solidificação	m/s
$z$	Profundidade da penetração do calor ou profundidade da poça	$\mu\text{m}$

## **Capítulo 1**

### **Introdução e Objetivos**

#### **1.1 - Introdução**

A necessidade de utilização mais racional dos recursos minerais e energéticos e o contínuo avanço tecnológico, propulsionaram a busca por novos materiais, capazes de trabalhar em condições mais extremas e agressivas. Por outro lado, desde a mais remota antiguidade, o aperfeiçoamento das características dos materiais está associado à melhoria de suas características mecânicas e também, desde o princípio dos tempos se visualizou a possibilidade de melhoria das características dos materiais através da obtenção de melhores características superficiais.

As características mecânicas dos materiais eram baixas e os problemas eram facilmente resolvidos aumentando-se a secção útil ou aumentando-se a espessura para compensar a corrosão que provavelmente o material iria sofrer. O desenvolvimento da Ciência e Engenharia de Superfície conduziu à solução mais inteligente e econômica, que é o aprimoramento de recobrimentos e modificações superficiais do material base, adequados para suportar o aumento de solicitações que cada vez mais se exigem dos materiais.

A primeira idéia é associar o aumento da resistência à corrosão ao objetivo principal das modificações superficiais, mas outras propriedades como resistência à fadiga, ou desgaste, à abrasão, catalíticas, elétricas e eletrônicas também dependem do estado superficial e a profundidade exigida não é mais de milímetros, mas sim de micrômetros e até de nanômetros.

Convencionalmente, encontra-se como solução imediata os tratamentos termoquímicos tais como cementação e nitretação, que vem a algum tempo, sendo aplicados em engrenagens de forma geral. Tais modificações, em termos de propriedades mecânicas, incluem núcleos de elevada resistência e tenacidade suficiente para tolerarem elevados esforços mecânicos, combinados com durezas superficiais, convenientes para enfrentar desgastes e abrasões.

Atualmente, as indústrias têm exigido novos materiais com características associadas a baixo peso, elevada resistência à corrosão e ao desgaste. Em função do ritmo de trabalho e sua aplicação, os materiais necessitam de forma geral, propriedades superficiais diferentes daquelas de seu núcleo, ou substrato. Portanto, para muitos materiais, essas características são difíceis de serem obtidas através de processos convencionais.

O desenvolvimento da ciência e da tecnologia permitiu identificar a existência de novas propriedades dos materiais e desenvolver sistemas e processos que funcionam em escala industrial e que permitem o alcance das modificações impensáveis até há poucos anos. O laser tem comprovado a sua eficiência para várias aplicações industriais, enfocando sua potencialidade para tratamentos de superfície, podendo o mesmo ser usado tanto para tratamentos térmicos sem fusão como para tratamentos com fusão.

Nos tratamentos com laser, a área afetada pelo calor é pequena, diminuindo a possibilidade de distorção. A solidificação posterior à refusão por laser, é extremamente rápida associada com modificações tais como: refino da microestrutura, solidificação fora do equilíbrio, crescimento de fases cooperativas como os eutéticos fora da composição nominal, extensão da faixa de solubilidade no sólido, redistribuição do produto segregado, recolocação de precipitados em solução, volatilização de inclusões, etc. levando à melhoria nas propriedades mecânicas, plasticidade, fadiga e corrosão sob tensão. Além disso, a possibilidade de inserir elementos de

liga, produzindo ligas de superfície e a produção de camadas superficiais, podem conferir desejadas melhorias nas condições de resistência à corrosão e a altas temperaturas.

## **1.2 - Objetivo**

O objetivo do presente trabalho é avaliar a viabilidade do uso do laser como ferramenta para laser alloying. Para isso produz-se uma liga de superfície AlNi por laser alloying a partir da deposição de uma liga Al<sub>25</sub>Ni, na forma de pó, sobre um substrato de Al comercialmente puro, variando-se a velocidade do feixe e a razão de deposição do pó e estuda-se a liga resultante através das seguintes análises:

- Variação de dureza em função da profundidade.
- Concentração de Ni em função da profundidade.
- Quantidade de poros e pós não dissolvidos.
- Resistência à corrosão.

## Capítulo 2

### REVISÃO DA LITERATURA

#### 2.1 – Características do laser, Propriedades dos Materiais e Interação do Laser com a Matéria.

##### 2.1.1 - Considerações Gerais

O tratamento superficial por laser é uma técnica alternativa disponível para a modificação das características superficiais, quanto à estrutura, composição e conseqüentemente propriedades de materiais metálicos e não metálicos, melhorando-se propriedades tribológicas (tribologia é a ciência e tecnologia de superfícies atuantes em movimento relativo e todos os fenômenos daí decorrentes [CARRETEIRO R.P. e MOURA, C.R.S] ).

Os parâmetros do laser que tem influência direta sobre a eficiência do processo são a densidade de potência, o ângulo de incidência, o comprimento de onda do feixe e o tempo de interação do laser com o material, ou seja, a velocidade de deslocamento do feixe. Quanto às propriedades do material, podemos citar: composição química, acabamento superficial, propriedades óticas (refletividade) e propriedades térmicas ( condutividade, difusividade, capacidade térmica).

##### 2.1.2 - Laser

O laser (ampliação da luz por emissão estimulada de radiação), é um amplificador ótico, análogo a um amplificador eletrônico. O amplificador eletrônico transforma um pequeno sinal de

entrada em um grande sinal de saída. No laser um pequeno sinal de luz é amplificado para produzir um grande sinal de luz de saída.

As propriedades da luz do laser são: coerência, monocromaticidade, brilhância e direcionalidade. Monocromaticidade é a emissão da luz em uma única cor, isto é, com a mesma frequência. Coerência é a propagação em fase de uma luz monocromática. Brilhância descreve a quantidade de potência radiada pelo laser dentro de um estreito cone de divergência. Direcionalidade significa que a potência de feixe laser não se propaga em todas as direções.

O laser é composto, de forma simplificada, por um meio ativo, uma cavidade ressonante e uma fonte externa de energia. O meio ativo é o responsável pela geração de fótons com comprimento de onda  $\lambda$ , característico do material que o compõe. Pode ser operado no modo contínuo (CW) ou pulsado.

As diferentes propriedades do meio ativo do laser conduzem à características distintas, ou seja, determinam a utilização de um laser em particular para uma aplicação específica. De acordo com o meio, os tipos de lasers estão agrupados em: laser do estado sólido, laser gasoso, laser semiconductor e laser de corantes. A tabela II. 1 apresenta os principais tipos de lasers aplicados industrialmente com os respectivos comprimentos de onda e o modo de operação [ROESSLER, 1986].

Os lasers de Nd:YAG (Neodímio ítrio alumínio garnet) e Nd:vidro são lasers do estado sólido e ambos empregam o neodímio ionizado. Dentre os lasers mostrados na tabela II. 1, o exímer, que é o mais recente, e o rubi caracterizam-se por apresentarem de radiação em pequenos comprimentos de onda. Os lasers de CO<sub>2</sub> são muito utilizados industrialmente em operações de corte e furação e apresentam algumas vantagens: potência maior, baixo custo de operação e menor capital investido por watt do que outros usados para as mesmas finalidades. A energia de saída é baixa, mas a eficiência pode ser aumentada adicionado-se He e Ne [CHARSCHAN, 1972].

<b>TABELA II. 1</b>		
<b>LASERS MAIS COMUNS UTILIZADOS NO PROCESSAMENTO DE MATERIAIS</b>		
Fonte: [ROESSLER, 1986]		
<b>Laser</b>	<b>Comp. de Onda (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Contínuo (CW) ou Pulsado</b>
CO <sub>2</sub>	10,6	CW e pulsado
Nd: YAG	1,06	CW e Pulsado
Nd: Vidro	1,06	Pulsado
Rubi	0,694	Pulsado
Exímer	0,308	Pulsado

### 2.1.3 - Distribuição de Intensidade de Energia

A radiação que deixa a cavidade ressonante apresenta diversas distribuições (modos), denominadas modo eletromagnético transversal (TEM). O TEM representa uma distribuição espacial de energia do feixe. Classificam-se diversas geometrias desses modos de acordo com os tipos de perfis de energia. Diferentes TEMs relacionam-se a um número, em geral, quanto maior o número, maior a dificuldade para focalizar o feixe em um alvo de pequenas dimensões. Por exemplo, o modo TEM<sub>00</sub>, também chamado modo fundamental (ou Gaussiano) apresenta maior concentração de energia no centro do feixe e é ideal para aplicações em que se exige alterações de pequenas áreas. Na Figura 2.1a está representada a distribuição de energia para o modo TEM<sub>00</sub> e na Figura 2.1b são apresentadas as secções transversais dos diversos modos. A vantagem da utilização destes modos sobre o fundamental (TEM<sub>00</sub>), é um perfil mais uniforme, contribuindo para que a energia ao longo da poça seja menos localizada.

### 2.1.4 - Influência das características do feixe do laser na absorção

#### 2.1.4.a - Influência do Comprimento de Onda do Laser na Refletividade

Para pequenos comprimentos de onda, os fótons mais energéticos podem ser absorvidos por uma grande quantidade de elétrons “confinados” e, por isso, a refletividade decresce e conseqüentemente, a absorção do material é aumentada, conforme diminui o comprimento de onda

[STEEN, 1991]. Na Figura 2.2 está representada a refletividade em função do comprimento de onda para vários materiais.

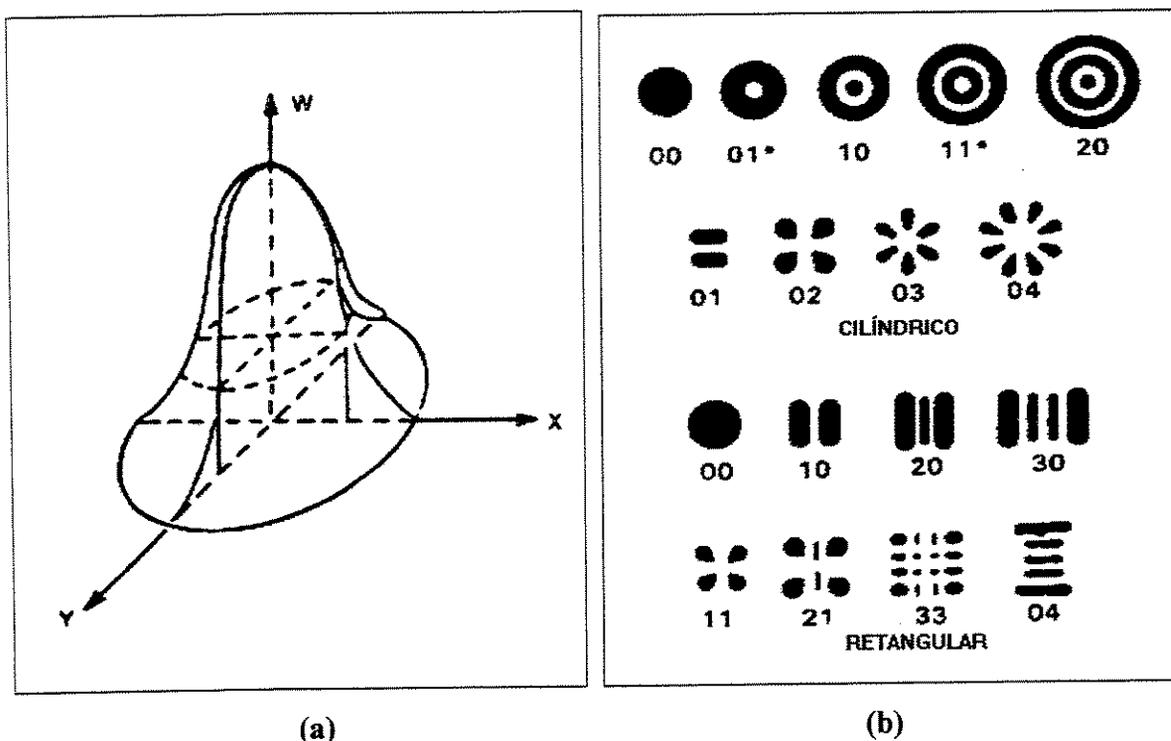


Fig. 2.1 - (a) Distribuição do modo TEM<sub>00</sub>, também chamado modo fundamental ou Gaussiano. [ROESSLER, 1986]

(b) Secções transversais dos modos [GNANAMUTHU, 1985]

### 2.1.4.b - Profundidade do foco do Laser

A Figura 2.3 descreve esquematicamente o foco do laser para o modo TEM<sub>00</sub>. O diâmetro do feixe na saída da lente é  $2\omega$ ,  $z$  é a variação da posição onde se encontra a cintura do feixe,  $f$  é distância focal da lente,  $\omega_0$  é o valor mínimo do raio no melhor ponto de focalização e  $(\pm d)$  é a posição da desfocalização do feixe.

O raio da cintura do feixe pode ser calculado pela equação:

$$\omega_0 = \frac{\lambda f}{\pi \omega} \quad [2.1]$$

Onde:  $\lambda$  é o comprimento de onda.

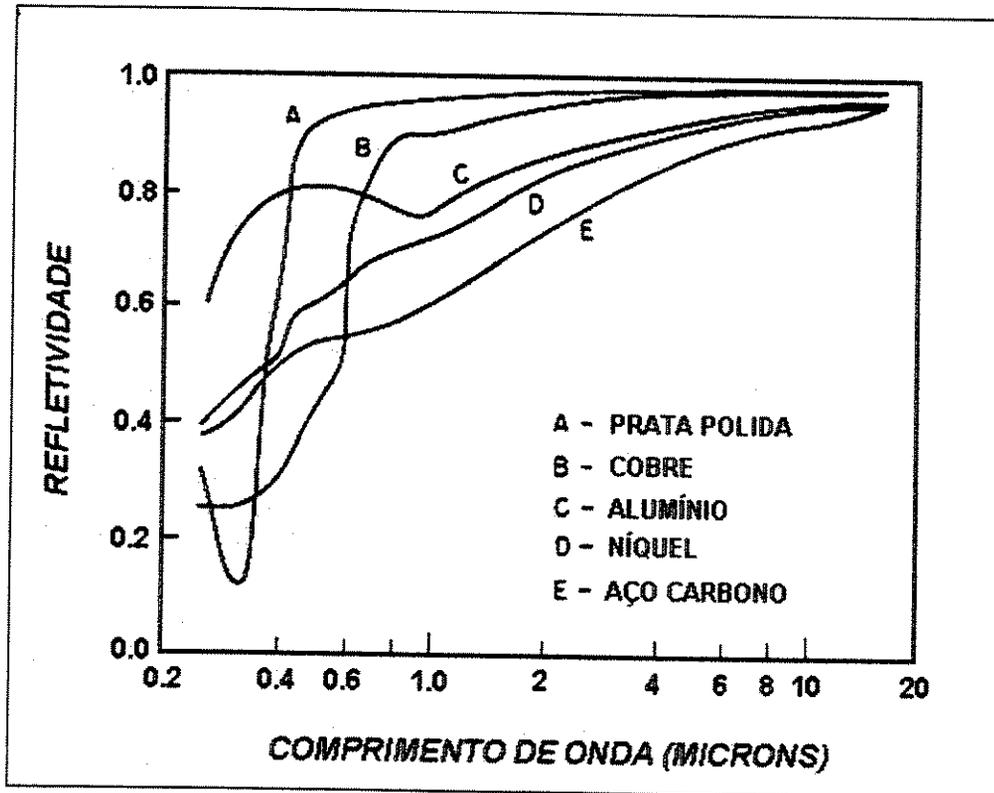


Figura 2.2 – Refletividade em função do comprimento de onda. [ROESSLER, 1986]

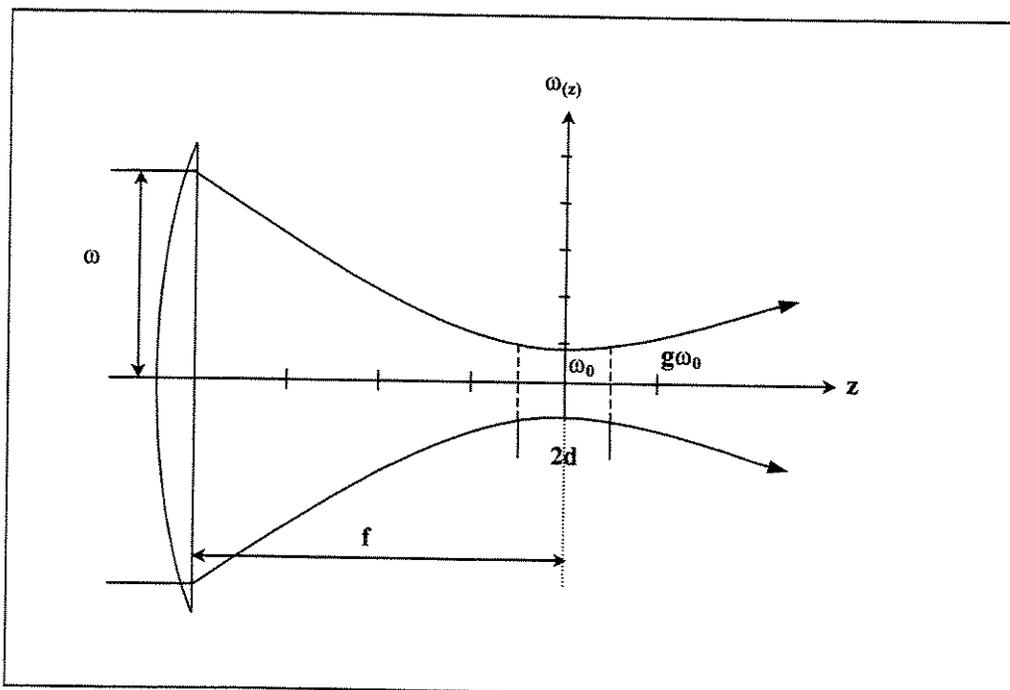


Figura 2.3 - Foco do laser para o modo TEM<sub>00</sub>. [ROESSLER, 1986].

### **2.1.4.c - Contribuição da Polarização do Feixe na Absorção**

O comportamento de um raio de luz pode ser descrito em termos de uma vibração elétrica e uma vibração magnética que formam um ângulo reto e perpendicular à direção de propagação do feixe de luz. Um feixe não polarizado pode ser linearmente polarizado pelo uso das propriedades da ótica refletora.

Quando o feixe é linearmente polarizado, a direção de vibração dominante é perpendicular ao plano de incidência. O plano de incidência é definido como o plano que contém o feixe incidente do laser e a normal à superfície de reflexão.

Estudando as ligas de ferro [GNANAMUTHU, 1985] observou que os metais têm maior absorção para radiação eletromagnética linearmente polarizada e afirmou que, dependendo do ângulo de incidência do feixe polarizado, essas ligas apresentaram um aumento na absorção até quatro vezes superiores aos do feixe não polarizado.

## **2.1.5- Características dos Materiais**

### **2.1.5.a - Absorção ou Reflexão**

A refletividade (R) da superfície define quanto de energia que chega na superfície é realmente absorvido é usada para a fusão. É definida como a relação entre a potência radiante refletida pela superfície e a potência incidente, sendo um número adimensional entre 0 e 1. Fatores tais como a temperatura do material, filmes finos depositados, rugosidade da superfície podem alterar os valores da refletividade.

Na Figura 2.4 verifica-se que para o Al e Cu a refletividade cai com a temperatura e para o aço aumenta. A absorção aumenta devido ao aumento da população de fônons (ondas elásticas termicamente excitadas) causando maior troca de energia entre fônons / elétrons. Então, os elétrons estão mais propensos a interagir com a estrutura do que oscilar e reirradiar. Há, portanto, para a maioria dos materiais, uma queda na refletividade e um aumento na absorção.

Dependendo do tipo da superfície do material define-se a refletividade como:

Para materiais opacos:  $R = 1 - A$  [2.2]

Para materiais refletivos:  $R = 1 - (T_S + A)$  [2.3]

Onde: R: refletividade ou coeficiente de reflexão; A: absorção ou coeficiente de absorção;

$T_S$  = transmitido ou coeficiente de transmissão

O coeficiente de reflexão para ângulos normais de incidência de um dielétrico ou superfície do metal no ar ( $n=1$ ), pode ser calculado por:

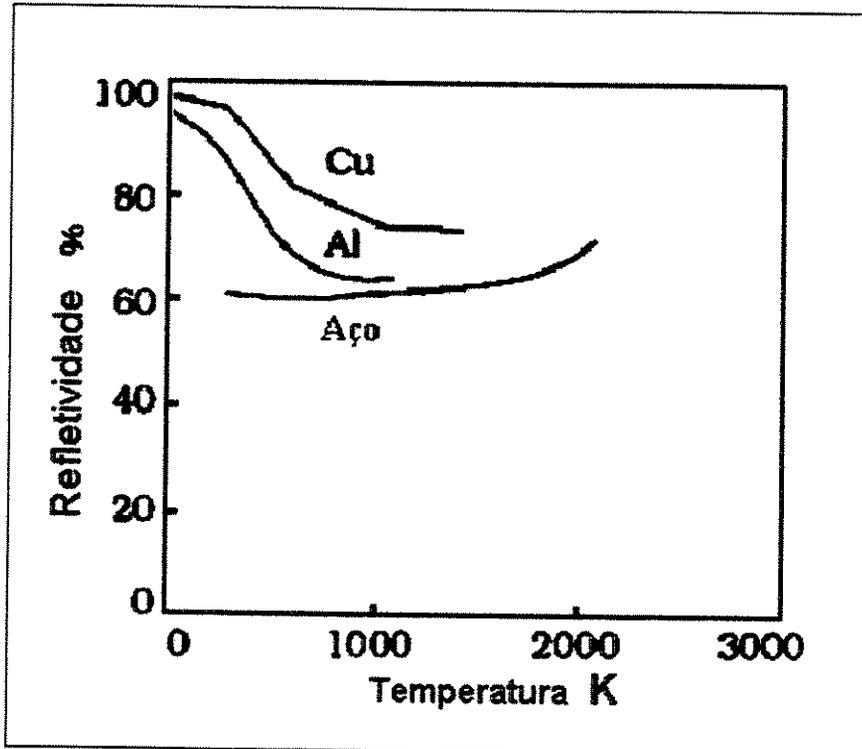


Fig 2.4 - Refletividade em função da temperatura para o comprimento de onda da radiação de  $1,06 \mu\text{m}$  [STEEN, 1991].

$$R = \frac{(1-n)^2 + K^2}{(1+n)^2 + K^2} \quad [2.4]$$

onde:

$n$  = o índice de refração

$K$  = coeficiente de absorção

A tabela II. 2 mostra os índices de refração(n), coeficiente de reflexão (R) e coeficiente de absorção (K) para alguns materiais selecionados.

<b>Tabela II. 2</b> <b>INDICE DE REFRAÇÃO,</b> <b>COEFICIENTE DE REFLEXÃO E</b> <b>ABSORÇÃO P/ ALGUNS</b> <b>MATERIAIS PARA</b> <b>COMPRIMENTO DE ONDA DA</b> <b>RADIAÇÃO DE 1.06 μm</b> Fonte: STEEN, 1991			
Material	K	n	R*
Al	8.50	1.75	0.91
Cu	6.93	0.15	0.99
Fe	4.44	3.81	0.64
Mo	3.55	3.83	0.57
Ni	5.26	2.62	0.74
Pb	5.40	1.41	0.84
Sn	1.60	4.70	0.46
Ti	4.0	3.80	0.63
W	3.52	3.04	0.58
Zn	3.48	2.88	0.58
Vidro	0	1.5	0.04

Obs: \*R para superfícies retificadas e limpas.

### 2.1.5.b - Capacidade Térmica

A capacidade térmica é a propriedade que indica a habilidade do material absorver calor de um meio. Representa uma quantia de energia exigida para produzir elevação de uma unidade de temperatura. [CALLISTER, 1994]. Matematicamente, o capacidade térmica  $C$  é expressa como segue:

$$C = \frac{dQ}{dT} \quad [2.5]$$

Onde,  $dQ$  é quantidade (infinitésima) de calor recebido pelo corpo ao passar de  $T + dT$ , e  $C$  é por definição a capacidade térmica do “corpo A” à temperatura para uma dada transformação (geralmente, ao se tratar de sólidos e líquidos as transformações são subentendidas como isobáricas).

### 2.1.5.c - Condutividade Térmica (k)

A condutividade térmica é o transporte do calor através da matéria, ou seja, é o fluxo do calor das regiões de mais alta temperatura para regiões de mais baixa temperatura, portanto indica

com que rapidez o calor é conduzido em um material [CALLISTER, 1994]. A energia térmica pode ser conduzida em sólidos de duas maneiras: vibração de rede e transporte por elétrons livres. Em bons condutores elétricos, grande quantidade de elétrons move-se na estrutura cristalina do material. Como esses elétrons podem transportar carga elétrica, podem também conduzir energia de uma região de alta temperatura para uma região de baixa temperatura. A energia térmica poderá também ser transmitida como energia de vibração na estrutura do material, entretanto, este último modo de transferência não é tão eficiente quanto transporte de elétrons [CHARSCHAN, 1972]. Como exemplo, a condutividade térmica do Cu, que é um bom condutor de calor e de eletricidade, é 398 W/mK e do Ni é 80 W/mK.

#### 2.1.5.d - Difusividade Térmica (a)

A difusividade térmica do material tem influência considerável na profundidade da camada produzida, principalmente para as solidificações que ocorrem fora do equilíbrio. Esta propriedade, característica do material, pode ser definida como uma grandeza que indica a resposta do material a uma variação de temperatura. É obtida pela relação

$$a = \frac{k}{\rho \cdot c} \quad [2.6]$$

onde: a: difusividade térmica;  $\rho$ : densidade; c: calor específico

A difusividade determina com que rapidez o material receberá e conduzirá a energia térmica. As ligas apresentam, em geral, difusividade térmica menor que o elemento principal da liga e aços inoxidáveis e algumas ligas de níquel têm baixos valores de difusividade. Para solda, alta difusividade térmica conduz à maior penetração da frente de fusão, sem choque térmico e a baixa difusividade térmica limita a penetração de calor.

### 2.1.6 - Interação do laser com o Material

#### 2.1.6.a - Introdução:

Uma das vantagens do laser no processamento de materiais é a elevada densidade de potência que pode atingir valores da ordem de  $10^{18}$  W/cm<sup>2</sup> e a rápida transferência desta energia para o interior do material sem contato físico. Alguns fenômenos devem ser observados na transferência

desta energia, tais como: oxidação da superfície, absorção da radiação pelo plasma, aquecimento do material, evaporação do material, cristalização (mudanças na superfície), resfriamento (transformação no estado sólido), formação do plasma, entre outros [ KRAPOSHIM, 1982].

Basicamente o processo de interação se inicia quando a superfície absorve a radiação eletromagnética do feixe do laser que interage com os elétrons da superfície do material. Os elétrons tornam-se excitados e transferem suas energias para a rede cristalina, elevando a temperatura do material. Portanto, a energia do laser é direcionada para uma fina camada a qual é aquecida rapidamente, com alto gradiente térmico [STEEN, 1991].

### 2.1.6.b - Propagação das ondas nos Materiais

Quando uma radiação eletromagnética incide em uma superfície, uma parte da radiação é refletida, outra é absorvida e a outra parte é transmitida pelo material (Fig. 2.5). A radiação é absorvida de acordo com a lei Beer Lambert, conforme a equação 2.6. A intensidade da radiação absorvida sofre um decaimento exponencial em função da profundidade, como mostra a Figura 2.5.

$$I = I_0 e^{-Az} \quad [2.6]$$

onde:

I: é a intensidade da luz que penetra em uma profundidade z

$I_0$ : é intensidade da luz incidente

z: profundidade

A: coeficiente de absorção

A intensidade de energia pode ser significativa nos casos de baixa densidade de potência, desde que o tempo de interação seja longo. A energia transferida, sobre a superfície do material, pode ser descrita pela energia específica (dE), ou seja:

$$dE = q_0 \cdot \tau \quad [2.7]$$

onde:  $q_0$ : é a potência específica fornecida ao material [ $W/cm^2$ ]

$\tau$ : é o tempo [s]

Entretanto, define-se potência específica ( $q_0$ ) de acordo com a equação 2.8

$$q_0 = \frac{P}{\pi \omega(z)} \quad [2.8]$$

Onde: P: é a potência da radiação laser [W]

$w(z)$ : é o raio do feixe laser em uma posição definida (diâmetro  $d = 2w[\text{cm}]$ )

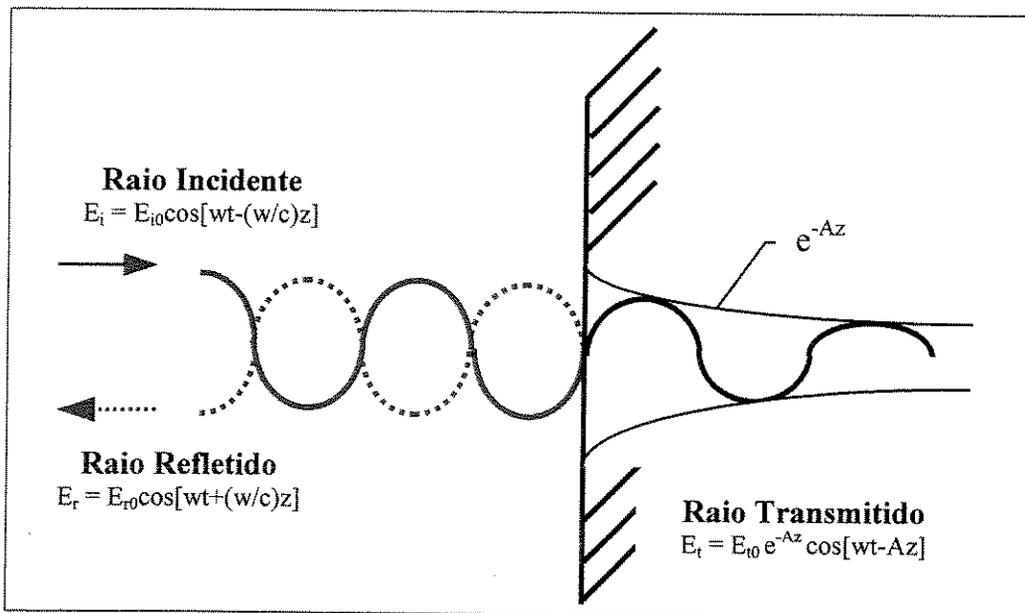


Fig 2.5 - Fase e amplitude de uma radiação eletromagnética atingindo um meio sólido. [STEEN, 1991].

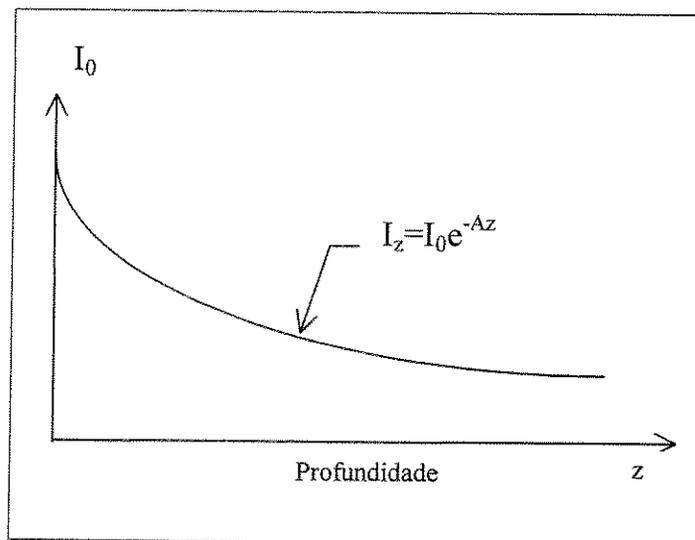


Fig 2.6- Atenuação da intensidade de energia de uma onda em um meio na direção z. [ROESSLER, 1986].

Em função da temperatura ou da incidência da radiação eletromagnética do feixe do laser, os átomos em torno de seu ponto de energia mínima apresentam uma certa liberdade de movimento ou vibração, que é muito influenciada pelo campo elétrico. Desde que a frequência da radiação não corresponda à frequência de ressonância natural da partícula, então a fluorescência ou absorção não ocorrerá, mas a força de vibração deverá ser iniciada. A força induzida pelo campo elétrico é muito pequena e incapaz de provocar uma vibração no núcleo atômico. Temos então, o problema da interação dos fótons com os elétrons livres ou confinados. Como os elétrons vibram intensamente, eles reirradiarão em todas as direções ou ficarão contidos pela rede dos phonons (energia de ligação dentro da estrutura sólida ou líquida). Posteriormente os phonons motivarão a estrutura a vibrar e esta vibração será transmitida através da estrutura por um tipo de processo de difusão normal, devido à ligação dos átomos da estrutura cristalina [STEEN, 1991]. Portanto o calor produzido na estrutura cristalina é resultante destas vibrações. O fluxo de calor pode ser calculado de acordo com a equação de Fourier:

$$\frac{q}{S} = -k \left[ \frac{dT}{dx} \right] \quad [2.11]$$

Onde:

$dT/dx$ : é o gradiente de temperatura na direção do fluxo de calor

S: é a área de contato da passagem do fluxo.

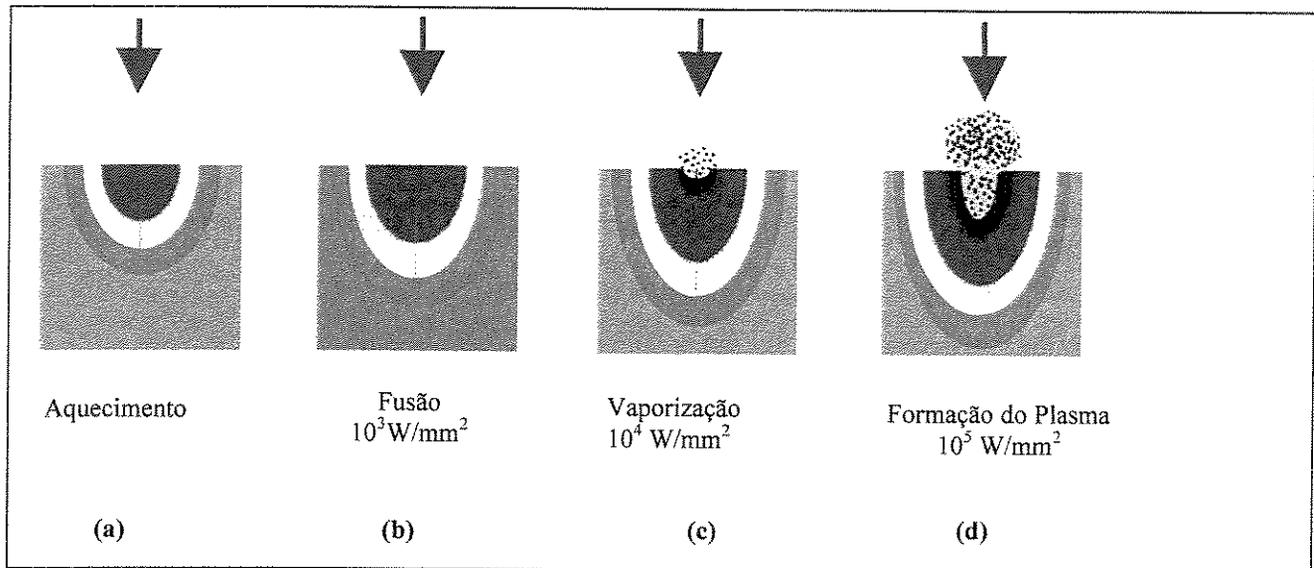
A Figura 2.7a indica o aquecimento do material quando a energia absorvida é depositada em uma camada e penetra no material por condução térmica. Quando a superfície atinge a temperatura de fusão, a interface líquida se propaga dentro de material, conforme indicado na Figura 2.7b. Com a continuidade da radiação, a superfície começa a vaporizar conforme indicado pela Figura 2.7c, onde começa a ser produzido um buraco. Se a intensidade da luz do laser é suficiente, a absorção no material arrancado conduz à formação do plasma opaco de alta temperatura. O plasma pode crescer em direção ao feixe como uma onda, que absorve a luz incidente e impede que a mesma atinja a superfície, conforme Figura 2.7d. (Ierardi,1999)

## 2.2- Processamento de materiais por laser

O objetivo do tratamento superficial a laser é modificar as propriedades das regiões próximas à superfície. Dependendo do material e dos parâmetros envolvidos, pode-se produzir estruturas com

melhores características de resistência mecânica e à corrosão [PELLETIER, 1991; NOORDHUIS, 1993; GREMAUD, 1990; VANNES, 1995].

As principais vantagens apresentadas pelo laser no processamento de materiais, são as seguintes [BELFORTE, 1985]:



**Fig 2.7 - Representação esquemática dos processos físicos que ocorrem quando um feixe de laser de alta potência atinge uma superfície [STEEN, 1991].**

- Aumento significativo na produtividade,
- Substantial redução no custo de material e processo (20-30%),
- Produto de alta qualidade dentro de estreita tolerância,
- Redução / eliminação de sucatas e retrabalhos,
- Processo amplamente automatizado,
- Permite mudanças no desenho do produto e no sistema de fabricação,
- Melhoramento das condições ambientais (redução dos ruídos, vibrações, fumaça, cavacos, fluidos refrigerantes e lubrificantes),
- Processo quimicamente limpo.
- Redução de mão de obra.

Convém salientar que os tratamentos de superfície com laser tanto ocorrem só por aquecimento sem envolver fusão ou com o envolvimento da fusão. No caso de tratamento térmico

sem fusão, podemos citar a têmpera superficial e o recozimento. Nos processos com envolvimento de fusão, sem e com adição de materiais. A quantidade de material adicionado determina a produção de uma liga de superfície ou de uma camada superficial.

O tempo de interação e a densidade de potência do laser resultam em uma densidade de energia, que habilita o laser como ferramenta para diversos processos industriais. A Figura 2.8 representa os vários processos em função do tempo de interação e da densidade de potência cujos principais processos de fusão superficial são definidos a seguir:

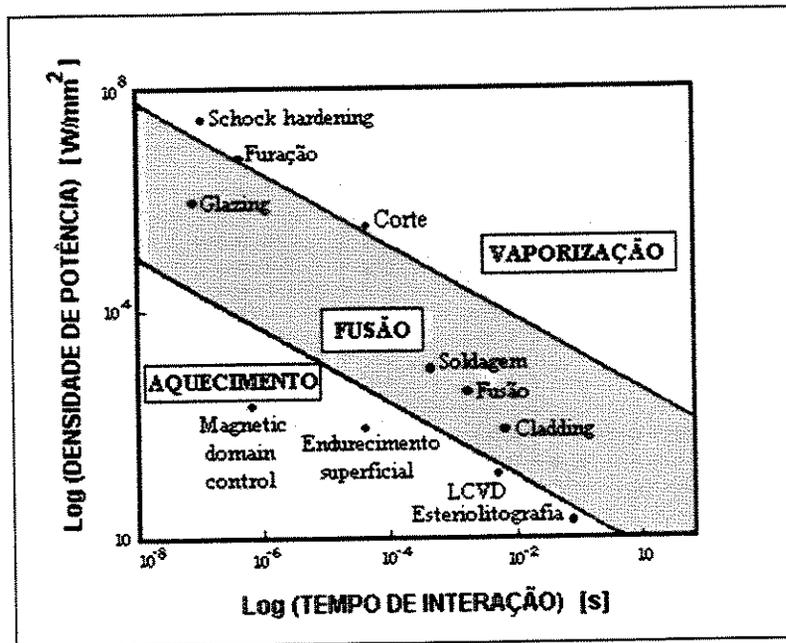


Fig. 2.8 - Variação da Densidade de Potência do Laser em Função do Tempo de Interação para cada processo. [ROESSLER, 1986].

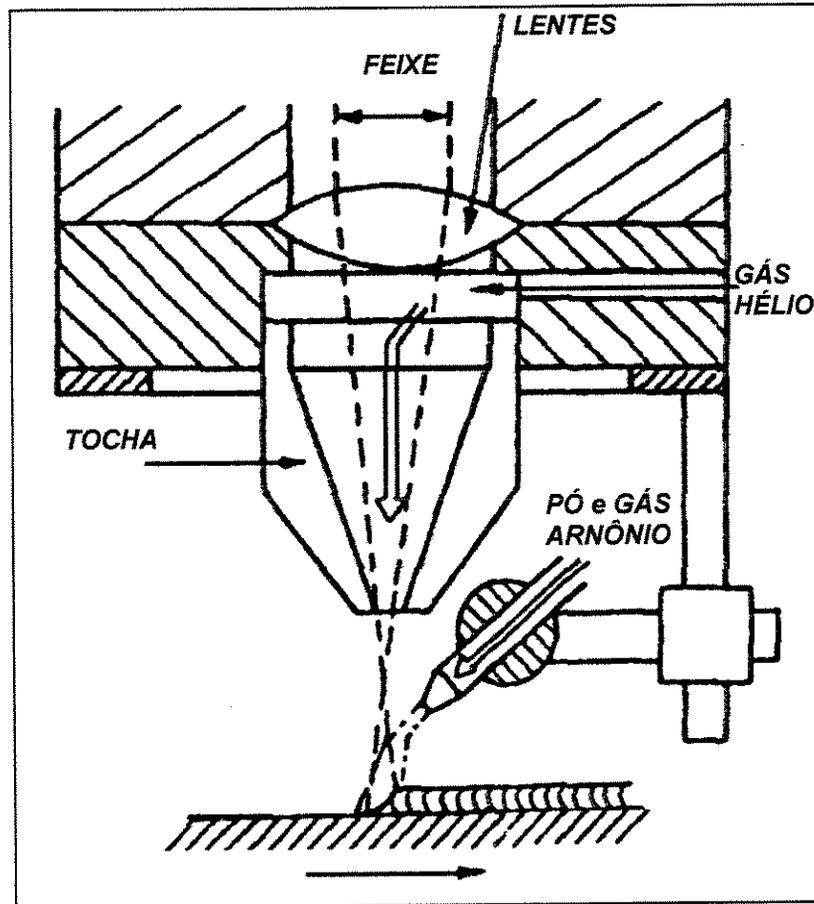
- **Laser Glazing:** uma pequena fração da superfície do material é fundida rapidamente e solidificada para formação de novas microestruturas. Esse processo tem por objetivo promover homogeneização superficial, refino microestrutural, formação de vidro metálico, etc. Pode ser realizado tanto com o laser contínuo quanto o laser pulsado que têm sido extensivamente usado na indústria eletrônica para a fusão superficial de semicondutores.

- **Laser cladding:** o feixe laser produz uma liga sobre um substrato, com mínima diluição da camada ligada com o substrato, a partir da fusão de uma liga colocada no topo do substrato. O principal objetivo do processo é o desenvolvimento de uma camada superficial com excelentes características mecânicas em um substrato, melhorando concomitantemente a resistência ao desgaste e a resistência à corrosão do material. [SINGH, 1992].
- **Laser alloying:** é uma alternativa para o tratamento de superfícies e é um processo semelhante ao tratamento térmico por laser, com exceção que outro material é adicionado ao poço líquido. É um método preciso de manipulação microestrutural e propriedades superficiais. Com adição de alguns elementos de liga, consegue-se superfícies com excelentes propriedades mecânicas. Nesse processo um elemento de liga é depositado conjuntamente com o feixe laser na forma de pó ou fio, ou previamente através de filme, ou outro processo de deposição, para a formação de uma nova liga superficial. A profundidade da zona afetada pelo calor é controlada principalmente pela potência e o tempo de interação do feixe laser com o metal base. A Figura 2.9 apresenta uma representação esquemática do laser alloying

O laser alloying pode produzir uma ampla variedade de ligas de superfície. As altas taxas de resfriamento favorecem a precipitação de fases metaestáveis. Além das vantagens citadas anteriormente, destaca-se: baixa distorção devido à pequena área de entrada de calor, possibilidade de tratamento de geometrias complexas, pequenas tolerância da profundidade do poço fundido e superfícies com boas características mecânicas, além de minimizar etapas do processo [PENG, J.Y.C, 1985]. O método é fácil de automatizar e não exige contato manual. Pode-se afirmar também que oferece precisão na colocação do elemento de liga, boa adesão e altas velocidades de processamento. Entretanto algumas ligas podem apresentar fissuras e porosidades que podem ser evitadas fazendo-se um pré-aquecimento do substrato e com uso de atmosferas protetoras.

De acordo com [ALMEIDA,1995] podem surgir partículas não dissolvidas que são ocasionadas devido às altas taxas de solidificação utilizadas principalmente na refusão. [SALAMAND,1993] afirmou que além da alta taxa de solidificação, a baixa taxa de deposição do pó promove o aparecimento de partículas não dissolvidas e alguma porosidade na liga depositada.

Pode-se citar algumas ligas formadas por laser alloying, por exemplo: TiN pela fusão do Ti em uma atmosfera de nitrogênio, formação de altas concentrações de Si ou Cr em ferro fundido, formação de aço inox no aço ou endurecimento do alumínio pelo alloying com Ni ou Si [MORDIKE, 1989].



**Fig 2.9 - Ilustração do laser alloying com o depósito da liga em pó conjuntamente com o feixe laser.**[ BURAKOWSKI, TADEUSZ e WIERZKCHON, TADEUSZ 1999]

O mecanismo de solidificação para o laser alloying se inicia quando o substrato é exposto a um feixe laser. Certa quantidade de energia deve ser absorvida e transferida instantaneamente para o filme ou pó depositado e a material base. A região do topo da superfície alcança seu ponto de fusão e transfere a maior parte energia térmica para o substrato. Dentro de uma fração de segundos (aproximadamente  $10^{-3}$ s), o revestimento se funde por completo e uma poça líquida forma-se dentro

do substrato. A temperatura da poça de fusão deve ser controlada para evitar-se a vaporização do material [Frenk, 1991]. Na Figura 2.10 são exibidas as temperaturas de vaporização de alguns metais.

Para a liga Al Ni a solidificação se inicia com a precipitação na forma de intermetálico  $Al_3Ni$  ou dependendo da concentração de Ni por  $Al_3Ni_2$ , enquanto o Al é rejeitado no poço fundido, então decresce progressivamente a concentração de Ni até a solidificação se completar com o Al nas áreas interdendríticas [SALLAMAND, 1993].

De acordo com [MORDIKE, 1991] o aumento da concentração Ni elevou a dureza superficial para um substrato AlSi9Cu em 25% para uma deposição em peso de Al 35%Ni. [SALAMAND,1993] afirmou que a dureza superficial é promovida pela existência de intermetálicos  $Al_3Ni_2$  e  $Al_3Ni$  enquanto, [LING, 1992] certificou que o Ni melhora a resistência ao desgaste.

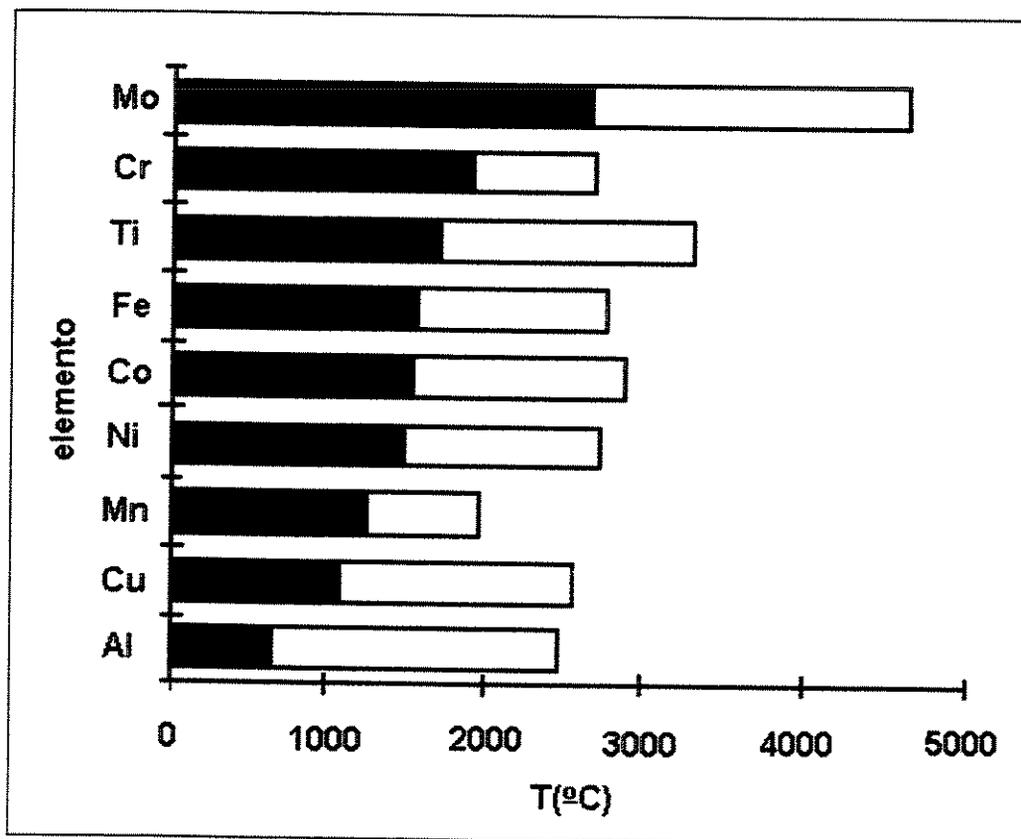


Fig 2.10 - Temperatura de fusão e vaporização de diferentes materiais (área branca: estado líquido). [VANNES, 1995].

### 2.2.1- Laser Alloying para ligas de Al

As ligas de alumínio são usadas na indústria aeronáutica e automobilística, devido principalmente ao seu baixo peso específico, alta condutividade térmica, moldagem fácil e o preço relativamente baixo. Entretanto, a energia de ligação interatômica é fraca e, portanto, o ponto de fusão e dureza são baixos, conduzindo a indesejáveis propriedades mecânicas para uso industrial [JOBEZ, 1989; PELLETIER, 1991; BRANSDEN, 1995]. Quando usadas para o laser alloying, consegue-se superfícies que atendem as exigências industriais.

### 2.2.2 – Características e análise do Al e Ni no processamento a laser

A fusão deverá ocorrer sem a formação do plasma e vaporização de qualquer elemento de liga (representado anteriormente pela Fig.2.10), por outro lado a porosidade é sempre observada depois da solidificação. Estas condições são sempre levadas em consideração para a determinação de ligas apropriadas. Conforme a Fig.2.10 é experimentalmente difícil produzir ligas superficiais contendo Al-Mo sem a vaporização do Al. Cita-se também o pequeno intervalo de temperatura para fundir o Cr que limita a utilização da liga Al-Cr. Considera-se que a formação de ligas de Al-Si são mais fáceis do que ligas de Al-Ti ou outras [VANES,1995].

Conforme a tabela II-2, observa-se que o Al e Ni possuem acentuadas diferenças em suas propriedades térmicas. A análise dessas propriedades é importante para se entender o mecanismo do fluxo de calor no poço e conseqüentemente o dimensionamento dos parâmetros de tratamento, sendo o conjunto delas mais importante que uma isolada. Por exemplo, quanto um dado material está no estado líquido e a sua difusividade é baixa, o alcance do calor limita-se as pequenas profundidades. Os aços inox e as ligas altamente resistentes ao calor são relativamente fáceis de vaporizar e, portanto, aptas a serem submetidas à furação por laser.

A difusividade térmica está diretamente relacionada com os valores da condutividade térmica, desde que o produto ( $\rho \cdot c$ ) para muitos materiais não tenha grande variação. A tabela II. 2 mostra que o volume específico de calor ( $\rho \cdot c$ ) varia menos que 2,5 : 1 considerando-se que a condutividade térmica varia menos de 7 : 1 e o calor específico aproximadamente 10 : 1. Isto indica, por exemplo, porque metais que possuem alto calor específico, como o Al, não possuem vantagem

significativa sobre outros metais quando se considera o fluxo de calor. Entretanto, quando o produto ( $\rho.c$ ) é considerado fica evidente porque o Ni e as ligas com alta concentração de Ni são favoráveis para o processamento a laser. De fato, o Ni retém grande quantidade de energia por um período maior (baixa difusividade) que outros metais, porque possui alta capacidade, por unidade de volume, para elevar-se a uma dada temperatura do que outro material com baixo ( $\rho.c$ ). Além disso, o Ni necessita de maior quantidade de energia por unidade de volume para elevar-se a uma dada temperatura do que outro material com menor produto ( $\rho.c$ ). Por essa razão, pode-se estimar o porque a profundidade de penetração de fusão do Ni é comparável com outros metais, mesmo que o valor da difusividade térmica seja menor que esses metais[CHARSCHAN, 1972].

**TABELA II. 2**  
**PROPRIEDADES TÉRMICAS DE ALGUNS METAIS SELECIONADOS**

Fonte: CHARSHAN, 1972 p.157

Metais*	k cal/s.cm. <sup>0</sup> C	c cal/g. <sup>0</sup> C	$\rho c$ cal/cm <sup>3</sup> °C	a (x 10 <sup>-4</sup> ) m/s
Al	0,53	0,215	0,58	0,91
Be	0,35	0,45	0,84	0,42
Cr	0,16	0,11	0,79	0,20
Cu	0,94	0,092	0,82	1,14
Au	0,71	0,031	0,60	1,18
Mn	0,34	0,066	0,68	0,51
Ni	0,22	0,105	0,94	0,24
Pt	0,16	0,031	0,67	0,24
Si	0,20	0,162	0,38	0,53
Ag	1,0	0,056	0,59	1,71
W	0,40	0,033	0,64	0,62
Fe	0,18	0,11	0,87	0,21

(\*) Metais comercialmente puros

A difusividade do Ni no alumínio no estado sólido é muito baixo, ou seja:  $a = 10^{-13} \text{ cm}^2/\text{s}$  a  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $a = 10^{-11} \text{ cm}^2/\text{s}$  a  $T = 650 \text{ }^\circ\text{C}$ , enquanto  $a = 10^{-5} \text{ cm}^2/\text{s}$  a  $1500 \text{ }^\circ\text{C}$  [JOBENZ, 1989]. O módulo de Young para o Al é de 70 GPa e a liga de superfície Al-Ni fundida pelo laser apresenta valores de

110-140 Gpa dependendo da concentração do Ni. Contudo o módulo de Young para o Ni é aproximadamente 180 GPa[VANNES, 1995].

### 2.2.3 - Homogeneização da liga Al Ni

O tempo de interação depende da absorção e da difusividade térmica. A homogeneidade da camada ocorre principalmente devido aos movimentos convectivos dentro do poço fundido, e conseqüentemente conduz a uma camada mais uniforme após o processo de solidificação [VANNES, 1995]. O parâmetro adimensional  $\beta$  proposto por [GALEIRIE, 1987], caracteriza a eficiência dos movimentos convectivos, representada pela homogeneidade da liga superficial formada após a solidificação. De acordo com [JOBENZ, 1989],  $\beta$  é diretamente proporcional a condição experimental, potência específica e tempo de interação ( $q_0$  e  $\tau$ ), mas depende também da condutividade térmica ( $k$ ) e das propriedades físicas ( $\mu$  e  $\sigma'$ ) do material, ou seja:

$$\beta = \frac{\frac{d\sigma}{dT} q_0 \tau}{\mu \cdot k} \quad [2.12]$$

$\mu$ : Viscosidade cinética (que depende do material, decresce com o aumento da temperatura).

$q_0$ : Potência específica.

$\tau$ : Tempo de interação

$k$ : Condutividade térmica.

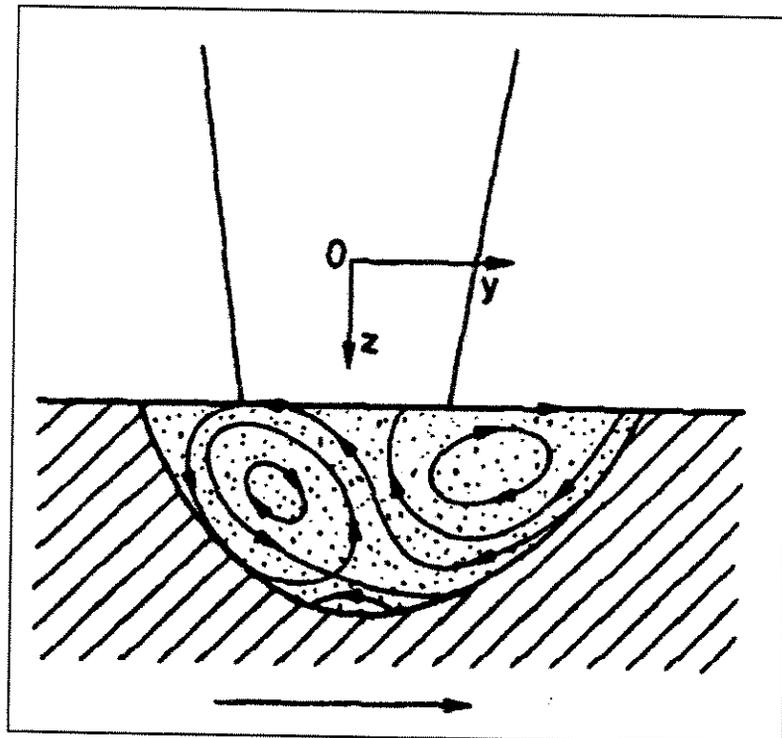
$\sigma$ : Tensão superficial [o gradiente de temperatura induz forças originárias da variação da tensão superficial com a temperatura ( $\sigma' = d\sigma/dT$ )]

Dependendo do termo ( $d\sigma/dT$ ), os movimentos convectivos termocapilares são gerados em uma direção ou na direção oposta, onde diferentes modelos [GALERIE, A., M. PONS E CAILLET, M] mostraram que a velocidade dentro do poço fundido deverá estar entre 0,1 – 1m/s, dependendo da temperatura do material e parâmetro do processo.

É importante salientar que com um feixe de laser de alta potência, a área irradiada pela mancha do feixe pode ser grande e, dependendo do diâmetro, pode conduzir a uma distribuição de energia

dentro do feixe freqüentemente irregular contribuindo para o aparecimento de vários vórtex dentro do poço fundido. A Figura 2.11 apresenta a geometria dos vórtex no poço fundido.

O diagrama de fases Al-Ni [anexo I] mostra que um aumento na concentração de Ni induz um aumento da temperatura liquidus, restringindo, portanto o alcance da temperatura de interdifusão do Ni no Al. Assim, diferenças físicas que limitam o processo em si, devem ser consideradas. Um fator favorável a ser considerado para se obter uma camada espessa é um aumento nos movimentos convectivos com a espessura “z”.



**Fig.2.11** Desenho apresentando os movimentos convectivos no poço fundido de acordo com o sentido do movimento do laser. [ BURAKOWSKI, TADEUSZ e WIERZKCHON, TADEUSZ 1999]

#### 2.2.4 - Parâmetros do Processo

A potência por unidade de área do feixe (densidade de potência) pode ser alterada pela variação da energia do laser ou do tamanho da mancha do feixe. O tempo de interação é determinado pela taxa de deslocamento do feixe. A densidade de potência determina o gradiente de temperatura no poço fundido [MORDIKE, 1991]. Longos tempos de interação e/ou alta densidade

de potência são capazes de provocar a vaporização da superfície antes que o calor gerado seja transferido para grandes profundidades.

De acordo com [BRANSDEN, 1995], um dos principais problemas surgidos devido ao aumento da densidade de potência é a vaporização do material e maior inclinação do gradiente de temperatura, normalmente associado com porosidade e trincas. Segundo [READY, 1978] a máxima densidade de potência para se evitar a vaporização dos metais é aproximadamente  $10^5 \text{ W/mm}^2$ .

### **2.2.5 - Deposição do pó**

O pó é colocado juntamente com o gás inerte, geralmente o argônio, para se evitar a oxidação do revestimento. Para se reduzir à adesão da mistura de pós antes do processamento, deve-se secar a uma temperatura de aproximadamente  $70 \text{ }^\circ\text{C}$  por 3 horas [CARVALHO, 1995].

A composição química final da liga produzida pode mostrar uma grande diferença da composição esperada, devido ao desenho do bico injetor, sua posição em relação ao laser/região de interação e a taxa de alimentação do pó [ANJOS, 1995]. [ALMEIDA, 1995] demonstrou que eficiência da injeção do pó no laser cladding aumenta linearmente com o ângulo entre o bico de injeção e a horizontal. A máxima eficiência é obtida quando o pó chega quase perpendicularmente ao poço fundido. Entretanto, a eficiência cai consideravelmente quando o bico injetor afasta-se do plano definido pela direção de varredura do feixe laser. Além disso, para a obtenção de um rendimento adequado, a direção do fluxo das partículas injetadas deve ser oposta à direção de varredura do feixe.

## **2.3 – Solidificação induzida por refusão a laser**

### **2.3.1 - Considerações Gerais**

O controle das propriedades obtidas pelo tratamento a laser está necessariamente subordinado ao entendimento das microestruturas de solidificação. O conhecimento do diagrama de fase da liga tratada e das condições térmicas que prevalecem durante o tratamento por laser não é suficiente. É indispensável considerar o crescimento cinético a um nível microscópico, onde os

mecanismos de seleção microestrutural acontecem. O uso de modelos analíticos de solidificação de frentes plana e dendrítica e das ligas eutéticas torna possível o entendimento da maioria das estruturas de solidificação, que podem ser observadas experimentalmente. Ainda que os mapas de seleção de microestruturas obtidos não possam ser utilizados de um modo totalmente preditivo, devido ao estado de imprecisão dos dados conhecidos a respeito das propriedades termofísicas das ligas, eles permitem uma aproximação racional para a procura de ligas otimizadas.

### **2.3.2- Seleção de microestruturas**

A microestrutura de solidificação é caracterizada pelas fases precipitadas e pela forma de crescimento da frente de solidificação, que poderá ser plana, celular ou dendrítica. As estruturas celulares ou dendríticas caracterizam-se por cristais com certo número de ramificações, cujos braços principais crescem segundo as direções cristalográficas preferenciais de sua estrutura cristalina original e as estruturas eutéticas surgem por crescimento cooperativo de duas ou mais fases, apresentando morfologias lamelares ou fibrosas, caso o crescimento seja regular mesmo com um certo grau de complexidade (depende da entropia de fusão de cada fase) [GARCIA, 1993].

### **2.3.3- Processo da solidificação induzida por refusão a laser**

A solidificação inicia-se ao final da interação do laser com o material. O líquido solidifica-se de forma epitaxial sobre o substrato sólido, conseqüentemente em condições extremas de afinidade físico-química, o que implica em nucleação sem barreiras energéticas significativas. No caso de crescimento colunar, tem-se orientação paralela ao fluxo de calor e depende das condições térmicas locais [FRENK e KURZ, 1991].

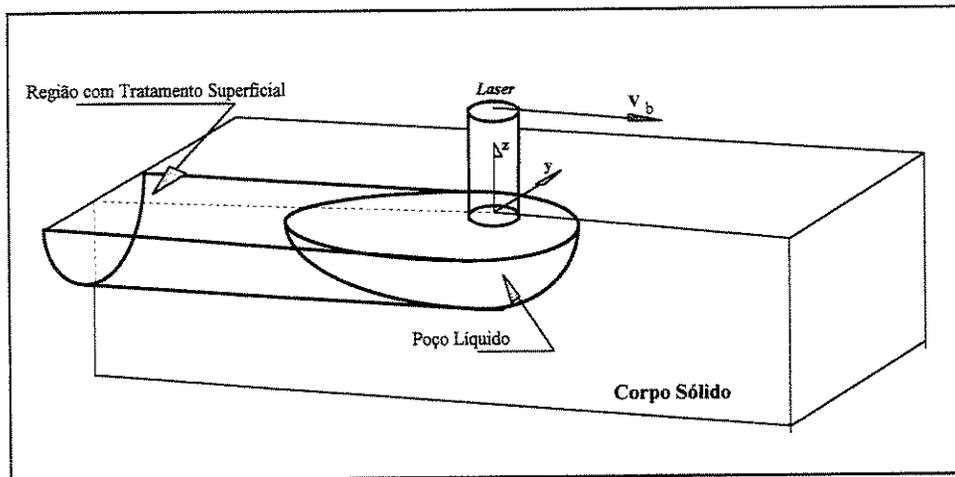
A Fig. 2.12 mostra a representação esquemática da região afetada pelo laser e observa-se que é produzida uma poça líquida quase hemisférica, tomando forma mais alongada. Após a exposição do feixe laser (suficiente para fusão), a solidificação inicia-se no fundo do poço.

A velocidade de solidificação  $V_s$  varia de zero no fundo do poço fundido, ou seja, na interface entre o substrato e o fundido até a velocidade de varredura  $V_b$  na superfície que estão

relacionadas de acordo com a equação 2.13 [VANNES, 1995; PELLETIER, 1991; FRENK, 1991; GREMAUD, 1990; ZIMMERMANN, 1989; DRAPER, 1984]:

$$V_s = V_b \cos\theta \quad [2.13]$$

Onde:  $\theta$  é o ângulo formado pelos vetores  $V_s$  e  $V_b$ .



**Fig. 2.12 - Representação esquemática da região afetada pelo feixe de laser, mostrando a forma geométrica do poço de material líquido. [FRENK e KURZ, 1991].**

A Figura 2.13 ilustra as direções de solidificação representando os vetores  $V_s$  e  $V_b$  e a evolução da solidificação no poço líquido. A máxima velocidade de solidificação será menor que a velocidade de varredura do feixe [PELLETIER, 1991].

Como o início da solidificação ocorrerá entre o substrato e o poço fundido, a razão entre o gradiente térmico e velocidade de solidificação no fundo do poço ( $G/V_s$ ) tende ao infinito e, portanto, a solidificação deverá começar com frente plana. Posteriormente, a taxa de solidificação aumenta rapidamente e o gradiente de temperatura, que é máximo no início, decresce, atingindo um valor subcrítico de ( $G/V_s$ ) e conseqüentemente uma solidificação dendrítica [MORDIKE, 1991]. A Figura 2.14 representa a evolução do gradiente e da velocidade de solidificação na interface sólido/líquido.

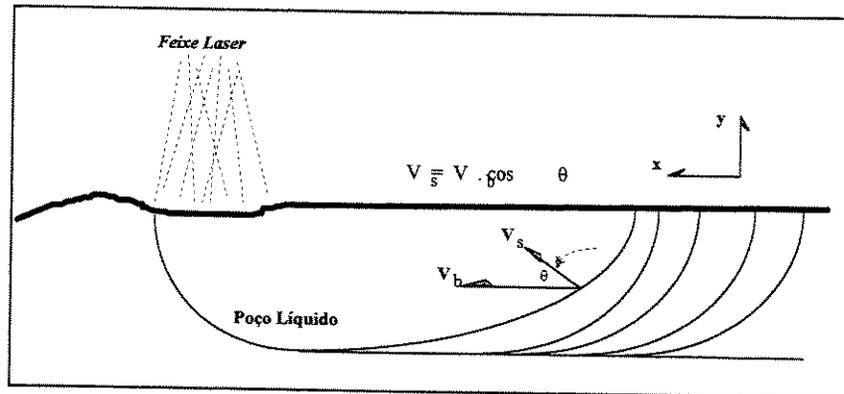
A ocorrência de instabilidade depende do gradiente de temperatura ( $G$ ) à frente da interface sólido/líquido e da velocidade de avanço dessa interface ( $V_s$ ). As variações de  $G$  e  $V_s$  são

acompanhadas por variações microestruturais significativas. O critério do superesfriamento constitucional indica a tendência na formação da microestrutura e é dado por:

$$\frac{G}{V_s} \geq \frac{m C_s (k_0 - 1)}{k_0 D_L} \quad [2.14]$$

Onde  $\alpha$  :

$$\alpha = \frac{m C_s (k_0 - 1)}{k_0 D_L} \quad [2.15]$$



**Fig. 2.13 - Seção longitudinal da amostra mostrando o poço de material líquido e as direções de deslocamento do feixe e a evolução da solidificação.** [FRENK, 1991].

sendo:

$V_s$ = velocidade de solidificação;  $G$ = gradiente térmico à frente da interface sólido/líquido;  $k_0$ = coef. de redistribuição do soluto;  $D_L$ = difusividade do soluto;  $m$ = inclinação da linha liquidus;  $C_s$ = concentração do sólido junto à interface sólido/líquido.

A expressão [2.14] indica que se a razão  $G/V_s$  for maior que ( $\alpha$ ), prevalecem às condições de estabilidade do crescimento, e a interface sólido/líquido se apresenta macroscopicamente plana. À medida que a velocidade de solidificação cresce e/ou gradiente térmico diminui, altera-se a tendência da equação [2.14] ter uma razão ( $G/V_s$ ) menor que ( $\alpha$ ), e a instabilidade decorrente dá origem às estruturas celulares seguidas das estruturas dendríticas [MUNITZ, 1985].

Em circunstâncias normais, existindo um gradiente de temperatura positivo no líquido, a partir da interface todo o líquido encontrar-se-á a uma temperatura acima da linha liquidus e não se observará o superesfriamento. Variações locais na composição, associadas com a redistribuição do

soluto, podem proporcionar uma variação na temperatura liquidus efetiva, de região para região no líquido. Nessas condições, parte do líquido pode ser superesfriado constitucionalmente. A variação do gradiente ( $G$ ) pode conduzir a uma situação em que o líquido à frente da interface está numa temperatura abaixo da temperatura liquidus de equilíbrio, existindo portanto uma região de superesfriamento à frente da interface. Esse fenômeno é conhecido como superesfriamento constitucional. Observa-se que a condição limite para que não ocorra o superesfriamento constitucional é quando o gradiente de temperatura tangenciar a curva liquidus [PRATES, 1978].

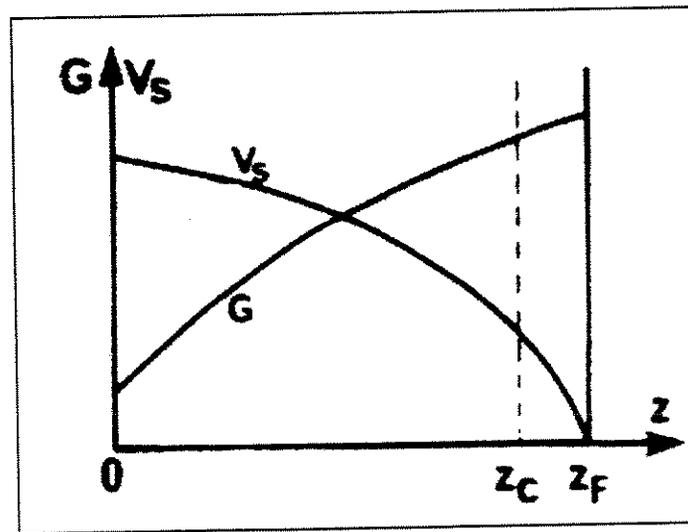


Fig. 2.14 - Representação esquemática da evolução do gradiente da interface sólido/líquido ( $G$ ) e a taxa de solidificação ( $V_s$ ) x profundidade do poço fundido ( $Z_F$ );  $Z_c$ : profundidade do poço onde  $G/V_s$  se torna crítico. [ PELLETIER, 1991]

As Figuras 2.15 e 2.16 mostram esquematicamente a ocorrência do superesfriamento constitucional. Na Fig.2.16 (a), o gradiente de temperatura devido ao fluxo de calor é maior do que o gradiente de temperatura na interface sólido/líquido, a solidificação será estável. Por outro lado se a inclinação da curva da temperatura liquidus na interface for maior que a curva da distribuição real da temperatura, haverá modificação no avanço na frente de solidificação e, portanto, condição de superesfriamento. A frente plana se torna instável e há a formação de microestrutura dendrítica [Fig. 2.16 (b)]

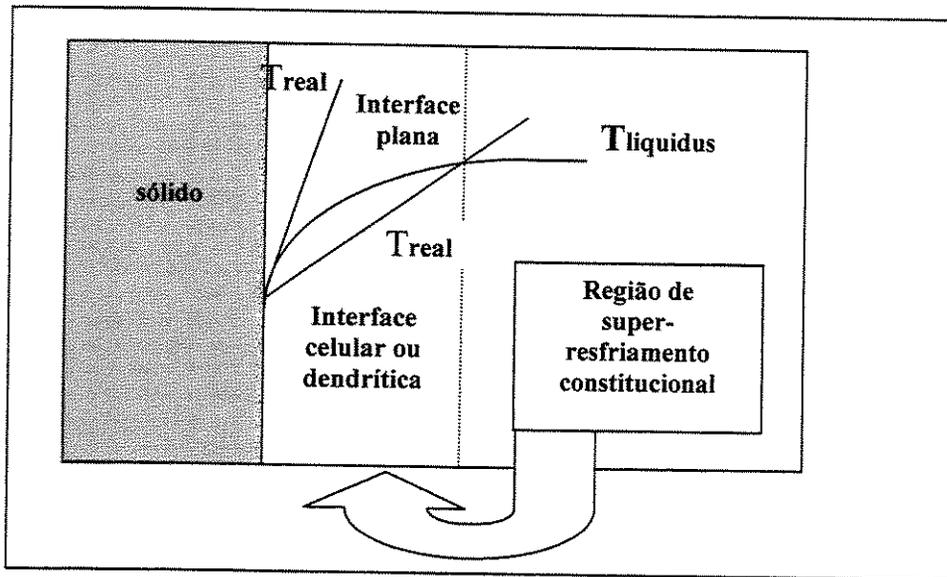


Fig 2.15 - Condição para resfriamento constitucional. [SANTOS, 1995].

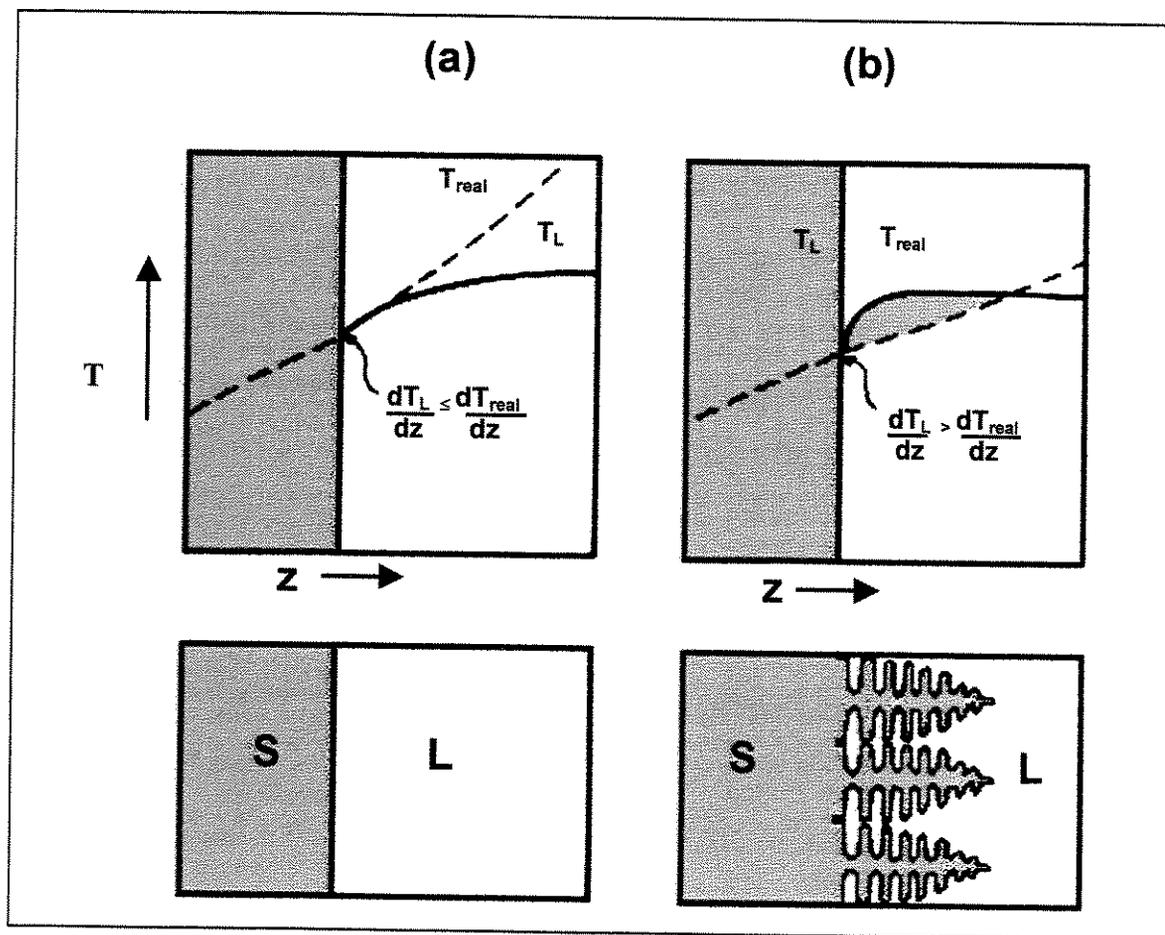


Fig 2.16 - Condição para superesfriamento constitucional na interface sólido/líquido, e estrutura resultante. [KURZ, 1984]

A instabilidade da interface provoca como decorrência a formação de células ou dendritas conforme o grau de instabilidade. O caso de frente sólido/líquido macroscopicamente plana, caracteriza situações práticas onde não há formação de estrutura de solidificação definida. A Figura 2.17 apresenta a morfologia das microestruturas em função da taxa de solidificação e do gradiente térmico.

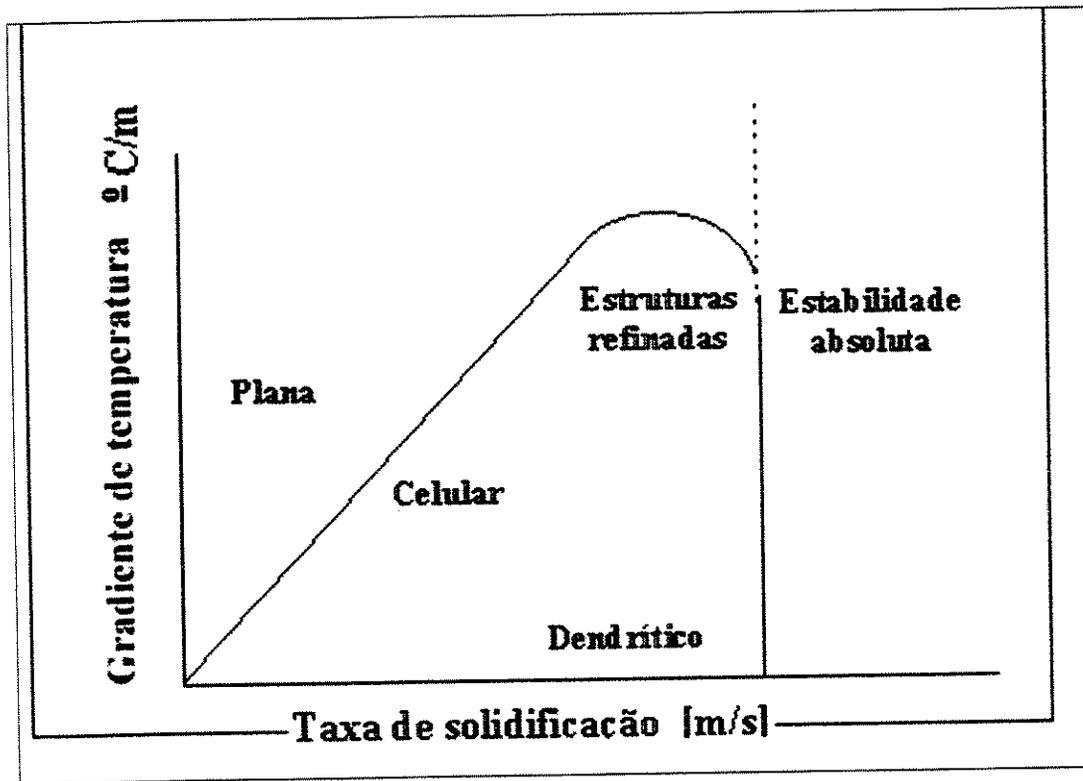


Fig 2.17 - Diagrama da morfologia da solidificação. Taxa de solidificação [m/s] x Gradiente de temperatura [ $^{\circ}$ C/m]. [STEEN,1991]

## Capítulo 3

### Materiais e Métodos

#### 3.1 Materiais e Parâmetros

Como substrato utilizou-se Al comercialmente puro, com espessura de 6mm e, para a liga de deposição, uma mistura de pó de alumínio com 25% de pó de níquel, com partículas de diâmetros de 150 $\mu$ m e 90 $\mu$ m, respectivamente.

Na deposição do recobrimento incidiu-se o feixe de um Laser de CO<sub>2</sub>, contínuo, com potência de saída de 2 kW e modo de configuração T<sub>00</sub> (perfil Gaussiano), diâmetro do feixe 1,2 mm e distância focal de 10mm. O laser utilizado pertence ao Instituto Superior Técnico de Lisboa.

Para a análise semiquantitativa do teor de Ni utilizou-se um Microscópio eletrônico de Varredura ( MEV ) modelo JEOL-JXA-840, e para a análise metalográfica, aplicou-se dois métodos distintos: a Microscopia Óptica, através do equipamento NEOPHOT-32, sendo estes de propriedade do Laboratório de Metalografia - DEMA-FEM-UNICAMP e, a Difração por Raios-X através da Radiação CuK $\alpha$ , com um Goniômetro RINT 2000, do Instituto de Pesquisa Energéticas e Nucleares (IPEN-SP).

Na obtenção da dureza utilizou-se o dispositivo existente no sistema NEOPHOT-32, na escala Vickers e na avaliação da resistência à corrosão uma solução de NaCl a 3% e o Software Par-352 para levantamentos dos dados.

### 3.2 Parâmetros utilizados

Os parâmetros empregados nas amostras, a Razão de Deposição (RD), Velocidade de Deposição ( $V_D$ ), Velocidade de Refusão ( $V_R$ ) e tempo de interação, encontra-se na Tabela III. 1 .

<b>Tabela III. 1</b>			
<b>Parâmetros do Processamento</b>			
<b>Razão de Deposição [g/s]</b>	<b>Vel. Deposição [mm/s]</b>	<b>Vel. Refusão [mm/s]</b>	<b>Tempo de Interação na refusão em [ms]</b>
0,030	5	xxx	xxx
0,030	5	5	240
0,015	5	xxx	xxx
0,015	5	10	120
0,015	5	20	60

OBS.: xxx representa que não foi efetuada este parâmetro.

### 3.3 Metodologia de Deposição da Liga Al / Ni

A deposição da liga em pó no substrato é feita ao mesmo tempo em que se incide o feixe sobre a amostra. Com isso, há a fusão simultânea do pó e da camada superficial do substrato, produzindo uma nova liga de superfície. Posteriormente realizou-se a refusão no sentido transversal à deposição inicial, de acordo com o esquema da Figura 3.1. A alimentação do fluxo da liga em pó deve ser feita de modo constante e continuamente durante o funcionamento do Laser, através de um bico injetor. O bico injetor e a saída do feixe do Laser devem estar posicionados o mais próximo possível, conforme já visto na Figura 2.12. As partículas são injetadas por intermédio de um fluxo de argônio que fornece proteção ao pó, evitando contato com o meio ambiente. O movimento da amostra é feito através de uma mesa X-Y, controlada por um sistema CNC. Neste caso, o feixe permanece fixo e a mesa movimenta-se.

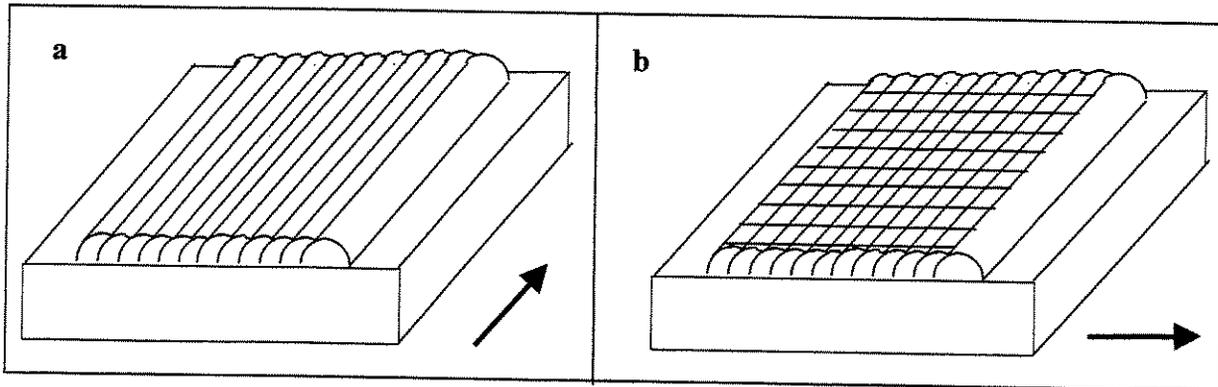


Figura 3.1 -Desenho da camada depositada na superfície da amostra, representando o sentido de deposição (a) e refusão (b).

### 3.3.1 - Método de Caracterização Microestrutural

#### 3.3.1.a – Método de Análise Química

Para determinação das porcentagens em peso de Ni presentes ao longo da poça fundida, usou-se uma área de análise cujas dimensões estão representada na Figura 3.2 (  $h = 57,5\mu\text{m}$  e  $L = 571,5\mu\text{m}$  ). Para o topo da superfície, adotou-se uma área maior, ou seja, de  $1000 \times 1000$  (  $\mu\text{m}$  ).

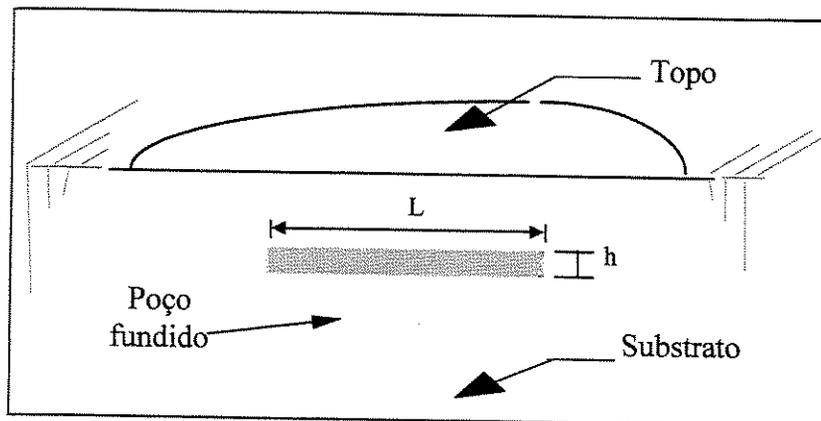


Figura 3.2 - Detalhe das dimensões da área analisado pelo EDS-MEV dentro da poça.

$h = 57,5 \mu\text{m}$  e  $L = 571,5\mu\text{m}$

### **3.3.1.b – Metalografia e Difração por R-X.**

O ataque realizado para a análise metalográfica por microscopia óptica, identificando a morfologia da microestrutura resultante, consistiu de uma solução aquosa de NaOH a 10% interagindo por 10s com a amostra e na análise por difração de R-X para a determinação dos intermetálicos, empregou-se a radiação  $\text{CuK}\alpha$ , com intensidade suficiente para detecção dos intermetálicos precipitados até uma profundidade de  $20\mu\text{m}$ . O difratograma com os respectivos resultados obtidos estão apresentados no anexo 2

### **3.3.2 - Metodologia de Avaliação da Dureza**

Para a avaliação da dureza empregou-se carga de 20g e penetrador piramidal, objetiva de 50x e ocular de 10x, de acordo com a NBR-6672 . A Figura 3.3 mostra a localização da região central onde foram realizadas as medições, visto que a poça fundida apresenta imperfeições microestruturais, evitando-se assim trilhas que apresentassem grande quantidade de poros e partículas de Ni, as quais levariam a resultados imprecisos.

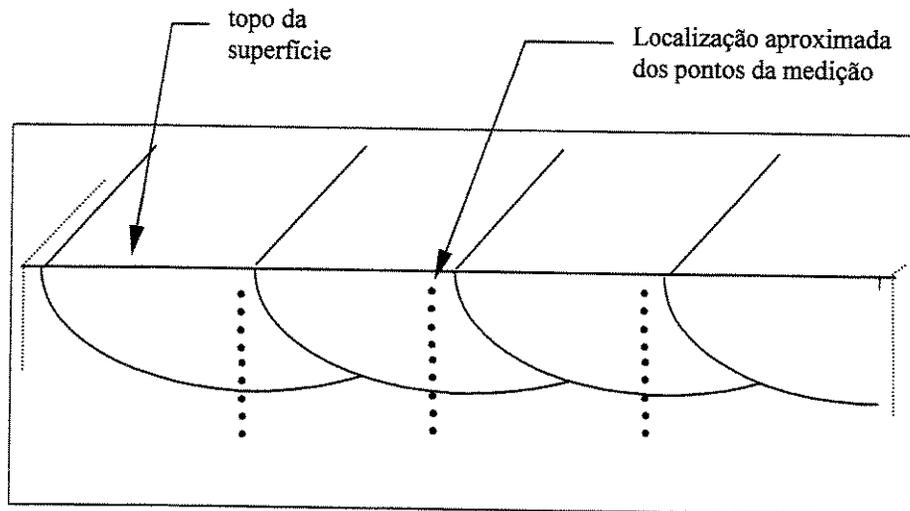
### **3.3.3 - Metodologia de Avaliação da Corrosão**

Realizou-se a avaliação da resistência à corrosão pela exposição de uma área de aproximadamente  $37\text{mm}^2$  do revestimento, a uma solução aquosa de NaCl a 3% e isolou-se o restante através de uma resina polimérica. O tempo de duração do ensaio foi o suficiente para levantar a curva de polarização, cujo resultado final foi obtido pelo software PAR 352. As curvas de polarização encontram-se no anexo 3

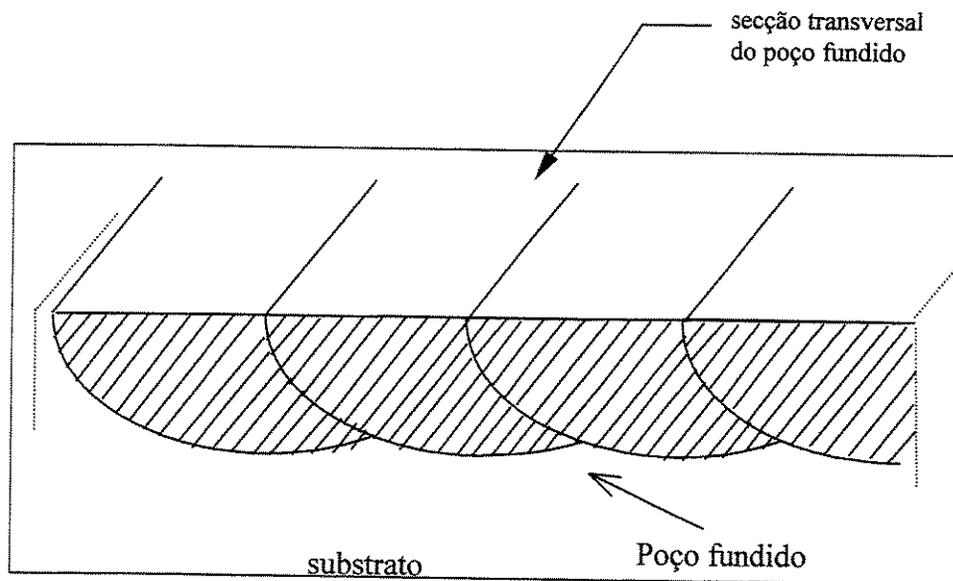
### **3.3.4 - Avaliação da Porosidade**

A análise da distribuição de poros da secção transversal no seio do material depositado foi feito através de um sistema de avaliação ótica (NEOPHOT-32) com auxílio do software Q 500NC da LEICA que permite análise estatística quantitativa da permeabilidade do material (poros). De cada processamento (fusão simples e refusão) foram efetuados cinco amostragens

para coleta dos dados, descartando-se a amostragem que obtivesse um elevado desvio padrão. A Figura 3.4 representa a secção transversal da amostra submetida a esse ensaio.



**Figura 3.3 - Detalhe da localização aproximada das medições da dureza na secção transversal da poça**



**Figura. 3.4 - Representação esquemática da secção transversal submetida à análise da porosidade.**

## Capítulo 4

# RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 - Considerações gerais

Conforme Capítulo 3, Tabela III.1, foram produzidas 5 amostras, onde variou-se a razão de deposição e nas amostras que foram refundidas foram adotadas 3 velocidades de refusão. Os respectivos tempos de interação para estas velocidades estão apresentados também na Tabela IV.1.

### 4.2 - Difratoograma

A difração de raio X foi o método aplicado para a determinação das fases precipitadas presentes na liga de superfície obtida. O alcance da intensidade da radiação foi eficiente até uma profundidade de 20 $\mu$ m. Os difratogramas encontram-se no Anexo II. De acordo com esta análise, pode-se afirmar que o intermetálico Al<sub>3</sub>Ni estava presente em todas as amostras. Verifica-se também a presença de partículas de Ni não dissolvidas nas amostras não refundidas e pequenos traços deste elemento na amostra refundida com  $v_R = 20$  mm/s com R.D.=0,015 g/s. Observa-se que o tempo de interação, para esta análise, teve uma importância considerável para a diluição do Ni ao longo da camada, ou seja, nota-se que para as menores velocidades de varredura não detectou-se a presença de partículas de Ni.

### Análise de imagem

Conforme Tabela IV-1, verifica-se que as amostras submetidas a fusão simples e refusão apresentaram variados índices de porosidade, que são provavelmente decorrentes dos problemas resultantes do processamento, tais como, manutenção das amostras em ambiente isento de umidade antes do processamento, pré aquecimento das amostras e atmosfera protetora apropriada durante o processamento. Observa-se que o menor índice de porosidade foi obtido para refusão com  $v_F=10\text{mm/s}$  na amostra com R.D. 0,015 g/s e que em todas as situações houve aumento da porosidade na refusão.

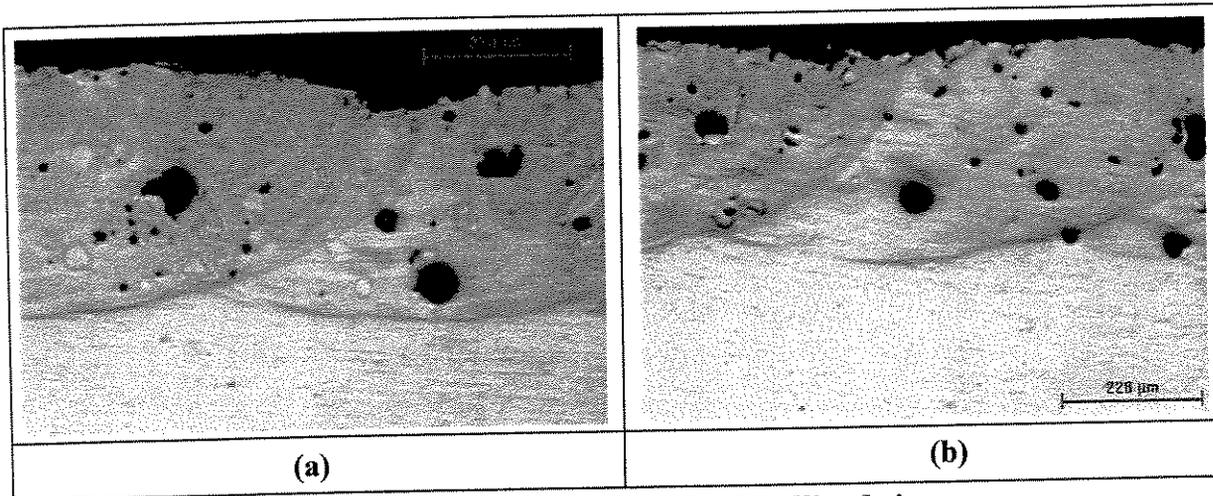
As Figuras 4.1 (a), (b) e (c) e 4.2 (a) e (b) apresentam as micrografias obtidas das análises da permeabilidade física da superfície que originaram os dados da Tabela IV. Essas micrografias se referem apenas a uma região escolhida aleatoriamente. Observe que nas micrografias as áreas negras representam os poros.

TABELA IV-1			
AVALIAÇÃO DA PORCENTAGEM DE POROS			
Tratamento	R.D* [g/s]	Velocid. [mm/s]	% média de poros
Fusão simples	R.D. 0,03 g/s	5mm/s	7,0
Fusão simples	R.D. 0,015g/s	5mm/s	2,5
Refusão	R.D. 0,03 g/s	5mm/s	12,0
Refusão	R.D. 0,015g/s	10mm/s	4,5
Refusão	R.D. 0,015g/s	20mm/s	7,0

\* Obs.: [R.D.] Razão de deposição

Analisando-se as micrografias, distingue-se a presença de muitos poros, principalmente nas amostras que foram submetidas à refusão. Estas porosidades, provavelmente resultam da liberação de hidrogênio durante a solidificação. Hidrogênio dissolvido no alumínio líquido resulta da decomposição de água absorvida na superfície do material ou da calcinação do  $\text{Al}(\text{OH})_3$  que se forma quando as ligas de Al são expostas a uma atmosfera contendo alto índice de umidade e subsequente decomposição do vapor d'água liberado durante a reação de calcinação. Quando a pressão de hidrogênio em equilíbrio com o hidrogênio dissolvido excede a uma atmosfera (Lei de

Sieverts) o hidrogênio pode se liberar na forma de bolhas de gás[ALMEIDA,1995]. Como a taxa de solidificação é alta, algumas bolhas não podem sair e são alcançadas pela frente de solidificação. Provavelmente a dupla exposição das amostras refundidas ao feixe contribuiu para o aumento do índice de porosidade nas amostras refundidas



**Figura 4.1 - Micrografias das amostras submetidas à análise de imagem**

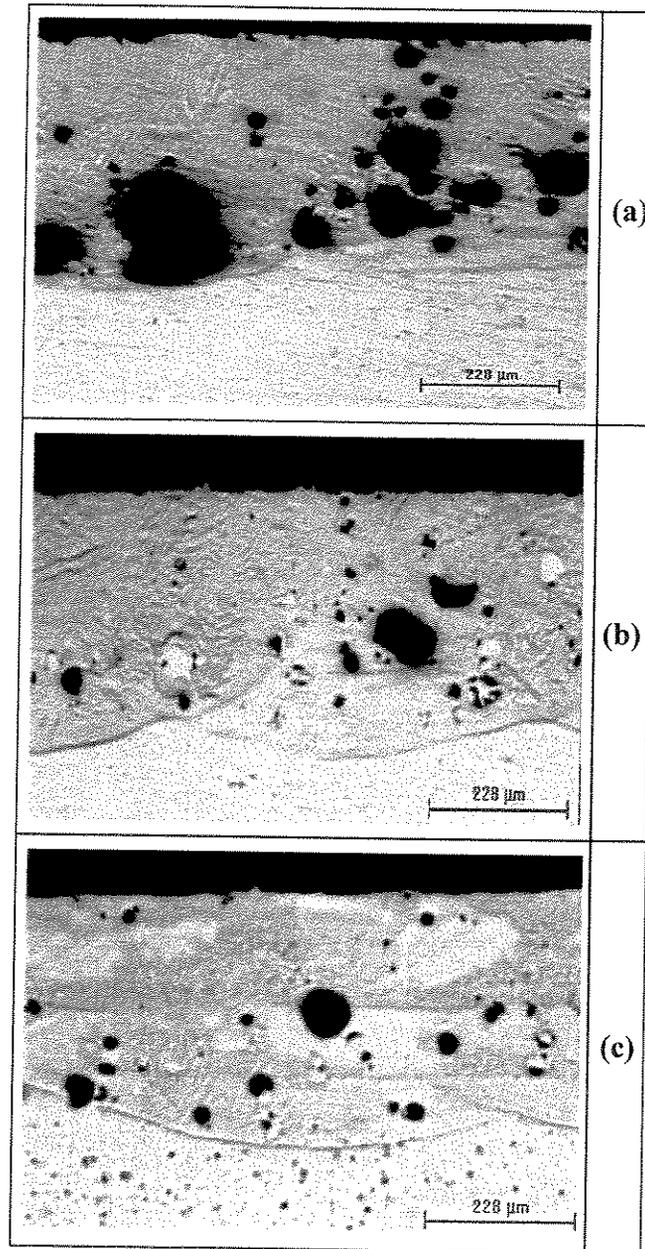
**(a) Amostra submetida à F.S. com R.D.=0,03g/s e  $v_F=5\text{mm/s}$**

**(b) Amostra submetida à F.S. com R.D. =0,015g/s e  $v_F=5\text{mm/s}$**

Conforme Tabela. IV.I, observa-se que com o aumento da velocidade do feixe, da razão de deposição e no processo de refusão houve um aumento da porosidade. De acordo com as micrografias, observa-se que a distribuição dos poros, de maneira geral, manteve-se aleatória ao longo da poça nas amostras, indicando que são provavelmente decorrentes dos intensos movimentos convectivos dentro do poço líquido causados pela velocidade de varredura do feixe.

#### **4.3 - Análise Semiquantitativa da Concentração de Ni e Microdureza Superficial**

Esta análise procura verificar a distribuição da concentração de Ni ao longo da poça fundida para cada parâmetro utilizado. A variação da concentração de Ni em função da profundidade para as várias amostras encontra-se representada nas Figuras 4.3 a 4.6.



**Figura. 4.2-** Micrografias das amostras submetidas à análise de imagem:

- (a) Amostra submetida à refusão com R.D.=0,03g/s e  $v_R=5\text{mm/s}$
- (b) Amostra submetida à refusão com R.D.=0,015g/s e  $v_R=10\text{mm/s}$
- (b) Amostra submetida à refusão com R.D.=0,015g/s e  $v_R=20\text{mm/s}$

A Figura 4.3 apresenta a variação da concentração de Ni para as duas razões de deposição com fusão simples e mesma velocidade (5mm/s). Pode-se observar que no caso da R.D.=0,03g/s,

portanto maior o volume de material adicionado, o Ni está mais concentrado na superfície não apresentando uma variação homogênea, indicando que não houve energia suficiente para fundir conjuntamente com o pó uma quantidade significativa de material do substrato para provocar a diluição do depositado. Para a R.D.=0,015g/s, observa-se que a concentração é mais homogênea até a profundidade de aproximadamente 250 $\mu$ m, caindo bruscamente para a composição do substrato. De acordo a Figura 4.3, o volume do pó depositado teve grande influência no comportamento dos gráficos, pois o tempo de interação do feixe laser na peça submetida a R.D.=0,15g/s, foi mais eficiente para difundir o pó da liga ao longo do poça

A Fig. 4.4 mostra a análise semiquantitativa da variação da concentração de Ni em função da profundidade, para a refusão com diferentes R.D. e diferentes  $v_F$ . Nesta figura observa-se que as velocidades maiores resultaram em uma concentração de Ni maior próxima à superfície.

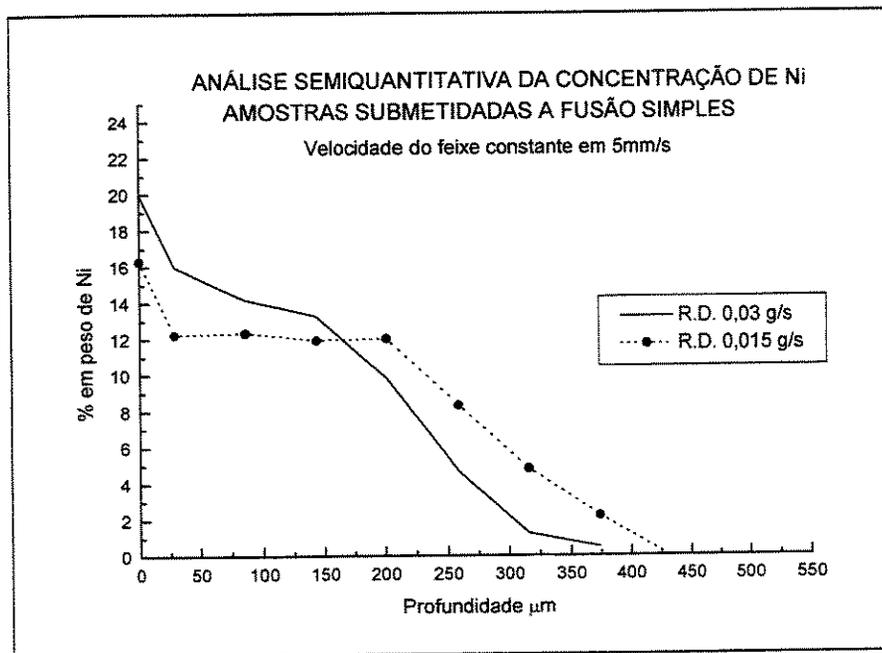
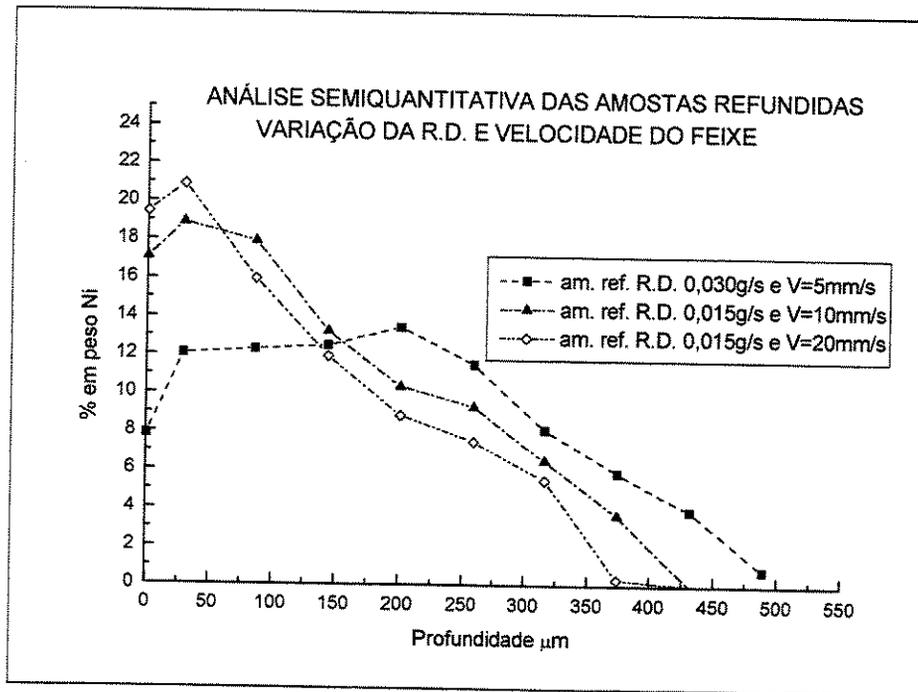


Figura. 4.3 - Variação da concentração de Ni em função da profundidade para duas diferentes R.D. e com velocidade do feixe igual a 5mm/s.



**Fig. 4.4 - Variação da concentração de Ni em função da profundidade para duas diferentes R.D. e com diferentes velocidades de varredura do feixe.**

A comparação da variação da concentração de Ni para as amostras com R.D. de 0,03g/s e velocidade do feixe de 5mm/s, é mostrada na Fig. 4.5. A concentração de Ni na superfície diminuiu de 20% para 8% na amostra refundida. Provavelmente o tempo de interação foi suficiente para promover uma homogeneização da concentração de Ni até profundidades mais elevadas.

A curva da Figura 4.6 compara o efeito de  $v_F$  na F.S.(fusão simples) e refusão para a mesma R.D. A concentração de Ni na superfície das amostras refundidas submetidas a R.D.=0,015g/s com  $v_R=10$  e 20mm/s aumentou em relação a amostra submetida a F.S. Analisando o gráfico da Fig.4.5, nota-se que na refusão não ocorrem alterações significativas na variação da concentração de Ni, em função das duas velocidades de refusão utilizadas. Nota-se que, ao contrário da Fig. 4.5, a refusão promoveu um aumento da concentração de Ni próximo à superfície (entre 0 e 150 μm). Na Figura 4.6 entretanto a profundidade da poça não se alterou. Provavelmente, este fenômeno está relacionado como os intensos movimentos convectivos decorrentes da maior velocidade de solidificação aliados com o coeficiente de redistribuição do soluto.

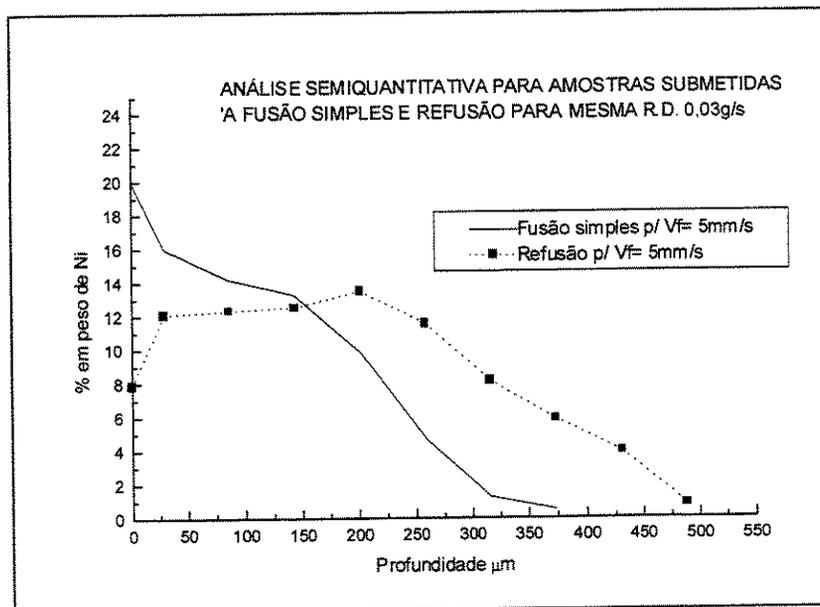


Figura 4.5 - Variação da concentração de Ni em função da profundidade da poça fundida, R.D. de 0,03 g/s velocidade de fusão e refusão de 5 mm/s.

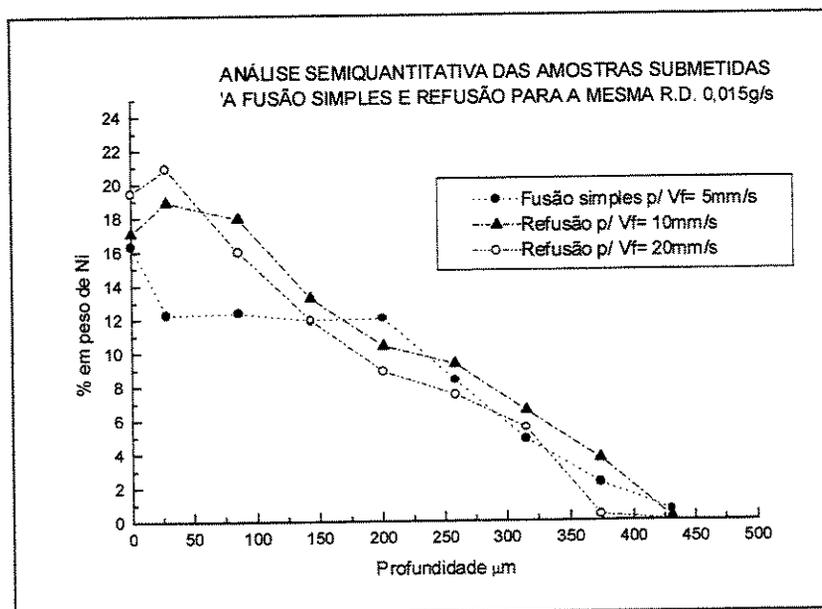


Figura 4.6 - Variação da concentração de Ni em função da profundidade do poço fundido, R.D. de 0,015 g/s, velocidades de refusão: 10mm/s e 20mm/s

#### 4.4 – Microdureza da secção transversal do poço fundido

Na Fig. 4.7 são apresentadas as curvas de microdureza em função da profundidade para as amostras submetidas a fusão simples. Nota-se que a amostra submetida a R.D.= 0,03g/s

obteve maior microdureza ao longo da profundidade do revestimento. Observa-se que esta diferença é mais acentuada na região próxima à superfície.

A Fig. 4.8, confronta as curvas referentes às amostras submetidas a refusão com diferentes R.D. e velocidades de refusões. Observa-se que a amostra que alcançou maior microdureza foi amostra refundida com  $v_F=10\text{mm/s}$  e  $R.D.=0.015\text{g/s}$ . Entretanto, a amostra que obteve uma curva mais homogênea cuja variação da concentração de Ni foi menor (entre 0 e  $300\ \mu\text{m}$ ) foi a refundida com  $5\text{mm/s}$  e  $R.D.=0.03\text{g/s}$ . O comportamento das curvas da Figura 4.8 está diretamente ligado ao tempo de interação laser/material, qualidade da poça (isenta de poros e partículas de Ni não dissolvidas).

A Fig. 4.9 representa a variação da microdureza em função da profundidade do revestimento para a F.S. e refusão com  $R.D.=0,03\text{g/s}$ . As curvas de microdureza apresentadas, não demonstram uma variação significativa, a exceção da região superficial, na qual a amostra submetida a fusão simples apresentou dureza pouco maior. Após a interseção das curvas (aproximadamente  $150\ \mu\text{m}$ ) observa-se um pequeno aumento da microdureza na amostra submetida à refusão, compatível com a Fig. 4.5, na qual observa-se uma distribuição mais homogênea do Ni ao longo da camada.

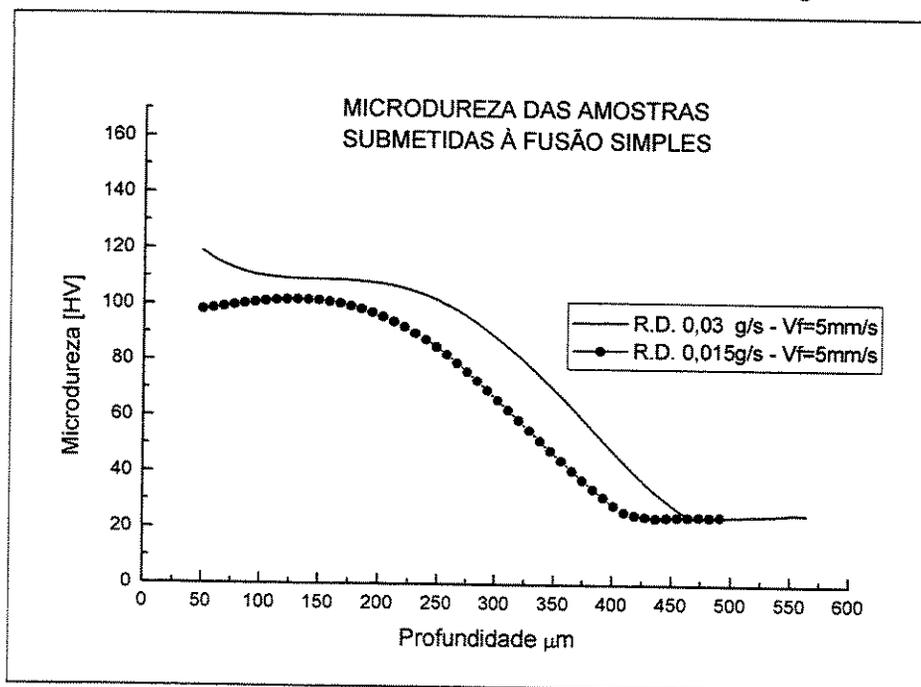


Figura 4.7 - Variação da microdureza em função da profundidade da poça para duas diferentes R.D. e velocidade do feixe igual a  $5\text{mm/s}$ .

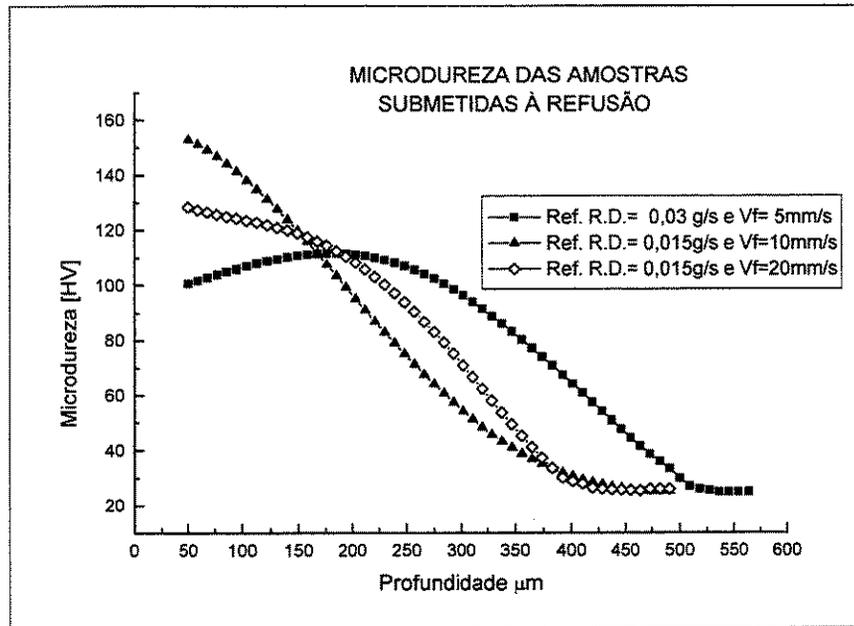


Figura 4.8 - Variação da microdureza em função da profundidade do revestimento em amostras refundidas com diferentes R.D. e diferentes  $v_F$ .

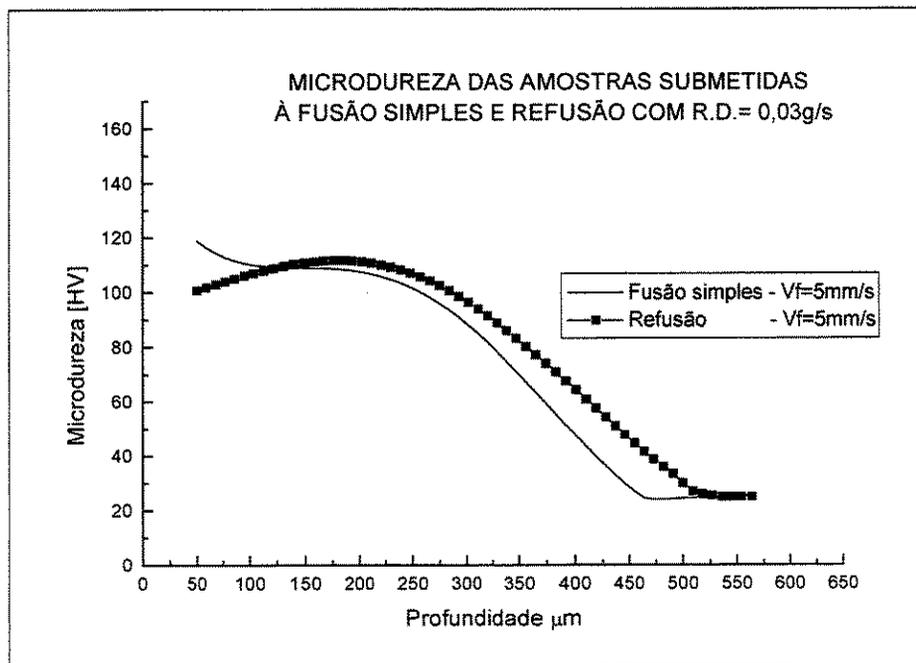


Figura 4.9 - Variação da microdureza em função da profundidade do revestimento em amostras submetidas à fusão simples e refusão com R.D.=0,03g/s e  $v_F=5\text{mm/s}$

A Fig. 4.10 permite uma comparação entre o processo de fusão simples e refusão. Inicialmente comparando-se o processo de refusão até aproximadamente 150 $\mu\text{m}$ , observa-se que a dureza das amostras submetidas a maior velocidade, 10 e 20mm/s, a dureza em princípio deveria ser maior para  $v_F=20$  mm/s o que não ocorre na superfície comparando com a Figura 4.4 que inclusive há mais Ni na superfície para  $v_F=20$ mm/s.

Analisando-se mais especificamente o gráfico da amostra refundida com  $v_F=20$ mm/s com o da amostra submetida a F.S, observa-se que o comportamento das curvas são similares, principalmente a partir da profundidade 250  $\mu\text{m}$ . Este comportamento pode ser explicado através do menor tempo de interação ( $v_F=20$ mm/s), ou seja, não houve tempo suficiente para que a energia do feixe atingisse toda a profundidade da poça.

Observando a os gráficos da microdureza, observa-se que a velocidade do feixe ligada diretamente aos movimentos convectivos do poço líquido e volume de material depositado são importantíssimos. Além disso, poderemos citar que a concentração de Ni é fundamental se alisarmos conjuntamente os gráficos da análise semiquantitativa com os da microdureza.

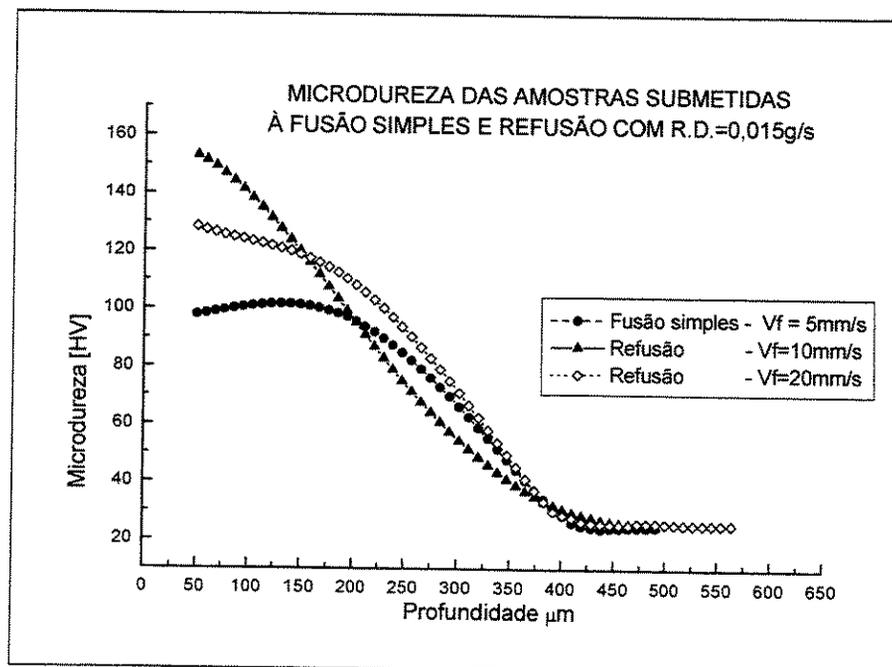


Figura 4.10 - Variação da microdureza em função da profundidade do revestimento em amostras submetidas à fusão simples e refusão com R.D.=0,015g/s e diferentes  $V_F$ .

#### 4.6- Microestrutura

A micrografia da Fig. 4.11 representa a amostra submetida a fusão simples com R.D.de 0,03g/s ( $v_F= 5\text{mm/s}$ ). A região abrangida pela sobreposição apresenta fusão extensiva pela presença disseminada de estruturas dendríticas, apesar do grande número de partículas não dissolvidas de Ni. Na Fig. 4.12 observa-se um detalhe da região central da Fig. 4.11 com uma ampliação de 400x, enfatizando a presença de partículas precipitadas de Ni e orientação aleatória das estruturas dendríticas.

A Fig. 4.13 apresenta a região da interface da sobreposição das trilhas onde novamente verifica-se a presença de partículas precipitadas de Ni e estruturas dendríticas. Estas constatações podem conduzir ao seguinte raciocínio: neste procedimento, a fusão não foi total, pela presença elevada de partículas não dissolvidas de Ni. Observa-se nesta figura que (A) corresponde a partículas de Ni não dissolvidas contornadas por dendritas. Em (B) está localizado um poro.

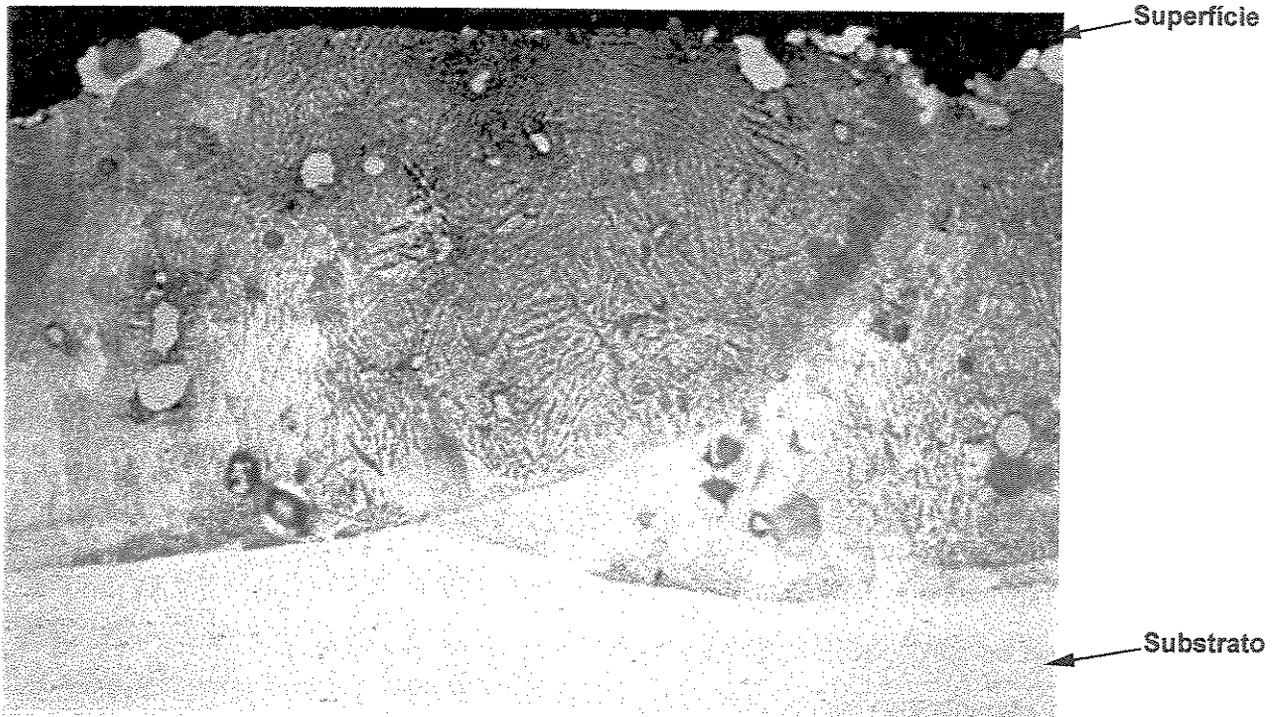


Figura 4.11 - Micrografia que representa região de "over lap" na F.S.  $v_F= 5\text{mm/s}$  - R.D.  $=0,03\text{g/s}$ . Ataque em NaOH - 10% por 10s. A: 200x - luz polarizada.

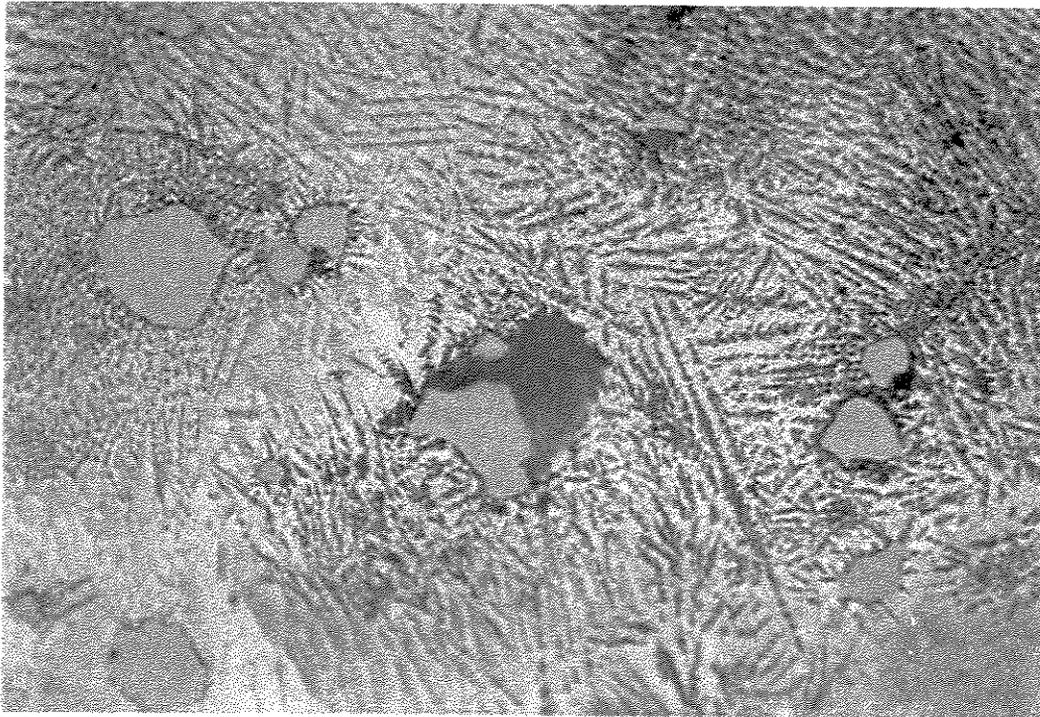
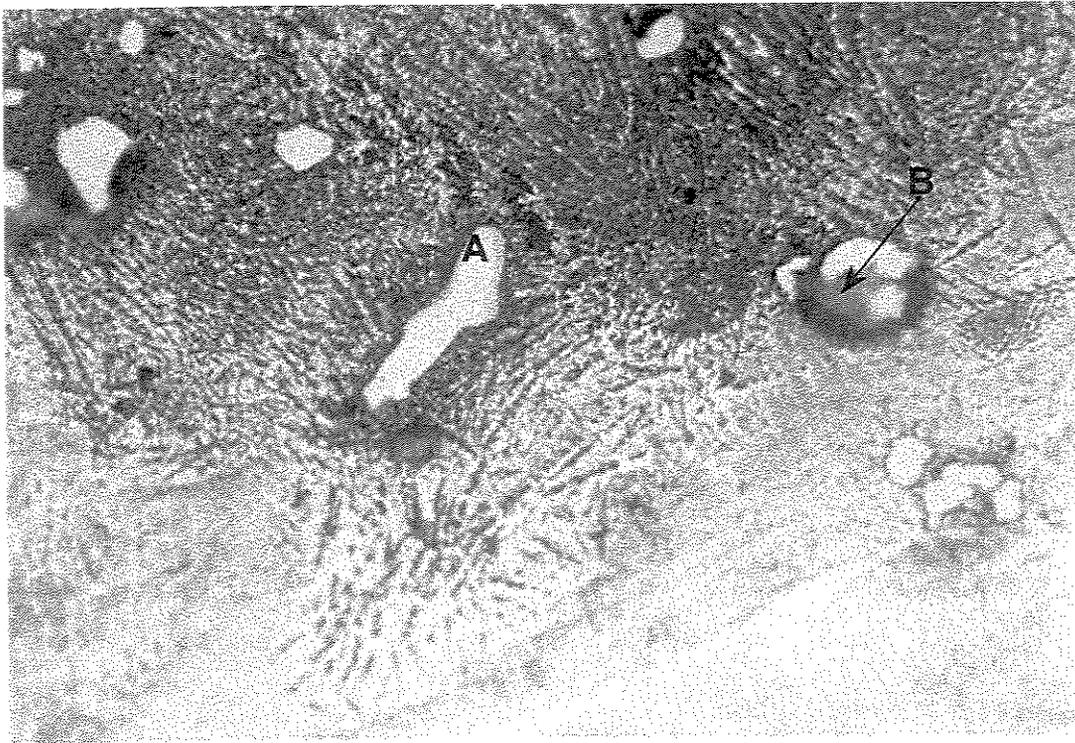


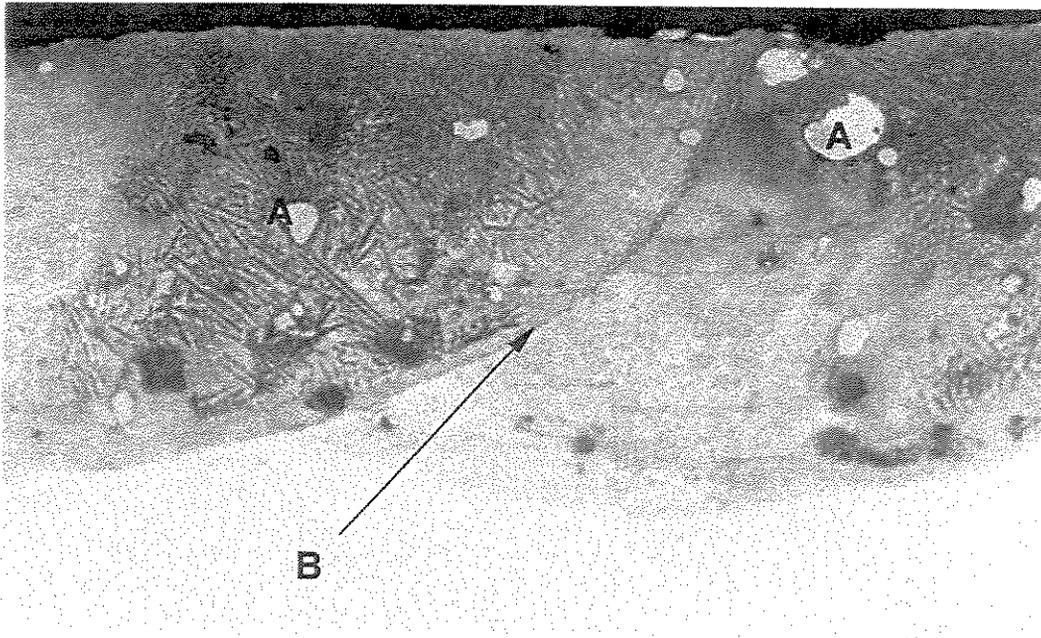
Figura 4.12- Micrografia que representa a região central da F.S. com R.D.  $= 0,03\text{g/s}$  e  $v_F=5\text{mm/s}$ . Ataque em solução de NaOH a 10% por 10s. A: 400x - luz polarizada. Detalhe da Figura 6.9.



**Figura 4.13 - Micrografia mostra a interface do overlap na F.S. com R.D. = 0,03g/s e  $v_f=5\text{mm/s}$ . Ataque em solução de NaOH a 10% por 10s. A:400x - Detalhe da Figura 6.9.**

A foto da Fig. 4.14 representa a amostra submetida a F.S. com R.D.= 0,015g/s e  $v_f=5\text{mm/s}$ . Observa-se que a região da sobreposição das trilhas apresenta uma proliferação ampla de partículas de Ni não dissolvidas, localizadas principalmente no seio das estruturas brutas de fusão. Nota-se que o contorno destas partículas precipitaram dendritas cujo o sentido de crescimento é radial. Estas dendritas tem uma geometria muito refinada com pequeno espaçamento interdendrítico ( 1 a  $2\mu\text{m}$ ) que foi caracterizado pela fase  $\text{Al}_3\text{Ni}$  confirmado pelo difratograma apresentado no anexo II.

De acordo com a teoria do superesfriamento constitucional, a solidificação se inicia com frente plana, pois a razão entre o gradiente térmico e velocidade de solidificação tende ao infinito. Mas como a condutividade térmica do Al é alta e no início da solidificação o gradiente térmico é alto e  $V_s$  cresce rapidamente, conduz para uma pequena região supercrítica (vide Fig. 2.14). Portanto, a solidificação se inicia com a formação do intermetálico  $\text{Al}_3\text{Ni}$ , enquanto o Al é rejeitado no poço fundido. Com o prosseguimento da solidificação a concentração de Ni, da liga, decresce progressivamente conduzindo o Al a se solidificar nas áreas interdendríticas.



**Figura 4.14 - Micrografia que representa região de “over lap” na F.S.  $v_f= 5\text{mm/s}$  - R.D.=0,015g/s. Ataque em NaOH - 10% por 10s. A: 200x - luz polarizada.**

Analisando-se a secção transversal da trilha da Figura 4.14, observa-se que as dendritas concentram-se na região abrangida pela sobreposição das trilhas (B). Esta concentração, provavelmente é devido à ocorrência de uma “dupla fusão” (da metade da trilha anterior e da metade da trilha subsequente que esta sendo depositada e fundida). Nota-se várias ocorrências de partículas de Ni não dissolvidas(A).

A Figura 4.15 representa a região central da Fig. 4.14, enfatizando a presença de estruturas dendríticas altamente disseminadas por partículas de Ni não dissolvidas.

A micrografia da Figura 4.16 representa a região da interface da sobreposição de trilhas da Fig.4.14 mostrando dendritas dispostas aleatoriamente com presença marcante de partículas de Ni não dissolvidas.

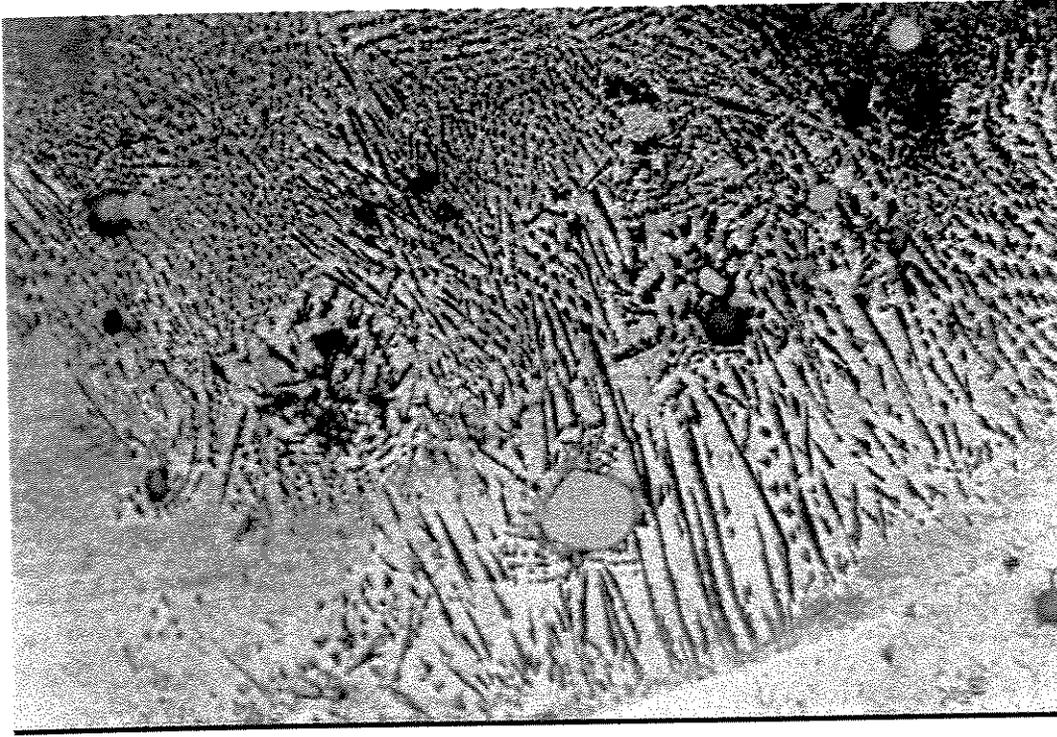


Figura 4.15 - Micrografia que representa um detalhe da região central mais o “over lap” na F.S.  $v_F=5\text{mm/s}$  e  $R.D.=0,015\text{g/s}$ . Ataque em NaOH - 10% por 10s. A: 400x.

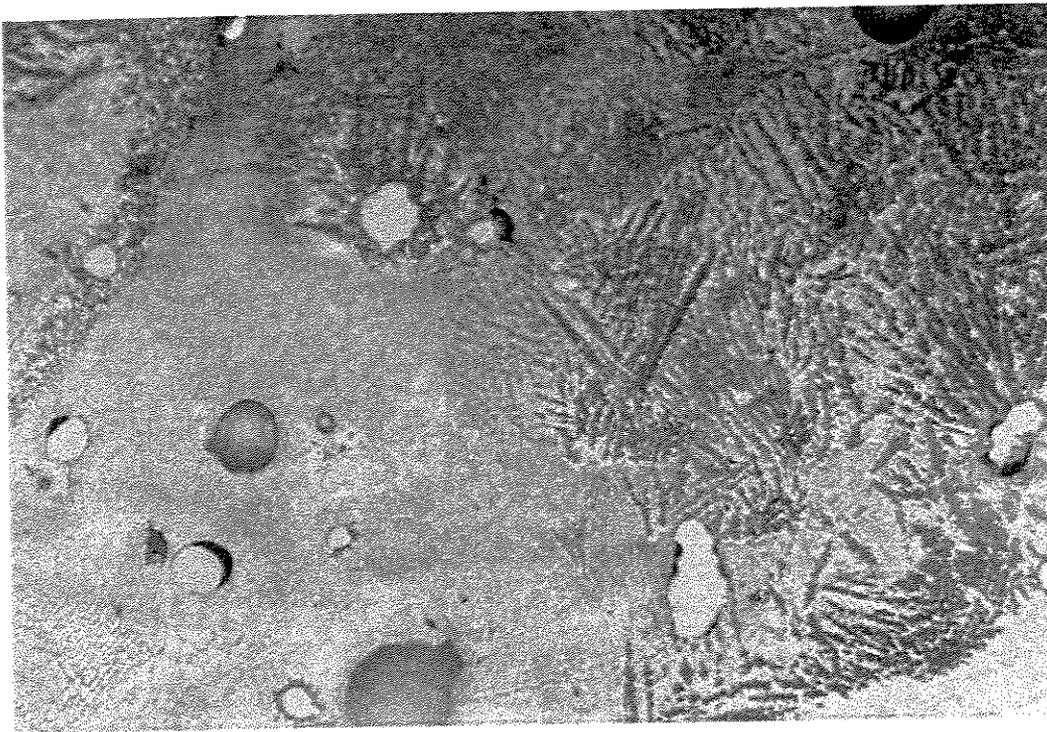


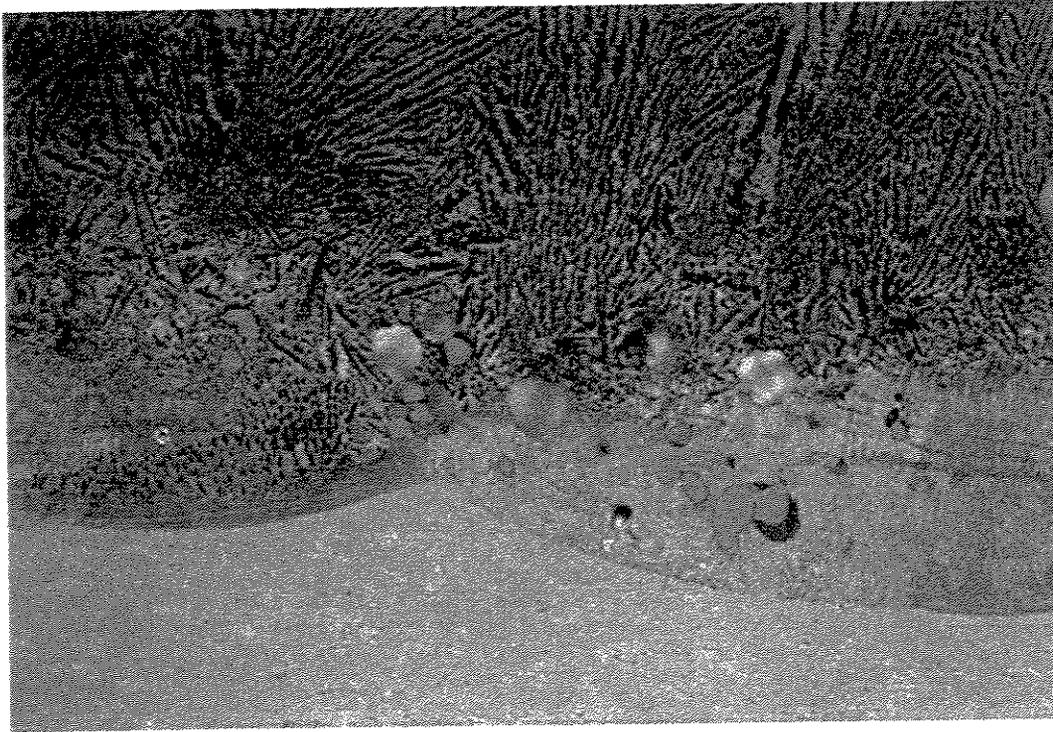
Figura 4.16 - Micrografia que representa um detalhe da região de “overlap” na F.S.  $v_F=5\text{mm/s}$  -  $R.D.=0,03\text{g/s}$ . Ataque em NaOH - 10% por 10s. A: 200x - luz polarizada.

Observa-se que nas micrografias anteriores a concentração de estruturas dendríticas está associada a presença de várias partículas de Ni não precipitadas.

As Figuras 4.11 a 4.16 correspondem aos parâmetros de velocidade de deposição igual a 5mm/s com R.D iguais a 0.015 e 0.03g/s sem refusão. Estas micrografias apresentam estruturas irregulares, ou seja, não há uma distribuição uniforme de dendritas. Estas dendritas localizam-se tanto no fundo da poça quanto na superfície, mas de modo geral pode se averiguar que elas se concentram nas regiões próximas a sobreposição das trilhas.

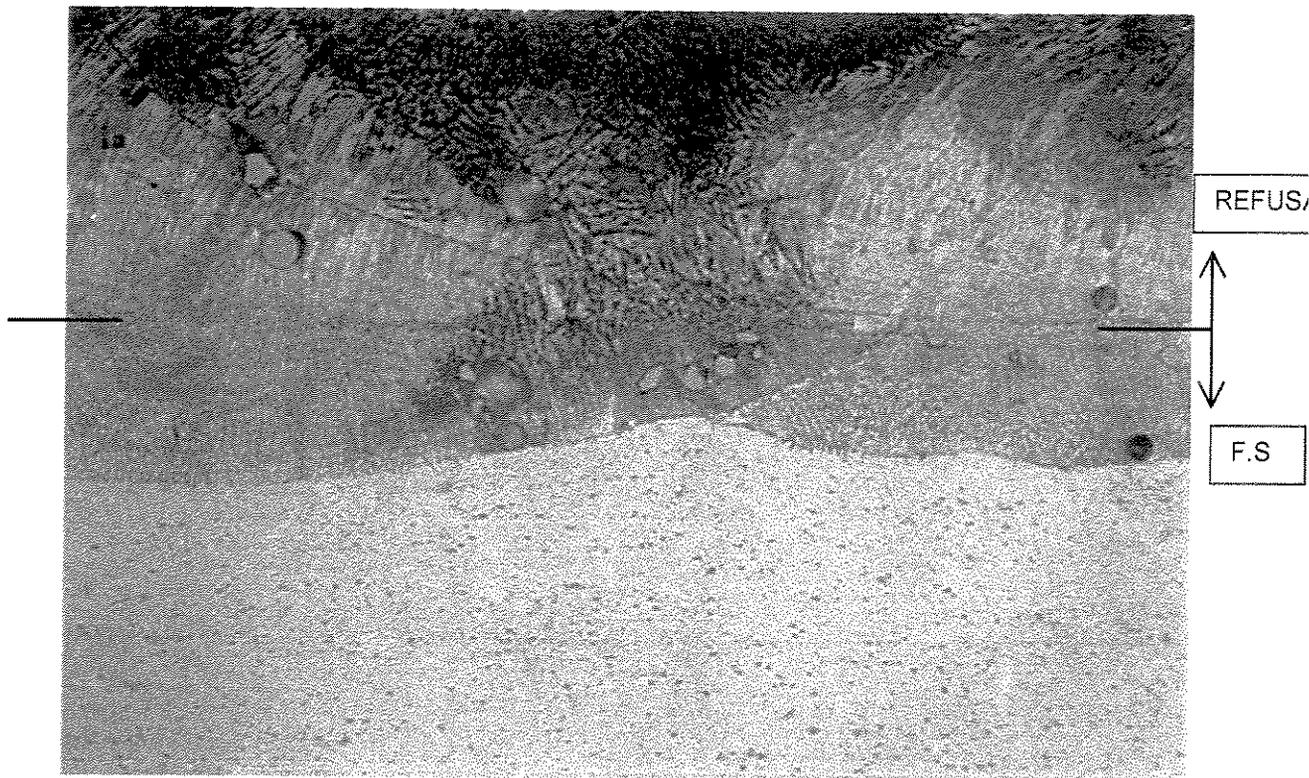
As próximas micrografias representam amostras que foram submetidas à refusão. É importante salientar que estas amostras foram refundidas com ambas velocidades e razões de deposição diferentes.

De acordo com a micrografia da amostra submetida a refusão com R.D.=0,015g/s e  $v_f=5\text{mm/s}$ , Fig. 4.17 observa-se que no sentido da superfície para o substrato a estrutura apresenta ausência partículas de Ni ou poros (até aproximadamente 60% da profundidade do revestimento). Nota-se também que a característica estrutural denota fusão com sucesso próximo à superfície, uma vez que as estruturas dendríticas são nítidas e inconfundíveis e que a sobreposição das trilhas quase desapareceram, principalmente no topo da superfície. Nesta micrografia caracteriza-se o sentido transversal da trajetória do feixe. Observa-se que no fundo da poça, próximo ao substrato, concentraram-se as partículas de Ni não dissolvidas concomitantemente com os poros. Observa-se que as dendritas não tiveram uma orientação de crescimento definida, provavelmente indicando os intensos movimentos convectivos da poça líquida. Nesta imagem os poros se concentram próximos ao substrato. De modo geral esta estrutura apresenta-se mais homogênea indicando que o tempo de interação foi suficientemente adequado para dissolver partículas de Ni e algumas imperfeições próximas a superfície



**4.17 - Micrografia da amostra refundida com R.D.= 0,03g/s e  $v_f=5\text{mm/s}$ . Ataque em solução de aquosa de NaOH a 10%; 10s. A: 200x. Luz polarizada.**

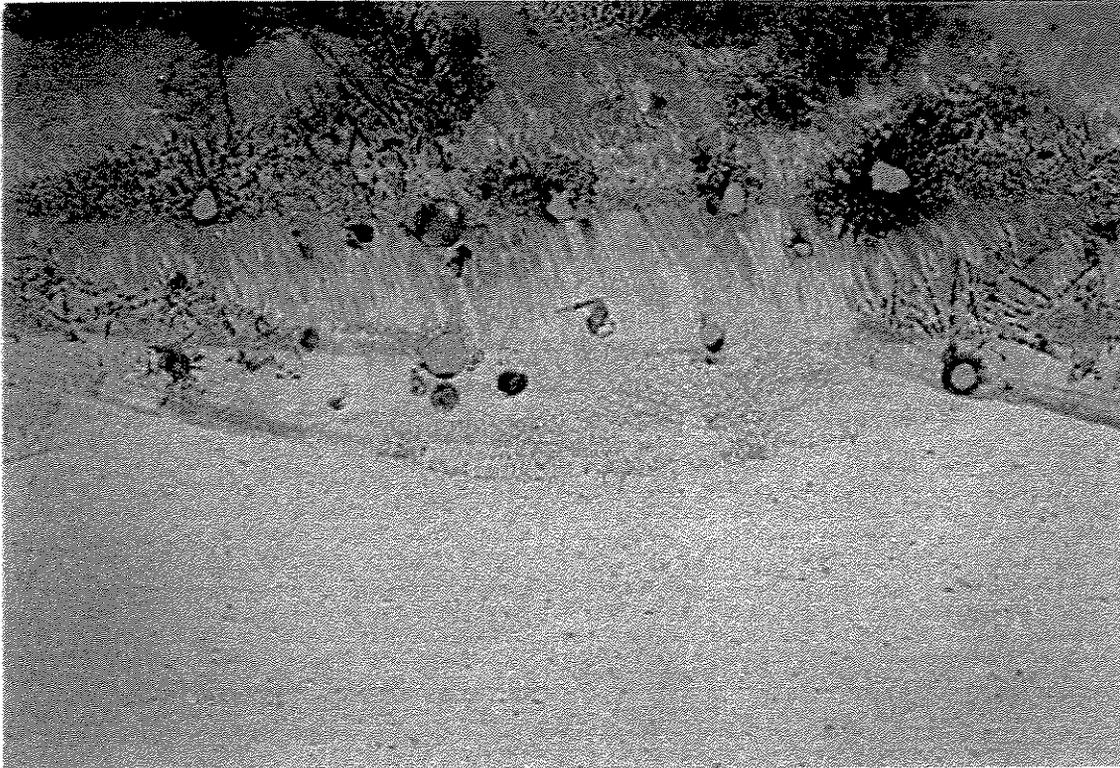
Analisando-se a Fig.4.18 cuja amostra é submetida a refusão com R.D.= 0.15g/s e  $v_f=10\text{mm/s}$  observa-se que a fusão não ocorreu de forma completa, uma vez que, a localização das estruturas dendríticas não são uniformes, apesar da baixa presença de precipitados de Ni. Pode observar que esta micrografia caracteriza-se, próximo ao substrato, que ainda existe um indicação da sobreposição (overlap) das trilhas. Enquanto no centro da camada depositada e na superfície não existe a fronteira desta sobreposição. Observa-se que na camada depositada da micrografia existe uma fronteira definida (indicada na figura) que indica o alcance da radiação do laser. Nota-se que abaixo dela verifica-se que a presença da sobreposição de trilhas (overlap) caracterizada pela F.S., entretanto acima desta fronteira observa-se o processo de refusão, indicando a precipitação de uma estrutura (em verde) cujo sentido está orientado de acordo com o sentido da velocidade de solidificação. Nesta micrografia atenta-se para a incidência de poros e partículas de Ni que foram menores que ao da Fig. 4.17. evidenciando que, a velocidade varredura do laser foi maior, entretanto com R.D menor. Provavelmente, a R.D. influenciou na menor incidência de poros e partículas de Ni não dissolvidas.



**Fig. 4.18 - Micrografia da amostra refundida com  $R.D.=0,015g/s$  e  $v_f=10mm/s$ . Ataque em solução aquosa de NaOH a 10%; 10s. A: 200x. Luz polarizada.**

De acordo com a micrografia da Fig. 4.19, na amostra submetida a refusão com  $R.D.=0.015 g/s$  e  $v_f=20mm/s$ , há presença de uma região demarcando uma fronteira, separando a base do revestimento de sua superfície. A região em questão apresenta um aspecto estrutural indefinido provavelmente promovido pelos intensos movimentos convectivos induzidos no poço líquido, em consequência da alta velocidade de varredura do feixe laser.

Acima desta região (superfície do revestimento), observa-se estrutura de fusão bem definida. Abaixo desta região (base do revestimento), observa-se presença parcial da sobreposição de trilhas denotando que aí não houve fusão. Isto pode sugerir que o alcance do feixe do laser deu-se somente acima desta região.



**Fig. 4.19 - Micrografia da amostra refundida com  $R.D.=0,015g/s$  e  $v_f=20mm/s$ . Ataque em solução aquosa de NaOH a 10%; 10s. A: 200x. Luz polarizada.**

#### **4.6.1 - Considerações da microestrutura**

Pode-se afirmar que o sucesso do processamento é definido principalmente pela presença de estruturas de fusão adequadamente delineadas com ausência completa do “overlap” e partículas de Ni não dissolvido. Estas características microestruturais podem e devem ser obtidas pela interação dos parâmetros operacionais do laser com as características termofísicas do material. Por exemplo, a velocidade do feixe do laser está diretamente ligada ao tempo de interação, que por sua vez, está associado à densidade de potência do mesmo, ou seja, menores velocidades do feixe laser traduzem maiores tempos de interação, conforme Tab. III.1 (Capítulo3)

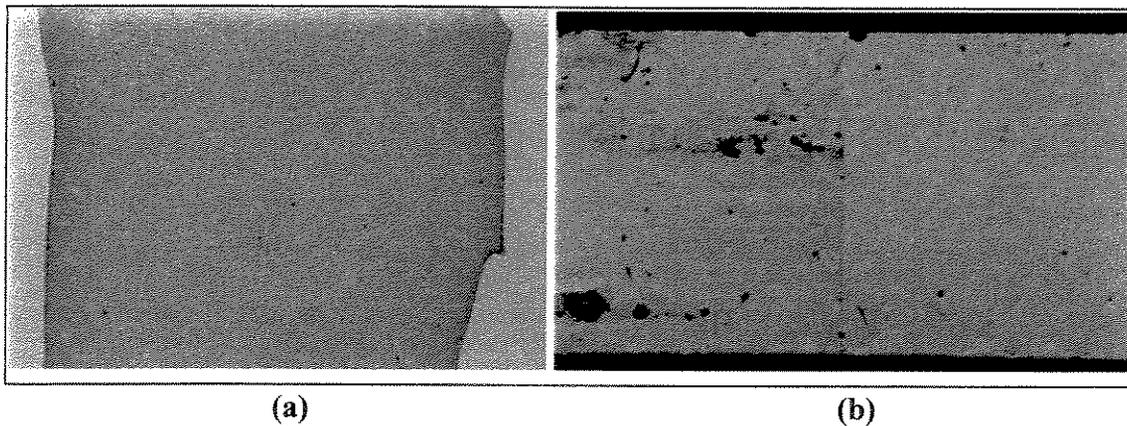
A microestrutura mais uniforme, aparentemente foi resultante da refusão com 5mm/s, indicando que maior tempo de interação pode ser suficiente para fundir completamente a estrutura com densidade de potência constante. Entretanto, um longo tempo de interação contribui para a vaporização do material..

#### 4.7 - Ensaio de Corrosão:

##### 4.7.1 - Análise da resistência à corrosão do Ni eletrolítico e do Al comercialmente puro.

Conforme a série galvânica de materiais metálicos dentro de uma solução salina, o alumínio puro é mais anódico (menos nobre) que o Ni [DUTRA, A C., NUNES, L.R. 1987].

A expectativa quanto à resistência à corrosão das amostras era que a presença do Ni possibilitasse a potencialização desta resistência, uma vez que amostra de Ni pura submetida à mesma solução salina, no mesmo intervalo de tempo comportou-se de forma a inibir a ação da corrosão, conforme mostrado na Fig. 4.20 (a), apresentando um comportamento catódico, diferente das amostras de Al puro (comercialmente), submetidas às mesmas condições apresentou um comportamento anódico conforme mostra Fig. 4.20 (b).



**Figura 4.20 - Ação da corrosão em uma solução salina (3%) demonstrando a passividade superficial.**

**(a) -Ni eletrolítico. Ampliação 15,625x. Gráfico do potencial de corrosão em Anexo III**

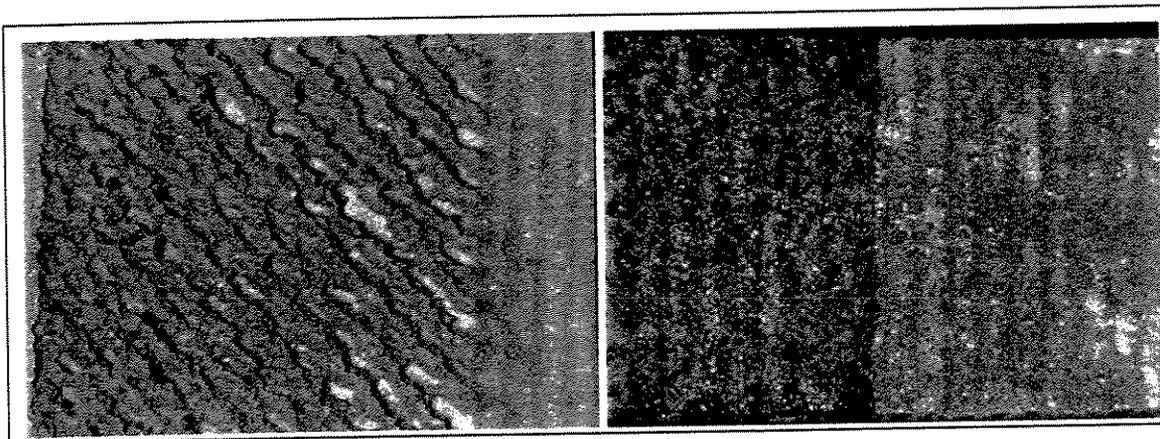
**(b)-Al comercialmente puro. Macrografia demonstrando a corrosão localizada superficialmente. Ampliação 15,625x. Gráfico do potencial de corrosão no Anexo III.**

Estas macrografias apresentam os dois extremos de resistência a corrosão, o Ni passivo à solução e o Al altamente ativo à solução salina.

**6.7.2 - Análise da resistência à corrosão das amostras submetidas a F.S, com R.D.=0,03g/s e R.D.=0,015g/s e  $v_f=5\text{mm/s}$**

A macrografia da Fig. 4.21(a) diz respeito a uma amostra de F.S; R.D.=0,03g/s e  $v_f=5\text{mm/s}$  que foi submetida à ação da solução aquosa cuja concentração de NaCl é 3%. Nela observa-se que a corrosão se processou fracamente dispersa na região exposta ao agente corrosivo.

Na Fig. 4.21 (b), nota-se nitidamente a fronteira entre a região exposta à solução salina e a região isolada. Observa-se que a ação do agente corrosivo se processou uniformemente.



**Fig. 4.21 (a)**

**Fig. 4.21 (b)**

**Fig. 4.21 -Macrografia superficial apresentando região exposta e outra isolada do eletrolito na solução de NaCl 3%.**

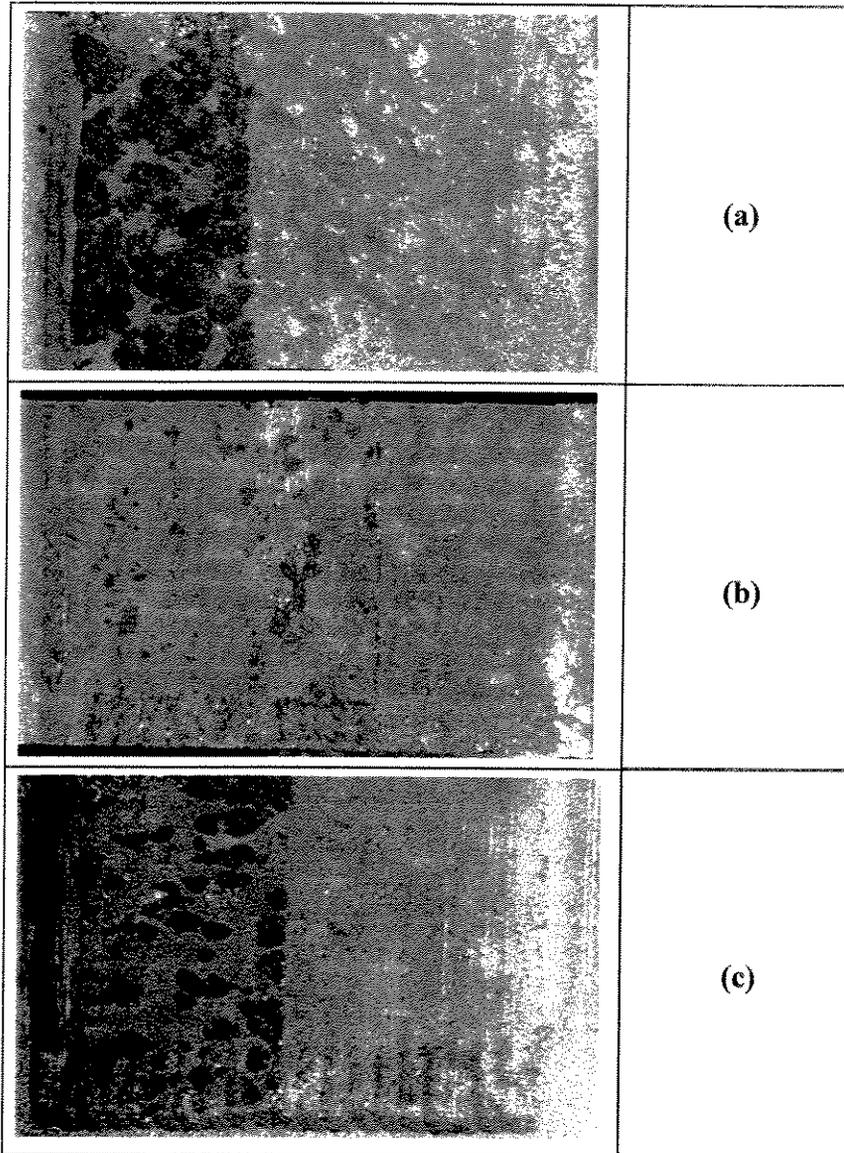
**(a) Amostra submetida à F.S. com R.D.=0,03g/s e  $v_f=5\text{mm/s}$ . A: 12,5x. Gráfico do potencial da polarização no anexo III.**

**(b) - Amostra submetida à F.S com R.D.=0,015g/s e  $v_f=5\text{mm/s}$ . A: 15,625x. Gráfico do potencial de corrosão no anexo III.**

Comparando-se as duas amostras submetida à fusão simples, tem-se que: a amostra representada na Fig.4.21 (b) apresenta uma superfície menos passiva ao agente corrosivo e maior do que a superfície vista na Fig. 4.21 (a). Na Fig. 4.21(b) há evidência de que a corrosão se processou em toda a extensão superficial, como somatório de pequenas regiões.

**4.7.3 - Análise da resistência à corrosão da amostra submetida a refusão com R.D.=0,03g/s e  $v_f=5\text{mm/s}$  e refusão para R.D.=0,015g/s e  $v_f=10$  e  $20\text{mm/s}$**

As Fig. 4.22 (a), (b) e (c) representam as macrografias obtidas após o ensaio de corrosão.



**Fig. 4.22 - Macrografia do ensaio de corrosão da amostra submetida a refusão apresentando região exposta e outra isolado do eletrólito NaCl 3%. Ampliação 15,625x.**

**(a) Amostra submetida à R.D.=0,03g/s e  $v_f=5\text{mm/s}$ . Gráfico do potencial de corrosão no anexo III**

**(b) -Amostra submetida a refusão com R.D.=0,015g/s e  $v_f=10\text{mm/s}$ . Gráfico do potencial de corrosão no anexo III**

**(c)- Amostra submetida a refusão com R.D.=0,015g/s e  $v_f=20\text{mm/s}$ . Gráfico do potencial de corrosão no anexo [...].**

A macrografia da Fig. 4.22 (a) diz respeito à amostra submetida a refusão com  $R.D.=0,03g/s$ , nela observa-se nitidamente a fronteira da região exposta à solução salina e a região isolada. A ação do agente corrosivo se processa uniformemente em toda a extensão superficial, como um somatório de regiões relativamente grandes.

Na Fig. 4.22 (b), observa-se uma tênue fronteira entre a área exposta à solução e a região protegida pela resina. A ação do agente corrosivo não se processa uniforme em toda a extensão superficial.

A macrografia da Fig. 4.22 (c) diz respeito à amostra submetida a refusão com  $R.D.=0,015g/s$  e  $v_f=20mm/s$ , nela nota-se que a corrosão se processou de forma bem distribuída e intensa.

## Capítulo 5

### Conclusões

Os resultados obtidos nos permitem fazer as seguintes conclusões:

- A liga de superfície produzida partiu da deposição de um pó com 25% de Ni e resultou em uma composição média de 12% de Ni, com espessura variando conforme as condições de processamento.
- A dureza da camada produzida apresentou valores variando de 160-30 HV enquanto que o substrato de Al manteve a dureza de 20-25 HV.
- A transição entre liga de superfície e o substrato não apresentou descontinuidades.
- A refusão promoveu a uniformidade da liga depositada
- O ensaio de corrosão não foi conclusivo.
- A liga que obteve melhor desempenho, dentre os parâmetros analisados, foi a amostra submetida a refusão com  $v_R=5\text{mm/s}$  e  $R.D.= 0,03 \text{ g/s}$ .

## Referências Bibliográficas

- ALMEIDA, A. et al. Laser alloying of aluminium alloys with chromium. **Surface and Coatings Technology**. London, v. 70, p. 221-229, 1995.
- ALMEIDA, A. et al. Microstruture of Al-4.3(AT.%)Cr alloy produced by laser surface alloying. **Scripta Metallurgica et Materialia**. Roma, v. 33, n. 06, p. 863-870, 1995.
- AMEND, W. **Transformation Hardening of steel and cast iron with high power laser..** In: KOEBNER, H. Industrial aplications of lasers. New York: Jonh Wiley & Sons, p.90. 1984.
- ANJOS, M.A. et al. Fe-Cr-Ni-Mo-C alloys produced by laser surface alloying - surface amd coating tecnology. **Surface and Coating Tecnology**. London, v. 70, p. 235-242, 1995.
- ANTUNES, ARNALDO A. NORA. **Propriedades térmicas da matéria**. Nobel, p.36, 1966.
- AZZOLINI JUNIOR, W. “Análise do processo laser cladding de um aço AISI 420 sobre um aço baixa liga”, Dissertação (Mestrado) **Universidade Estadual de Campinas**, 1996.
- BELFORTE, D.A. Economic justification of industrial laser aplications. In: SPIE, 1985, **Proceedings... Applications of High Power Lasers**, 1985, p.18-27.

- BELFORTE, M., LEVITT, M. **The industrial lasers anual handbook**. Oklahoma: PennWell, 1986.
- BRANDSEN, A.S., TOMLINSON, W.J. Laser surface alloying and wear of Al-12%Si In: EUROPEAN CONFERENCE ON ADVANCED MATERIAL AND PROCESS, 4, 1995, Padua. **Proceedings...** Padua : Associazione Italiana di Metallurgia, 1995. p. 107-112.
- BURAKOWSKI, TADEUSZ e WIERZCHON, TADEUSZ. **Surface engineering of metal**. 1ª eds, ed: LLC. Boca Raton, Florida. p. 321-397, 1999
- CALLISTER, W.D.Jr. **Materials Science and Engineering**. Salt Lake City: John Wiley & Sons, 1994.
- CARRETEIRO, R. P e MOURA, C.R.S. **Lubrificantes e Lubrificação**. São Paulo: Makron Books, 1998. p. 400
- CARTER, G.F., PAUL, D.E. **Material Science & Engineering**. John Wiley & Sons, p.331, 1991
- CARVALHO, P.A. et al. Automated workstation for variable composition laser cladding - its use for rapid alloy scanning. **Surface and Coatings Tecnology**. London, v. 72, p. 62-70, 1995.
- CHARSCHAN, S.S. **Lasers in industry**. New York: Western Electric Series, 1972
- DRAPER, C.W., EWING, C.A. Review, laser surface alloying : a bibliography. **Journal of Materials Science**. New York, v. 19, p. 3815-3825, 1984.
- DUTRA, A L., NUNES, L.P. **Proteção catódica, técnica de combate a corrosão**. Rio de Janeiro: editora técnica Ltda, p. 10, 1987.

- FRENK, A., KURZ, W. Formation des microstructures dans les traitements laser. In: VANNES, A.B. (Eds.). **Laser de puissance et traitement des matériaux**. Bern: Presses Polytechniques et Universitaires Romands, 1991. p.195-216.
- GADAG, S.P., SRINIVASAN, M.N., MORDIDE, B.L. Effect of laser processing parameters on the structure of ductile iron. **Materials Science and Engineering**. Amsterdam, v. 196A, p. 145-154, 1995.
- GAFFET, E. et al. Laser surface alloying of Ni film on Al-based alloy. **Acta Metall.** London, v.37, n.12, p.3205-3215, 1989.
- GALERIE, A. PONS, M., CAILLET, **Materials Science and Engineering**. London, v. 88, p. 120-130, 1987.
- GARCIA, AMAURI. Microestruturas de solidificação induzidas por refusão superficial a laser. **Apostila**, DEMA/FEM/UNICAMP, 1993.
- GENTIL, VICENTE. **Corrosão**.. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1982.
- GNANAMUTHU, D.S., SHANKAR, V.S. Laser heat treatment of iron-base alloys. In: SPIE/ APPLICATION OF HIGH POWER LASERS. v. 527, p. 56-72. 1985
- GREMAUD, M., CARRARD, M., KURZ, W. The microstructure of rapidly solidified Al-Fe alloys subjected to laser surface treatment. **Acta Metall. Mater.** London, v. 38, n. 12, p. 2587-2599, 1990.
- HARRY, JOHN E. **Industrial lasers and their applications**. McGrall Hill , p.18, 1974.
- HOADLEY, A.F.A. et al. Heat-flow simulation of laser remelting with experimental validation. **Metallurgical Transactions B**. London, v. 22B, p. 101-109, Feb.1991.

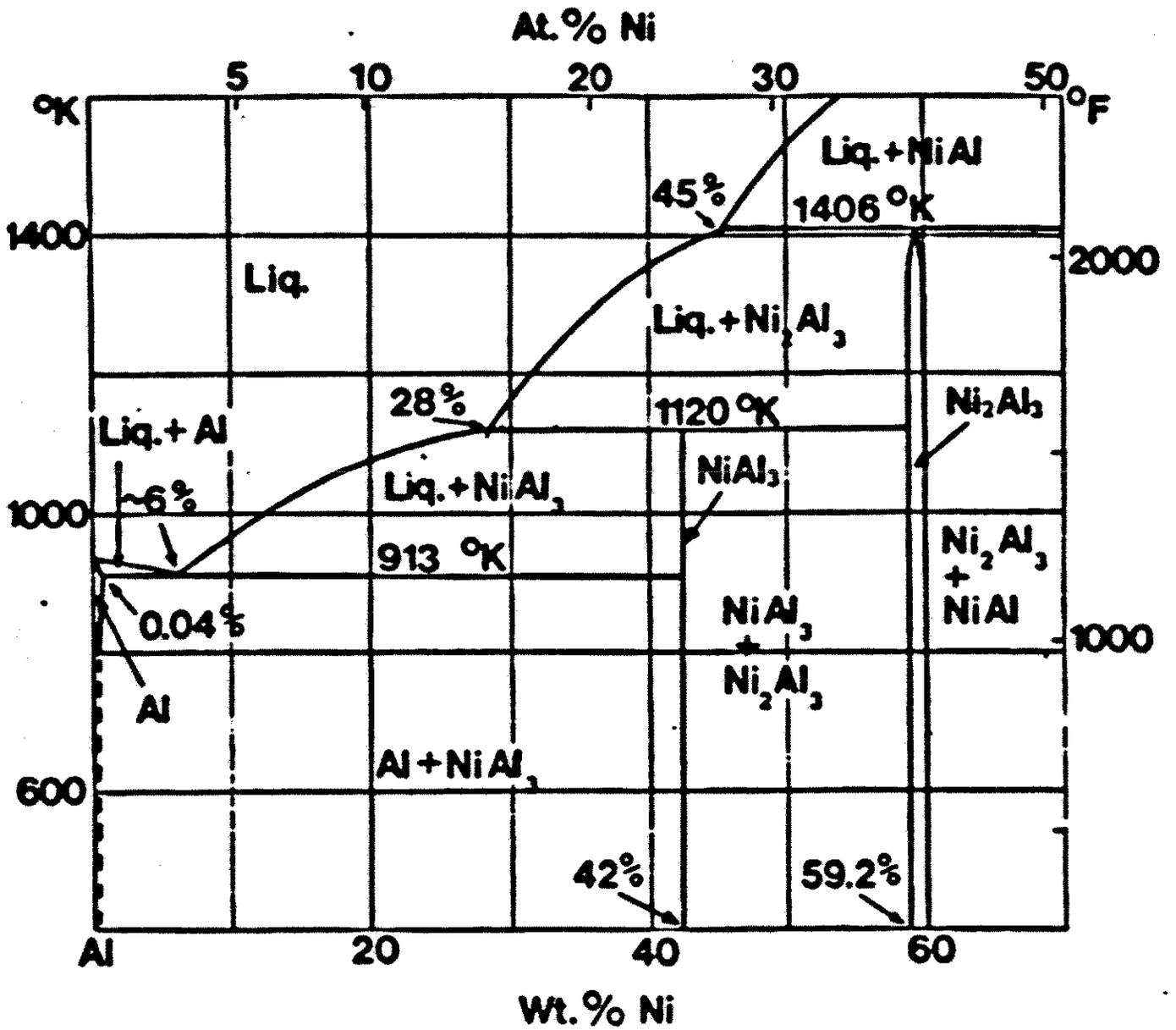
- HOUNDRI, A. et al. Laser melting treatment by overlapping passes of preheated Ni electrodeposited coatings on Al-Si alloy. **Metallurgical Transactions A**. London, v. 23A, p. 1801-1806, Jun. 1992.
- IERARDI, M.C.F. et al. Aspectos macro e micro estruturais induzidos por fusão superficial com laser em aço-ferramenta. **Metalurgia & Materiais**. São Paulo, p. 522-527, Jun. 1995.
- IERARDI, M.C.F. "Tratamento superficiais por refusão com laser". Tese de Livre-Docencia **Universidade Estadual de Campinas, 1999**
- JOBEZ, S. et al. Surface engineering of aluminium base alloys with high power laser beams: improvement of mechanical properties. In: SURFACE ENGINEERING WITH HIGH POWER ENERGY BEAMS, Sept, 25-27, 1989, Lisboa. **Anais...** Lisboa: 2nd IFHT seminar held in Lisbon-Portugal, 1989. p.317-329.
- KRAPOSHIN, V.S. Treatment of the surface of metallic materials with laser radiation. *Fiz. Khim. Mekh.* n. 3, p. 1-12, 1982.
- KURZ, W., FISHER, D.J. **Fundamentals of Solidification**. Aedermannsdorf: Trans Tech Publications, 1984, p. 9-17.
- LING, Z., ZHIRONG, Z. e YUE, X. Structure feature and oxidation behaviour of pure nickel after laser melting and solidifying. **Transactions of Metals Heat Treatment**. 1992, v.13, n.2, p.29-32.
- LUXON, J.T. Industrial lasers and their applications. Prentice Hall, p. 38, 1985.
- MELETIS, E.I., HOEHMAN, R.F. Corrosion properties of surface-modified materials. **Journal of Metals**. New York, p. 25, Dec. 1987.

- METALS HANDBOOK. Properties and selection: nonferrous alloys and special - purpose materials.  
**Metal Handbook.** New York, 10<sup>a</sup> Eds, p. 54, 1990.
- MORDIKE, B.L. Surface treatment by lasers. In: VANNES, A.B. (Eds.). **Laser de puissance et traitement des materiaux.** Bern: Presses Polytechniques et Universitaires Romands, 1991. p.177-194.
- MORDIKE, P. L. State of the art of surface engineering with high energy beams. In: SURFACE ENGINEERING WITH HIGH POWER ENERGY BEAMS, Sept, 25-27, 1989, Lisboa. **Anais...** Lisboa: 2nd IFHT seminar held in Lisbon-Portugal, 1989. p.1-14.
- MUNITZ, A. Microstruture of rapidly solidified laser molten Al-4.5Wt pct Cu surfaces. **Metallurgical Transactions B.** London, v. 16B, p. 149-161, Mar.1985.
- NOORDHUIS, J., DE HOSSON, J. TH.M. Microstruture and mechanical properties of a laser treated Al alloy. **Acta Metall. Mater.** London, v. 41, n. 7, p. 1989-1998, 1993.
- NOORDHUIS, J., DE HOSSON, TH.M. Surface modification by means of laser melting combined with shot peening: a novel approach. **Acta Metall. Mater.** London, v. 40, n. 12, p. 3317-3324, 1992.
- NYLUND, A., OLEFJORD, I. Degassing of USGA- atomized Al5Mn6Cr powder after exposure to a humid atmosphere. **Materials Science Engineering.** London, v. 134A, p.1225-1228, 1991.
- PELLETIER, J.M. et al. Solidification microstruture induced by laser surface alloying of the substrate. **Materials Science and Engineering.** Amsterdam, v. 134A, p. 1283-1287, 1991.
- PENG, Y.C.JOHN. Aplication of laser – Laser bean proceeding – A manufacture’s viewpoint. In: THE INTERNATIONAL SOCIETY FOR OPTICAL ENGINEERING, 22 a 23 de janeiro

- de 1985, Los Angeles. **Proceedings...** Los Angeles: SPIE Applications of High Power Lasers, 1985. v. 527, p. 4-5.
- PIERANTONI, M., WAGNIERE, J.D., BLANK, E. Improvement in the surface properties of Al-Si cast alloys by laser surface alloying. **Materials Science Engineering**. London, v. 110A, p.L17-L21, 1989.
- PRATES, M.C.F. E DANIELS. G.J. **Solidificação e fundição de metais e sua ligas** . São Paulo: EDUSP, 1978. 43p.
- RAMANATHAN, LALGUDI V. **Corrosão e seu controle**. São Paulo: Hemus, 1986.
- READY, J. F. **Industrial applications of lasers**. New York: Academy Press, 1978.
- ROESSLER, D.M. The industrial laser handbook. In: BELFORTE, D., LEVITT, M. **An introduction to the laser processing of materials** 1986. p. 16-30.
- SALLAMAND, P., PELLETIER, J.M. Laser cladding on aluminium-base alloys: microstructural features. **Materials Science and Engineering**. London, v. 171A, p. 263-270, 1993.
- SANTOS, R. G. Tópicos de fundição e de solidificação. **Apostila**, DEMA/FEM/UNICAMP,1995.
- SINGH, J. The constitution and microstructure of laser surface-modified metals. **Journal of Metals**. New York, sept., p. 08-14, 1992.
- SINGH, J., MAZUMDER, J. Microstructure and wear properties of laser clad Fe-Cr-Mn-C alloys. **Metallurgical Transactions A**. London, v.18 A, p. 313, 1987

- SOUZA, U.M. et al. Produção de ligas de alumínio por laser alloying. In: IX SEMINÁRIO DE MATAIS NÃO FERROSOS, 5-7 NOVEMBRO DE 1996, São Paulo. **Proceedings...** São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, p. 309-317.
- STEEN, W.M. **Laser Material Processing**. London: Springer-Verlang, 1993.
- VANHILLE, P. et al. Electron beam and laser alloying of Al-Si base alloy. **Surface and Coatings Technology**. London, v. 50, p. 295-303, 1992.
- VANNES, AB., PELLETIER, J.M. Laser surface alloying: Why ? How ? In: EUROPEAN CONFERENCE ON ADVANCED MATERIAL AND PROCESS, 4, 1995, Padua. **Proceedings...** Padua : Associazione Italiana di Metallurgia, 1995. p.113-122.
- WAGNER, P.S.W. “Estudo e desenvolvimento de um laser de CO<sub>2</sub> tipo guia de ondas excitado por rádio frequência”, Dissertação (Mestrado) **Universidade Estadual de Campinas**, 1991
- WINEGARD, W.C **An introduction to the solidification of metals**. London: Richard Clay and Company, 1964
- ZIMMERMANN, M., CARRARD, M., KURZ, W. Rapid solidification of Al-Cu eutectic alloy by laser remelting. **Acta Metall. Mater**. London, v. 37, n. 12, p. 3305-3313, 1989.

# **ANEXO I**



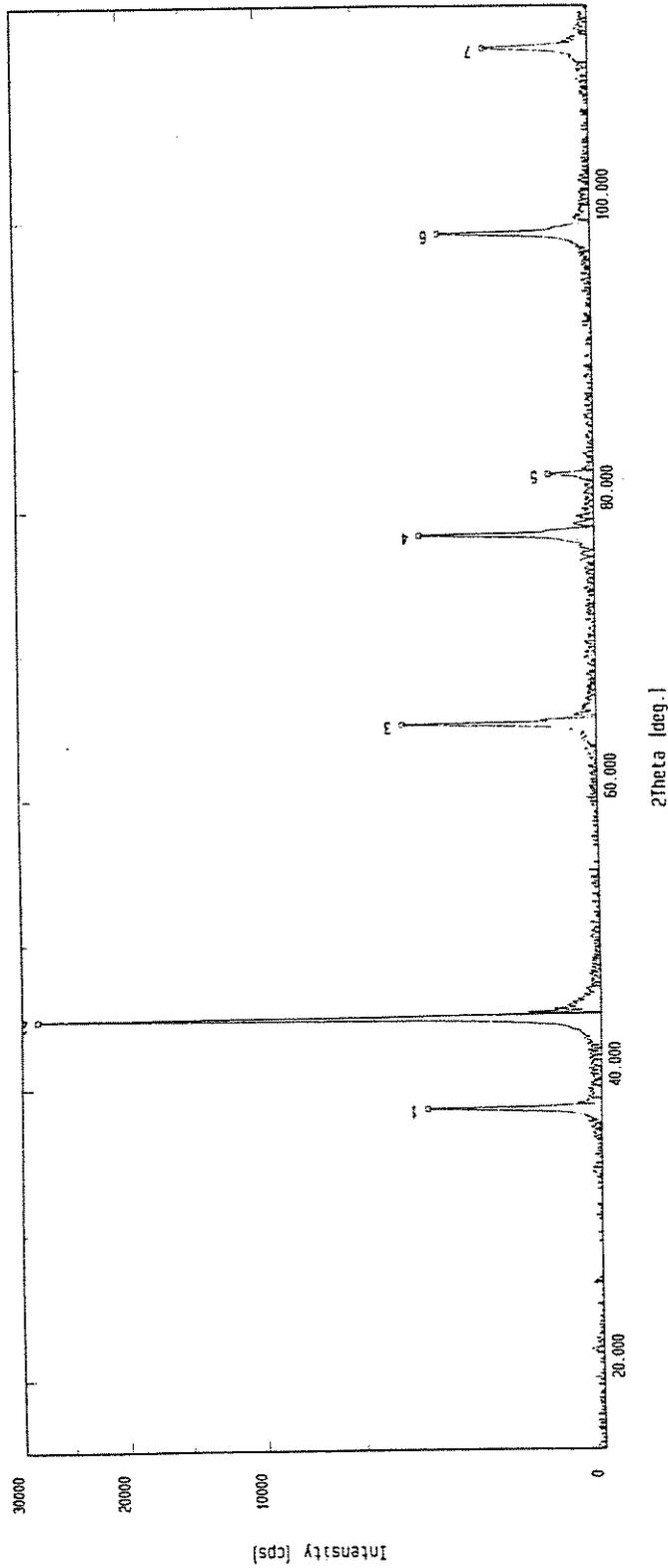
# **ANEXO II**

Peak search

Sample : Substrato  
 File : .0243  
 Comment : Ulisses UNICAMP  
 Date : 25-Oct-96 10:26  
 Operator : RINT

[Smoothing] mode : Automatic Savitzky-Golay's Points : 9  
 [B.G. elimination] mode : Sonnevell-Visser's method  
 [Ka2 elimination]  
 [Peak search]

Max. width of peak : 2.00  
 Min. height of peak : 30.000  
 Intensity ratio : 0.500  
 Typical width : 0.12  
 Minimum height : 7.712



Difratograma do substrato

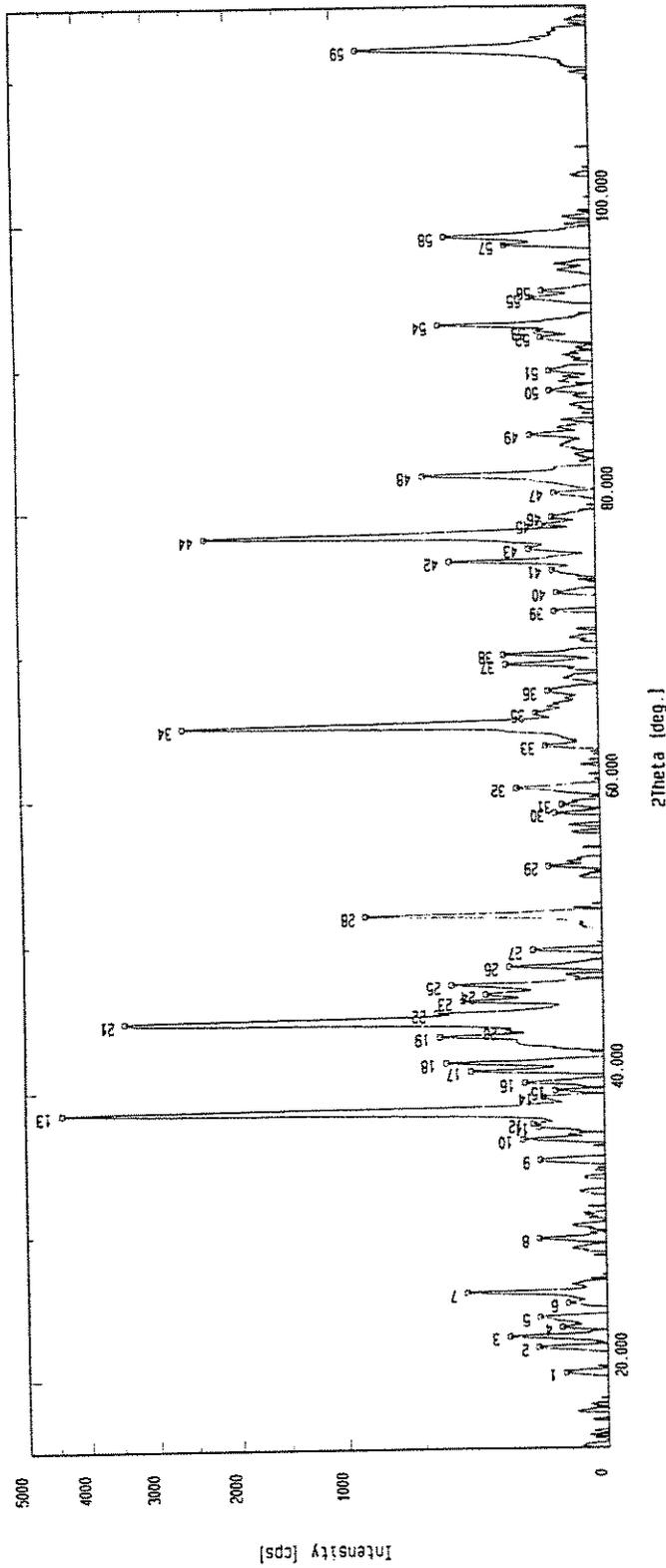
Peak search									
Sample : Substrato		File : .0243		Comment : Ulisses UNICAMP					
Date : 25-Oct-96 10:26		Operator : RINT							
Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2Theta	FWHM	Intensity I/Io
1	38.460	0.165	2.3387	2684	9				
2	44.720	0.165	2.0248	28386	100				
3	65.080	0.165	1.4320	3369	12				
4	78.240	0.188	1.2208	2746	10				
5	82.420	0.141	1.1692	182	1				
6	99.100	0.165	1.0122	2082	7				
7	112.000	0.235	0.9291	976	3				

Peak search

Sample : Amostra 1  
 File : .0236  
 Comment : Ulisses UNICAMP  
 Date : 24-Oct-96 14:01  
 Operator : RINT

[Smoothing] mode : Automatic Savitzky-Golay's Points : 13  
 [B.G. elimination] mode : Sonnevolt-Visser's method  
 [Ka2 elimination] mode :  
 [Peak search] mode :

Max. width of peak : 2.00  
 Min. height of peak : 30.000  
 Intensity ratio : 0.500  
 Typical width : 0.22  
 Minimum height : 43.703



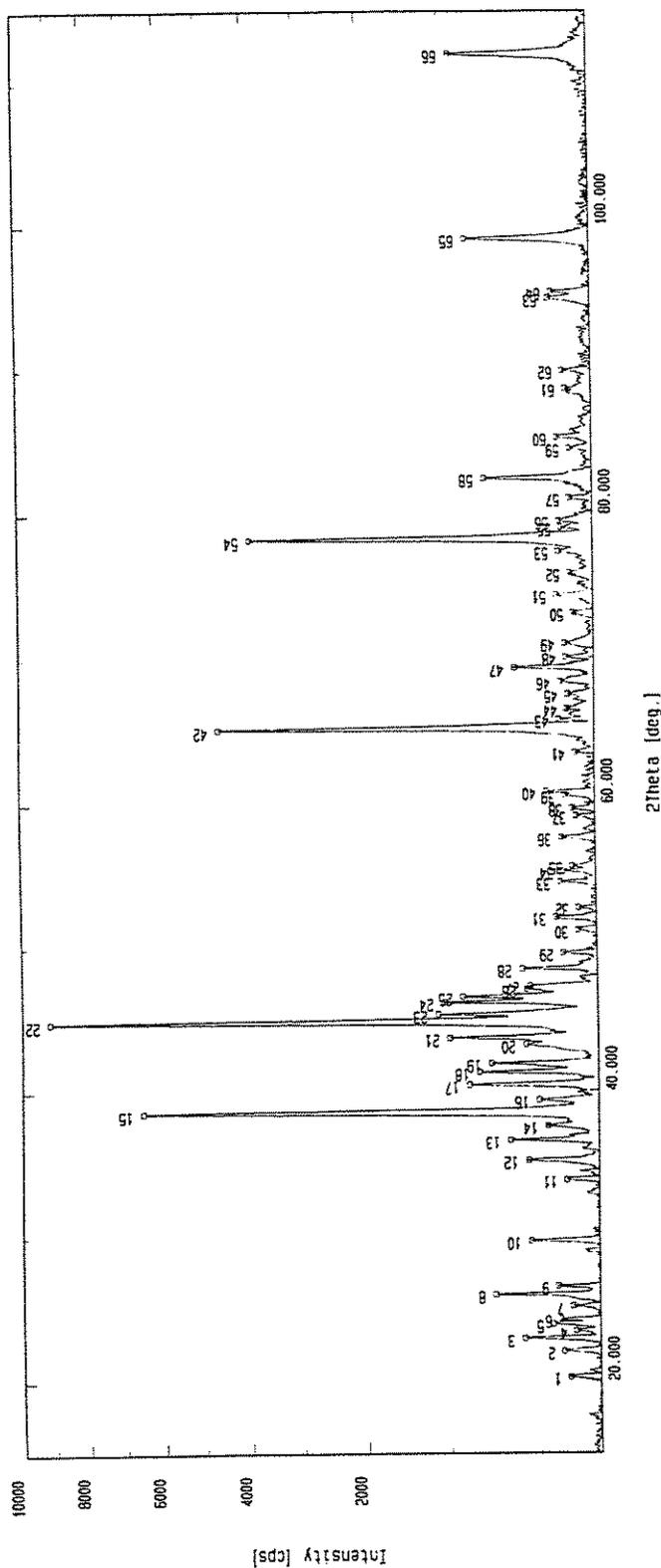
Difratograma da amostra submetida a R.D=0,03g/s e V<sub>F</sub>=5mm/s

Peak search												
Sample : Amostra 1		File : 0236		Comment : Ulisses UNICAMP								
Date : 24-Oct-96 14:01		Operator : RINT										
Peak No	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	
1	20.260	XXXX	4.3795	20	1	31	59.480	XXXX	1.5528	24	1	
2	22.060	0.259	4.0261	74	2	32	60.700	0.212	1.5245	109	2	
3	22.840	0.212	3.8903	146	3	33	63.620	0.235	1.4613	46	1	
4	23.460	XXXX	3.7889	32	1	34	65.020	0.202	1.4332	2603	59	
5	24.180	0.188	3.6777	71	2	35	65.900	0.188	1.4162	63	1	
6	25.120	XXXX	3.5421	24	1	36	67.420	XXXX	1.3879	40	1	
7	25.900	0.212	3.4372	296	7	37	69.280	0.235	1.3551	131	3	
8	29.640	0.212	3.0115	71	2	38	69.960	0.212	1.3436	137	3	
9	35.100	0.376	2.5545	66	2	39	72.940	XXXX	1.2959	29	1	
10	36.520	0.188	2.4584	104	2	40	74.240	XXXX	1.2764	25	1	
11	37.360	0.235	2.4050	68	2	41	75.780	XXXX	1.2542	31	1	
12	37.600	0.165	2.3902	80	2	42	76.420	0.212	1.2453	328	7	
13	38.500	0.376	2.3364	4413	100	43	77.280	0.329	1.2336	71	2	
14	39.440	0.259	2.2828	59	1	44	78.160	0.306	1.2219	2306	52	
15	39.860	XXXX	2.2597	38	1	45	78.980	0.235	1.2112	48	1	
16	40.400	0.235	2.2308	98	2	46	79.520	XXXX	1.2044	31	1	
17	41.200	0.212	2.1893	269	6	47	81.200	XXXX	1.1836	27	1	
18	41.780	0.235	2.1602	378	9	48	82.440	0.306	1.1689	449	10	
19	43.580	0.235	2.0751	406	9	49	85.280	0.188	1.1371	66	2	
20	43.980	0.165	2.0571	142	3	50	88.380	XXXX	1.1051	31	1	
21	44.720	0.447	2.0248	3442	78	51	89.760	XXXX	1.0916	32	1	
22	45.200	0.165	2.0044	419	10	52	92.120	XXXX	1.0697	43	1	
23	46.020	0.235	1.9706	300	7	53	92.560	0.165	1.0658	50	1	
24	46.480	0.353	1.9521	211	5	54	92.960	0.212	1.0623	365	8	
25	47.140	0.212	1.9263	349	8	55	94.800	0.353	1.0464	58	1	
26	48.380	0.188	1.8798	136	3	56	95.320	XXXX	1.0421	40	1	
27	49.500	0.235	1.8399	76	2	57	98.460	0.212	1.0171	117	3	
28	51.880	0.212	1.7609	837	19	58	99.040	0.259	1.0127	329	7	
29	55.220	0.212	1.6621	44	1	59	112.000	0.306	0.9291	808	18	
30	58.900	XXXX	1.5667	34	1							

Difratograma da amostra submetida a R.D=0,03g/s e V<sub>F</sub>=5mm/s

Peak search

Sample : Amostra 2 | mode : Automatic Savitzky-Golay's Points : 9  
 File : .0238 | [Smoothering] | [0.G. elimination] |  
 Comment : Ulisses UNICAMP | [Ka2 elimination] | Intensity ratio : 0.500  
 Date : 24-Oct-96 15:35 | [Peak search] | Typical width : 0.16  
 Operator : RINT | Minimum height : 180.171



Difratograma da amostra submetida a  $R.D=0,03g/s$  e  $V_R=5mm/s$

Peak search

Sample : Amostra 2 File : .0238 Comment : Ulisses UNICAMP  
Date : 24-Oct-96 15:35 Operator : RINT

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
1	20.220	XXXXX	4.3881	152	2	31	52.000	XXXXX	1.7571	197	2
2	22.020	XXXXX	4.0333	177	2	32	52.560	XXXXX	1.7367	102	1
3	22.920	0.165	3.8769	391	4	33	54.460	XXXXX	1.6834	175	2
4	23.420	XXXXX	3.7953	126	1	34	55.220	XXXXX	1.6621	161	2
5	23.900	XXXXX	3.7201	229	3	35	55.580	XXXXX	1.6521	123	1
6	24.240	XXXXX	3.6687	190	2	36	57.580	XXXXX	1.5994	167	2
7	25.160	XXXXX	3.5366	138	2	37	59.080	XXXXX	1.5623	100	1
8	25.960	0.188	3.4294	591	6	38	59.600	XXXXX	1.5499	121	1
9	26.540	XXXXX	3.3558	202	2	39	60.500	XXXXX	1.5290	149	2
10	29.640	0.165	3.0115	345	4	40	60.760	0.165	1.5231	235	3
11	33.820	XXXXX	2.6482	162	2	41	63.460	XXXXX	1.4646	108	1
12	35.180	0.259	2.5489	359	4	42	65.100	0.188	1.4317	4612	51
13	36.580	0.165	2.4545	475	5	43	65.740	XXXXX	1.4193	173	2
14	37.540	0.165	2.3939	250	3	44	66.480	XXXXX	1.4052	138	2
15	38.520	0.212	2.3352	6530	72	45	67.480	XXXXX	1.3868	136	1
16	39.340	0.165	2.2884	297	3	46	68.360	XXXXX	1.3711	166	2
17	40.400	0.212	2.2308	801	9	47	69.320	0.188	1.3544	414	5
18	41.280	0.188	2.1852	711	8	48	70.040	XXXXX	1.3423	142	2
19	41.880	0.165	2.1553	613	7	49	71.000	XXXXX	1.3265	147	2
20	43.180	0.141	2.0934	372	4	50	73.100	XXXXX	1.2935	110	1
21	43.640	0.188	2.0724	985	11	51	74.320	XXXXX	1.2752	181	2
22	44.760	0.188	2.0231	9130	100	52	75.860	XXXXX	1.2531	123	1
23	45.260	0.165	2.0019	1100	12	53	77.380	XXXXX	1.2322	169	2
24	46.100	0.188	1.9673	1037	11	54	78.240	0.188	1.2208	3925	43
25	46.480	0.165	1.9521	854	9	55	79.040	XXXXX	1.2105	156	2
26	47.000	0.141	1.9317	363	4	56	79.480	XXXXX	1.2049	166	2
27	47.220	0.141	1.9233	343	4	57	81.080	XXXXX	1.1851	120	1
28	48.420	0.165	1.8784	388	4	58	82.460	0.235	1.1687	620	7
29	49.520	XXXXX	1.8392	167	2	59	84.500	XXXXX	1.1456	119	1
30	51.100	XXXXX	1.7860	107	1	60	85.260	XXXXX	1.1373	171	2

1996-Oct-24 16:45:23 Page-2

Difratograma da amostra submetida a R.D=0,03g/s e V<sub>R</sub>=5mm/s

Peak search

Comment : Ulisses UNICAMP

Sample : Amostra 2 File : .023B  
Date : 24-Oct-96 15:35 Operator : RINT

Peak No.	2 <th>theta</th> <th>FWHM</th> <th>d-value</th> <th>Intensity</th> <th>I/Io</th> <th>Peak No.</th> <th>2<th>theta</th> <th>FWHM</th> <th>d-value</th> <th>Intensity</th> <th>I/Io</th> </th>	theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2 <th>theta</th> <th>FWHM</th> <th>d-value</th> <th>Intensity</th> <th>I/Io</th>	theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
61	69.320	0.188	1.3544	354	4								
62	70.040	0.118	1.3423	80	1								
63	71.000	0.094	1.3265	84	1								
64	73.000	xxxxx	1.2950	51	1								
65	74.320	0.141	1.2752	111	1								
66	75.040	xxxxx	1.2534	53	1								
67	76.920	xxxxx	1.2385	28	0								
68	77.380	0.282	1.2322	96	1								
69	78.240	0.188	1.2208	3852	43								
70	79.020	0.141	1.2107	77	1								
71	79.460	0.259	1.2051	91	1								
72	81.020	xxxxx	1.1858	54	1								
73	82.480	0.235	1.1687	554	6								
74	84.500	xxxxx	1.1456	56	1								
75	85.260	0.165	1.1373	109	1								
76	85.780	xxxxx	1.1318	56	1								
77	86.660	xxxxx	1.1225	28	0								
78	88.320	xxxxx	1.1057	68	1								
79	88.620	0.165	1.1027	71	1								
80	89.880	0.165	1.0905	87	1								
81	94.920	0.306	1.0454	148	2								
82	95.340	0.188	1.0419	133	1								
83	99.060	0.235	1.0125	702	8								
84	112.000	0.259	0.9291	826	9								

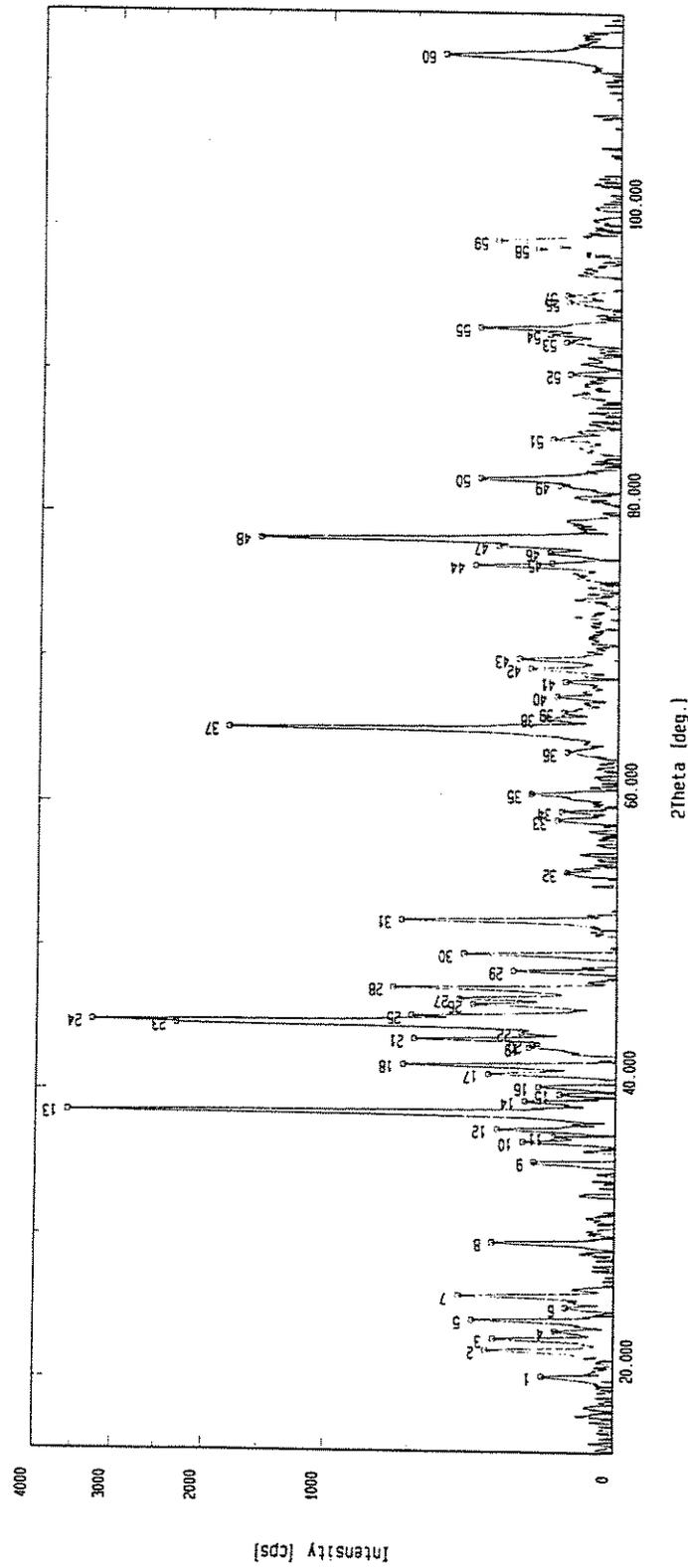
Difratograma da amostra submetida a R.D=0,03g/s e V<sub>R</sub>=5mm/s

Peak search

Sample : Amostra 3  
 File : .0239  
 Comment : Ulisses UNICAMP  
 Date : 24-Oct-96 16:46  
 Operator : RINT

[Smoothing] mode : Automatic Savitzky-Golay's Points : 11  
 [B.G. elimination] mode : Sonneveld-Visser's method  
 [Ka2 elimination]  
 [Peak search]

Max. width of peak : 2.00  
 Min. height of peak : 30.000  
 Intensity ratio : 0.500  
 Typical width : 0.14  
 Minimum height : 41.549



Difratograma da amostra submetida a R.D=0,015g/s e V<sub>F</sub>=5mm/s

Peak search

Comment : Ulisses UNICAMP

Sample : Amostra 3 File : .0239  
Date : 24-Oct-95 16:46 Operator : RINT

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
1	20.300	0.188	4.3710	64	2	31	51.920	0.212	1.7597	551	15
2	22.100	0.188	4.0189	202	6	32	55.320	XXXXX	1.6593	32	1
3	22.900	0.188	3.8803	180	5	33	58.940	0.071	1.5657	46	1
4	23.480	0.118	3.7857	43	1	34	59.560	XXXXX	1.5509	39	1
5	24.220	0.165	3.6717	245	7	35	60.740	0.188	1.5236	92	3
6	25.140	XXXXX	3.5394	30	1	36	63.640	XXXXX	1.4609	33	1
7	25.920	0.188	3.4346	293	8	37	65.140	0.188	1.4309	1797	50
8	29.640	0.212	3.0115	184	5	38	65.960	0.094	1.4151	68	2
9	35.180	0.306	2.5489	82	2	39	66.340	XXXXX	1.4079	38	1
10	36.560	0.212	2.4558	106	3	40	67.420	0.188	1.3879	48	1
11	36.940	0.141	2.4314	48	1	41	68.440	XXXXX	1.3697	36	1
12	37.420	0.188	2.4013	173	5	42	69.340	0.235	1.3541	96	3
13	38.520	0.188	2.3352	3568	100	43	70.000	0.212	1.3429	122	3
14	39.380	0.235	2.2862	102	3	44	76.460	0.212	1.2448	254	7
15	39.680	XXXXX	2.2587	40	1	45	76.660	0.094	1.2420	57	2
16	40.380	0.306	2.2318	74	2	46	77.400	0.212	1.2320	61	2
17	41.220	0.188	2.1883	201	6	47	77.820	0.165	1.2264	181	5
18	41.840	0.188	2.1573	536	15	48	78.240	0.188	1.2208	1533	43
19	43.100	0.165	2.0971	94	3	49	82.060	0.071	1.1734	46	1
20	43.320	0.141	2.0869	88	2	50	82.500	0.282	1.1683	241	7
21	43.620	0.188	2.0733	484	14	51	85.300	0.212	1.1369	57	2
22	44.120	0.165	2.0509	112	3	52	89.840	XXXXX	1.0909	33	1
23	44.600	XXXXX	2.0300	2295	64	53	92.060	XXXXX	1.0703	39	1
24	44.780	0.165	2.0222	3271	92	54	92.500	XXXXX	1.0656	64	2
25	45.240	0.141	2.0027	498	14	55	93.000	0.188	1.0619	246	7
26	46.050	0.188	1.9690	252	7	56	94.840	XXXXX	1.0461	35	1
27	46.440	0.259	1.9537	299	8	57	95.300	XXXXX	1.0423	38	1
28	47.200	0.165	1.9240	594	17	58	98.520	0.188	1.0166	86	2
29	48.420	0.165	1.8784	132	4	59	99.080	0.282	1.0124	189	5
30	49.580	0.165	1.8371	284	8	60	112.040	0.212	0.9289	376	11

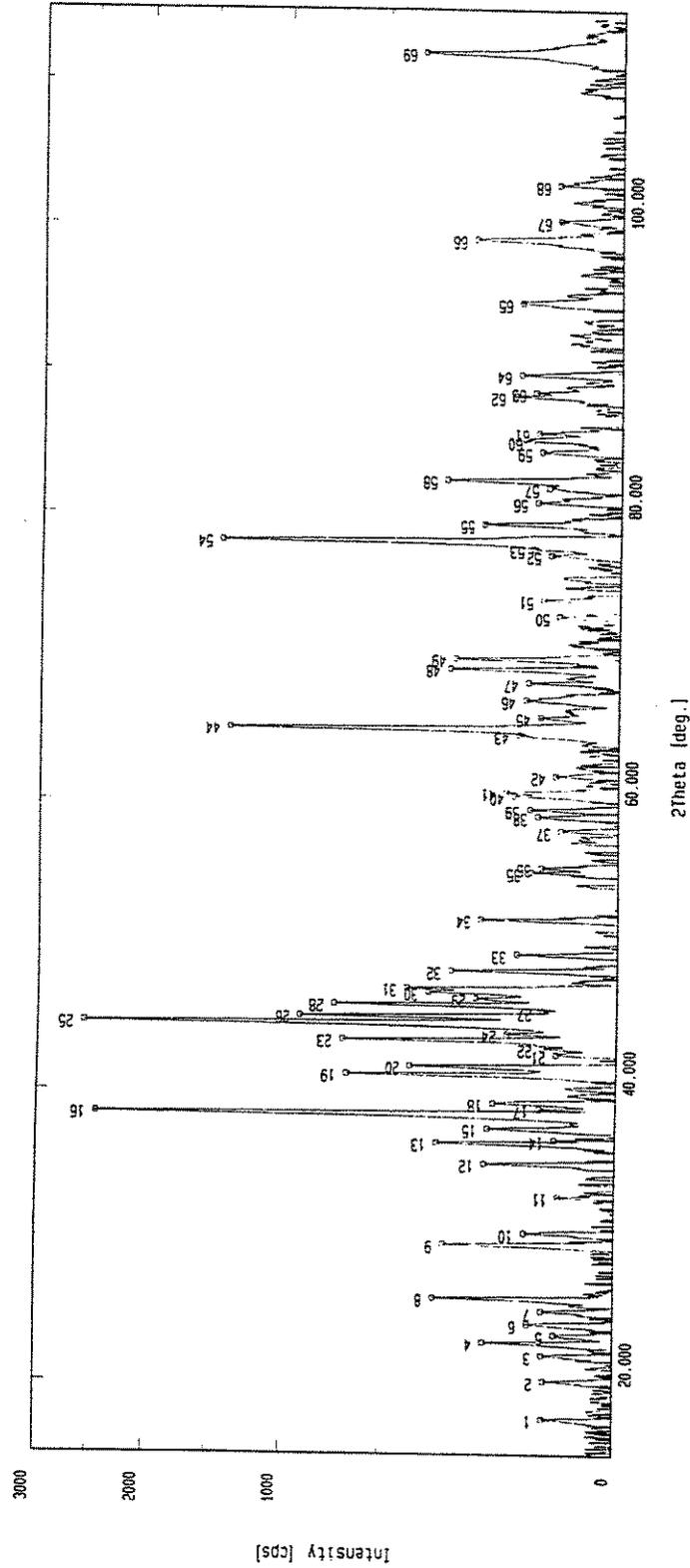
1996-Oct-24 17:05:30 Page-2

Peak search

Sample : Amostra 4  
 File : .0240  
 Comment : Ulisses UNICAMP  
 Date : 24-Oct-96 17:45  
 Operator : RINT

[Smoothing] mode : Automatic Savitzky-Golay's Points : 9  
 [B.G. elimination] mode : Sonneveld-Visser's method  
 [Ka2 elimination]  
 [Peak search]

Max. width of peak : 2.00  
 Min. height of peak : 30.000  
 Intensity ratio : 0.500  
 Typical width : 0.14  
 Minimum height : 34.014



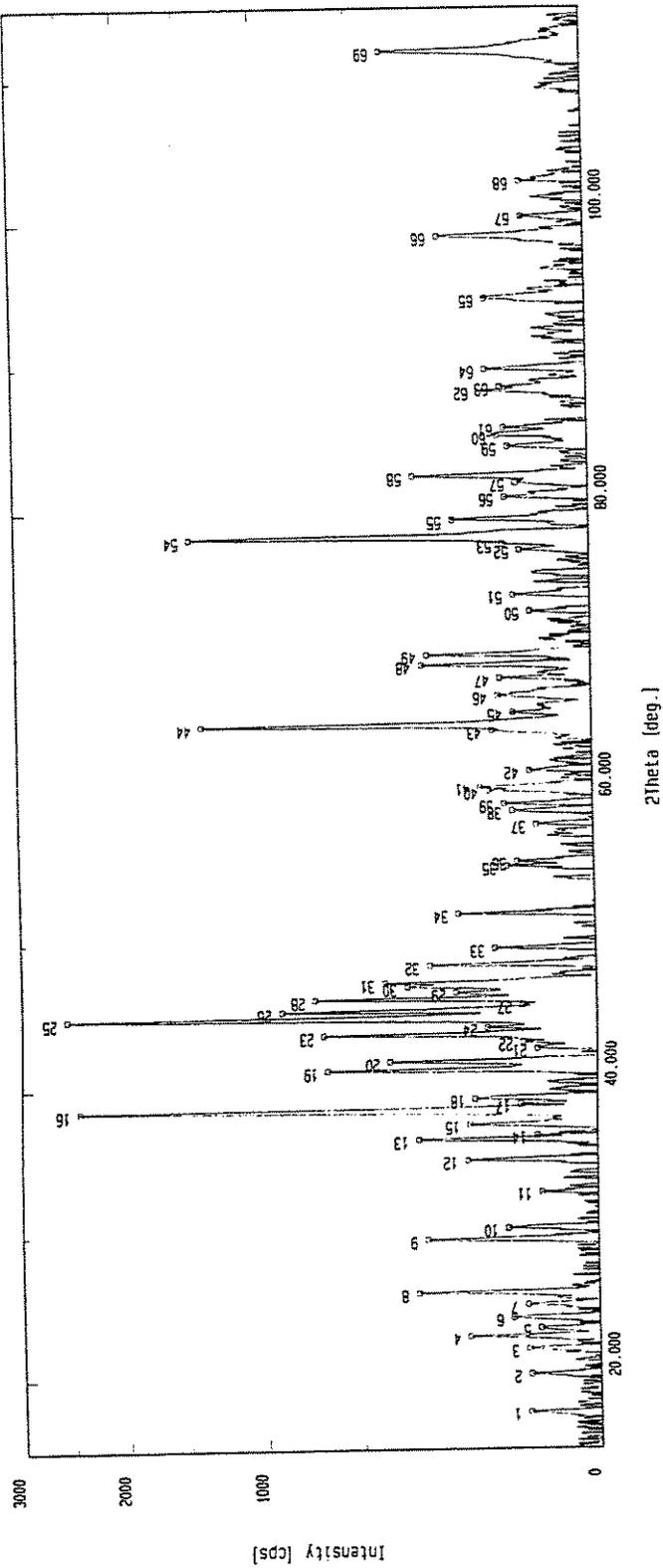
Difratograma da amostra submetida a  $R.D=0,015g/s$  e  $V_R=10mm/s$

Peak search

Sample : Amostra 4  
 File : .0240  
 Comment : Ulisses UNICAMP  
 Date : 24-Oct-96 17:45  
 Operator : RINT

[Smoothing] mode : Automatic Savitzky-Golay's Points : 9  
 [8.6. elimination] mode : Sonnevell-Visser's method  
 [Ka2 elimination]  
 [Peak search]

Max. width of peak : 2.00  
 Min. height of peak : 30.000  
 Intensity ratio : 0.500  
 Typical width : 0.14  
 Minimum height : 34.014



1996-Oct-24 18:40:17 Page-1

Difratograma da amostra submetida a  $R_D=0,015g/s$  e  $V_R=10mm/s$

Peak search

Sample : Amostra 4 File : .0240 Comment : Ulisses UNICAMP  
Date : 24-Oct-96 17:45 Operator : RINT

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
1	17.520	0.118	5.0570	47	2	31	47.140	0.141	1.9263	403	16
2	20.180	0.118	4.3967	45	2	32	48.340	0.165	1.8813	251	10
3	21.980	0.118	4.0405	47	2	33	49.500	0.141	1.8399	94	4
4	22.860	0.165	3.8870	153	6	34	51.900	0.141	1.7603	171	7
5	23.420	xxxxx	3.7953	33	1	35	55.180	0.141	1.6632	70	3
6	24.140	0.118	3.6837	69	3	36	55.500	0.212	1.6543	55	2
7	25.040	0.141	3.5533	48	2	37	58.040	xxxxx	1.5878	31	1
8	25.900	0.141	3.4372	294	12	38	59.020	0.094	1.5638	61	2
9	29.600	0.141	3.0154	263	10	39	59.500	0.165	1.5523	73	3
10	30.360	0.110	2.9417	75	3	40	60.420	0.141	1.5309	100	4
11	32.840	xxxxx	2.7250	30	1	41	60.680	0.165	1.5249	116	5
12	35.080	0.165	2.5559	154	6	42	61.820	0.094	1.4995	38	1
13	36.500	0.235	2.4597	289	11	43	64.660	0.094	1.4403	92	4
14	36.740	0.118	2.4442	35	1	44	65.080	0.212	1.4320	1372	54
15	37.500	0.165	2.3963	149	6	45	65.920	0.118	1.4158	58	2
16	38.460	0.165	2.3375	2428	95	46	67.100	0.141	1.3938	81	3
17	38.860	0.141	2.3156	55	2	47	68.320	0.141	1.3718	77	3
18	39.240	0.141	2.2940	137	5	48	69.260	0.165	1.3555	260	10
19	41.180	0.188	2.1903	658	26	49	69.960	0.165	1.3436	244	10
20	41.780	0.165	2.1602	387	15	50	72.960	0.094	1.2956	35	1
21	42.620	0.141	2.1196	35	1	51	74.100	0.141	1.2784	55	2
22	43.060	0.165	2.0989	51	2	52	77.260	0.094	1.2339	46	2
23	43.580	0.165	2.0751	678	27	53	77.680	0.118	1.2282	70	3
24	44.040	0.141	2.0545	111	4	54	78.180	0.212	1.2216	1442	56
25	44.720	0.165	2.0248	2553	100	55	79.380	0.141	1.2061	171	7
26	45.200	0.165	2.0044	904	35	56	80.920	0.212	1.1870	66	3
27	45.580	0.094	1.9886	52	2	57	81.920	0.071	1.1750	50	2
28	46.020	0.165	1.9706	721	28	58	82.400	0.165	1.1694	278	11
29	46.460	0.071	1.9529	181	7	59	84.400	0.141	1.1467	60	2
30	46.860	0.141	1.9372	323	13	60	85.160	0.165	1.1384	76	3

1996-Oct-24 18:40:19 Page-2

Difratograma da amostra submetida a R.D=0,015g/s e V<sub>R</sub>=10mm/s

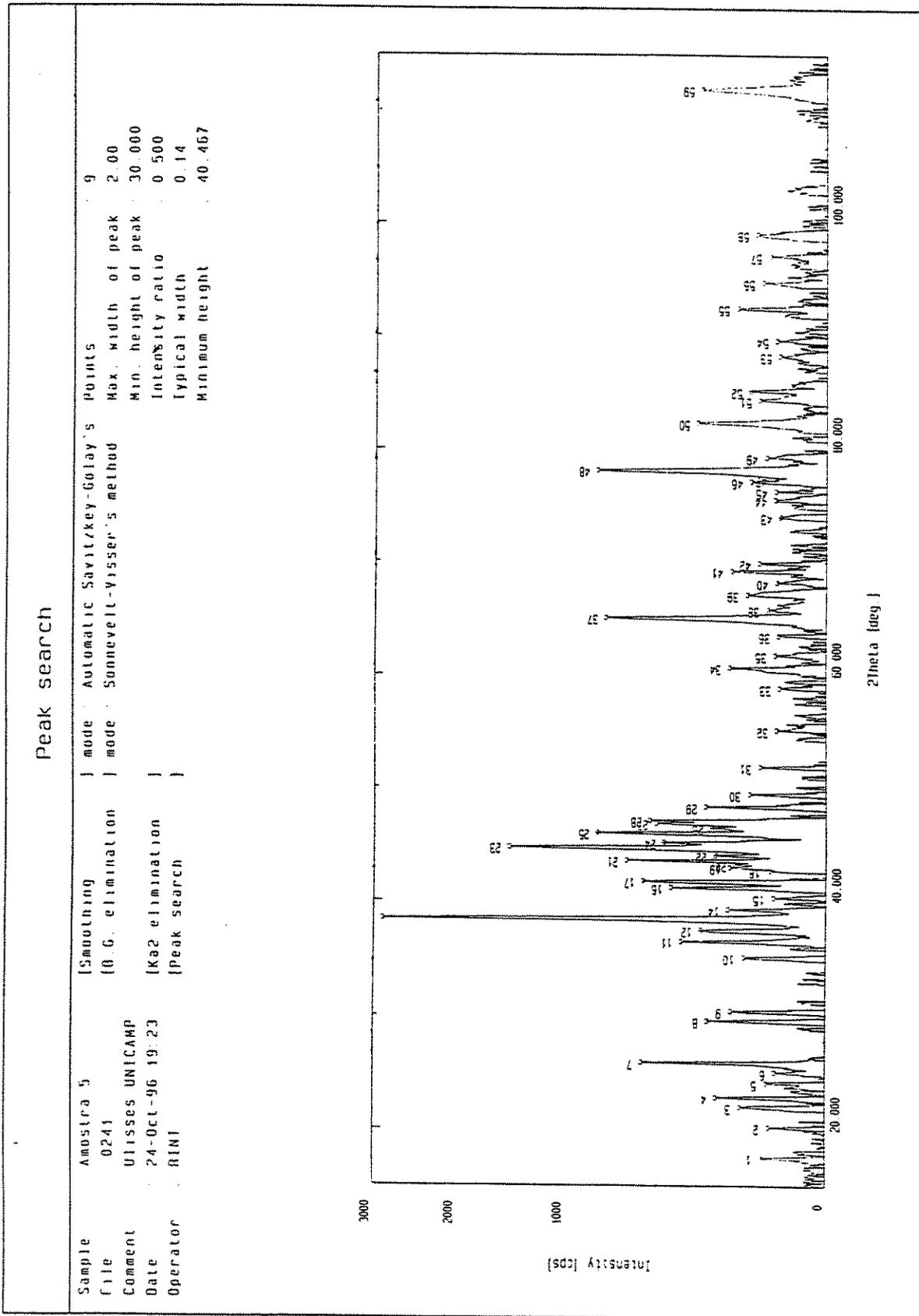
Peak search

Comment : Ulisses UNICAMP

Sample : Amostra 4 File : .0240  
Date : 24-Oct-95 17:45 Operator : RINT

Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io	Peak No.	2Theta	FWHM	d-value	Intensity	I/Io
61	85.720	0.118	1.1324	65	3						
62	88.280	0.118	1.1061	106	4						
63	88.560	0.071	1.1033	70	3						
64	89.760	0.141	1.0916	95	4						
65	94.680	0.118	1.0474	93	4						
66	99.020	0.259	1.0128	196	8						
67	100.340	0.212	1.0030	37	1						
68	102.800	0.118	0.9856	38	2						
69	111.960	0.259	0.9293	361	14						

Difratograma da amostra submetida a R.D=0,015g/s e V<sub>R</sub>=10mm/s



1996-Oct-24 19:30:49 Page 1

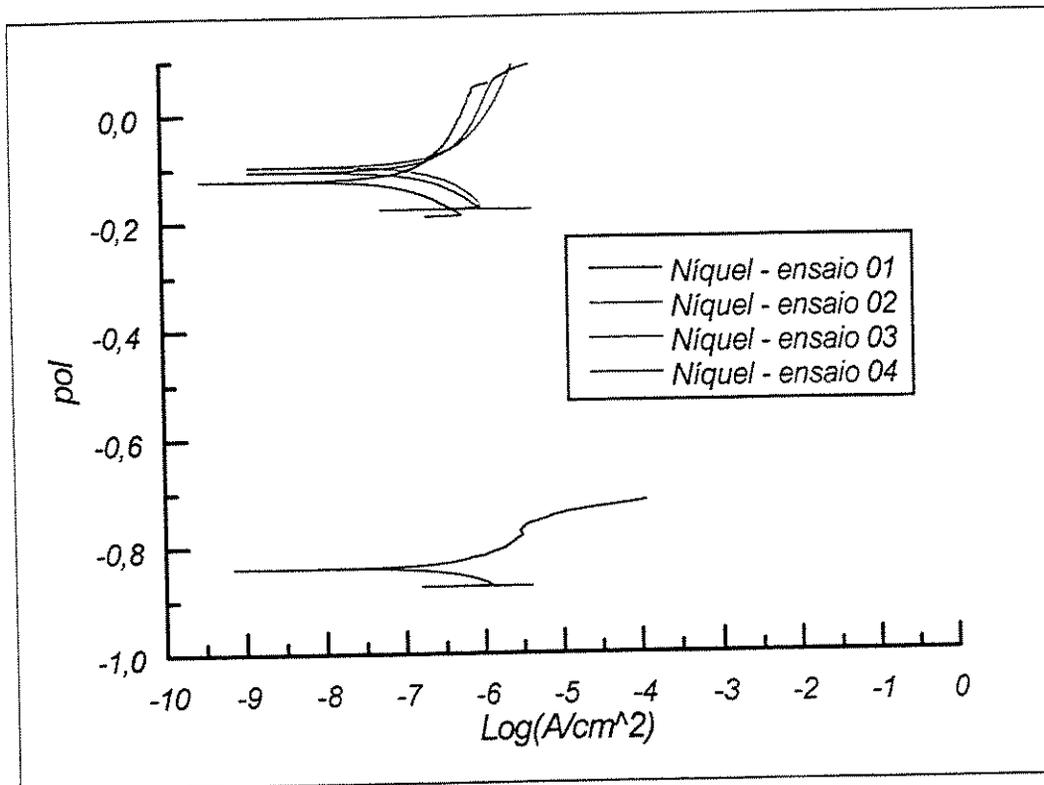
Difratograma da amostra submetida a R.D=0,015g/s e V<sub>R</sub>=20mm/

Peak search

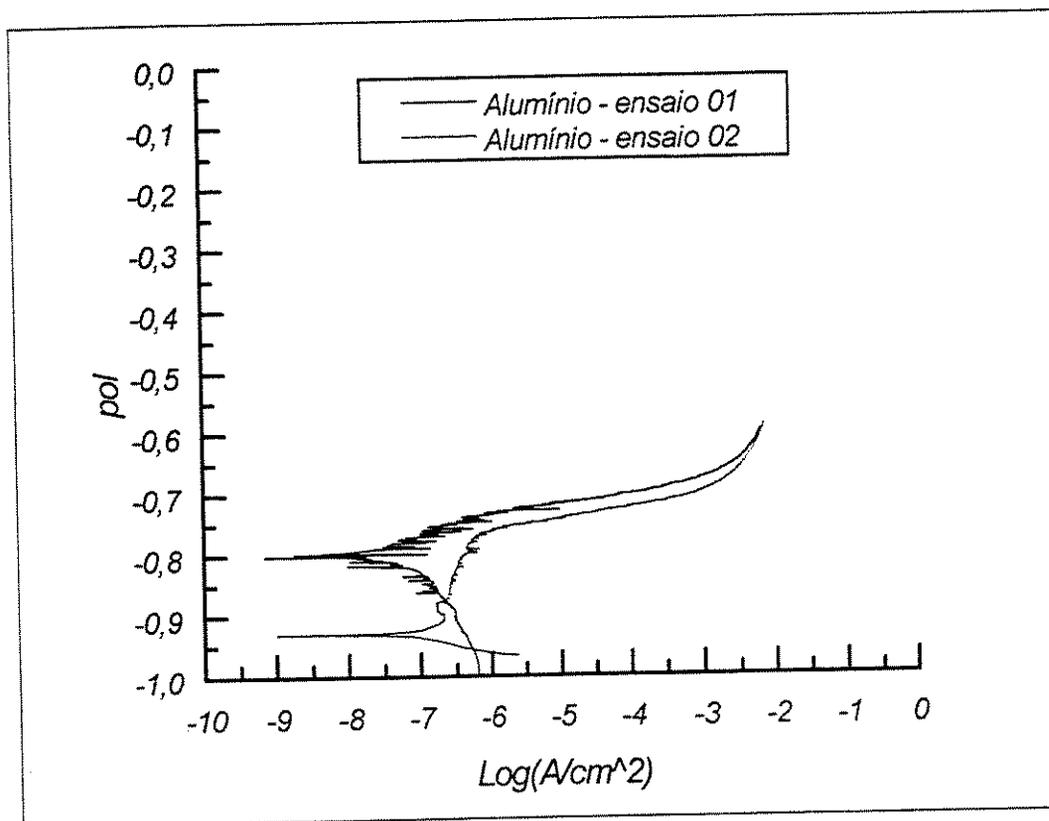
Sample Date		Amostra 5 24-Oct-96 19:23		File .0241		Operator RINT		Comment Ulisses UNICAMP					
Peak No	2 <th>theta</th> <th>FWHM</th> <th>d-value</th> <th>Intensity</th> <th>I/I<sub>0</sub></th> <th>Peak No.</th> <th>2<th>theta</th> <th>FWHM</th> <th>d-value</th> <th>Intensity</th> <th>I/I<sub>0</sub></th> </th>	theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I <sub>0</sub>	Peak No.	2 <th>theta</th> <th>FWHM</th> <th>d-value</th> <th>Intensity</th> <th>I/I<sub>0</sub></th>	theta	FWHM	d-value	Intensity	I/I <sub>0</sub>
1	17.520	0.165	5.0578	62	2	31	61.000	0.118	1.4999	41	1		
2	20.220	0.118	4.3881	50	2	32	65.060	0.235	1.4324	713	25		
3	21.980	0.094	4.0405	107	4	33	65.840	0.094	1.4173	52	2		
4	22.820	0.212	3.8937	172	6	34	67.160	0.110	1.3927	93	3		
5	24.120	0.094	3.6867	54	2	35	69.240	0.235	1.3558	132	5		
6	25.880	0.165	3.4398	493	17	36	69.940	0.212	1.3439	68	2		
7	29.560	0.141	3.0194	201	7	37	75.620	0.110	1.2565	41	1		
8	30.400	0.212	2.9379	131	5	38	76.380	0.141	1.2459	40	1		
9	35.100	0.259	2.5545	100	3	39	77.220	0.212	1.2344	85	3		
10	36.500	0.165	2.4597	303	11	40	78.160	0.259	1.2219	777	27		
11	37.480	0.141	2.3976	225	8	41	79.380	0.094	1.2061	56	2		
12	38.460	0.188	2.3387	2886	100	42	82.360	0.259	1.1699	241	8		
13	39.300	0.141	2.2906	139	5	43	84.380	0.235	1.1469	68	2		
14	40.300	0.110	2.2361	44	2	44	85.100	0.212	1.1382	86	3		
15	41.180	0.188	2.1903	349	12	45	92.480	0.259	1.0665	117	4		
16	41.740	0.282	2.1622	488	17	46	94.760	0.094	1.0468	62	2		
17	42.980	0.071	2.1026	135	5	47	97.100	0.110	1.0277	50	2		
18	43.240	0.118	2.0906	121	4	48	99.040	0.071	1.0127	73	3		
19	43.560	0.165	2.0760	584	20	49	111.940	0.141	0.9295	227	8		
20	44.040	0.165	2.0545	178	6								
21	44.700	0.212	2.0257	1482	51								
22	45.180	0.188	2.0052	382	13								
23	46.000	0.188	1.9714	769	27								
24	46.480	0.141	1.9521	189	7								
25	46.860	0.118	1.9372	419	15								
26	47.100	0.165	1.9279	453	16								
27	48.340	0.141	1.8813	218	7								
28	49.480	0.141	1.8406	88	3								
29	51.000	0.188	1.7609	66	2								
30	60.680	0.141	1.5249	135	5								

Difratograma da amostra submetida a R.D=0,015g/s e V<sub>R</sub>=20mm/s

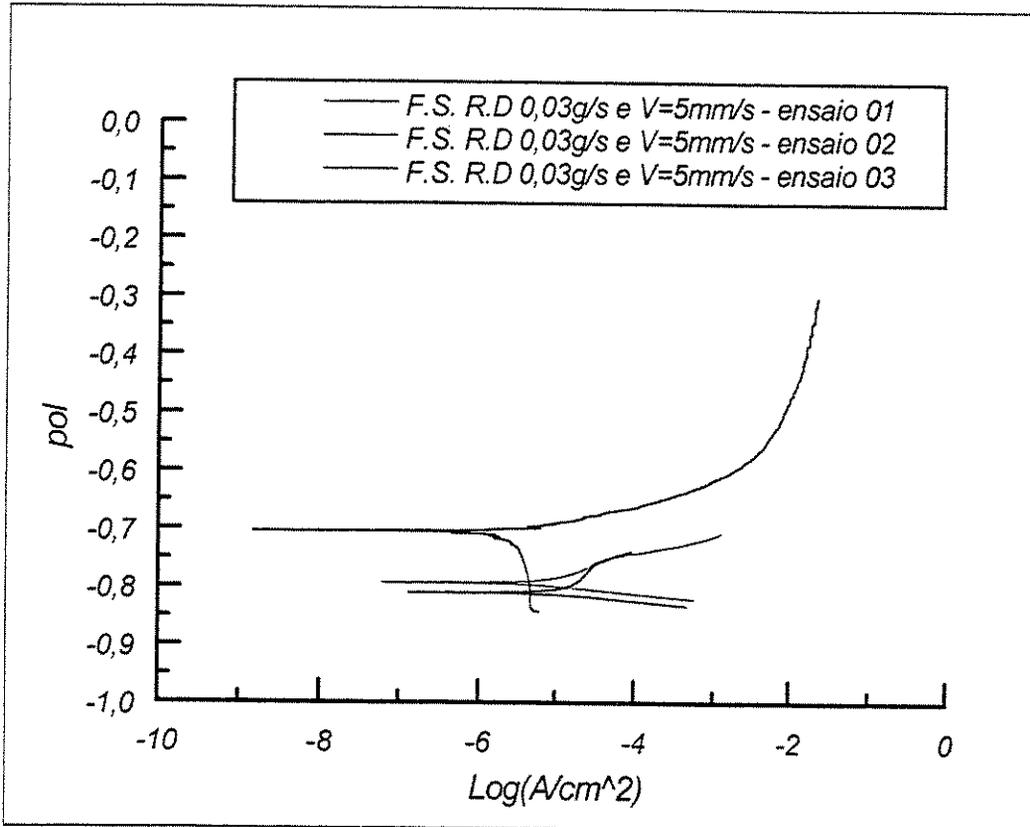
# **ANEXO III**



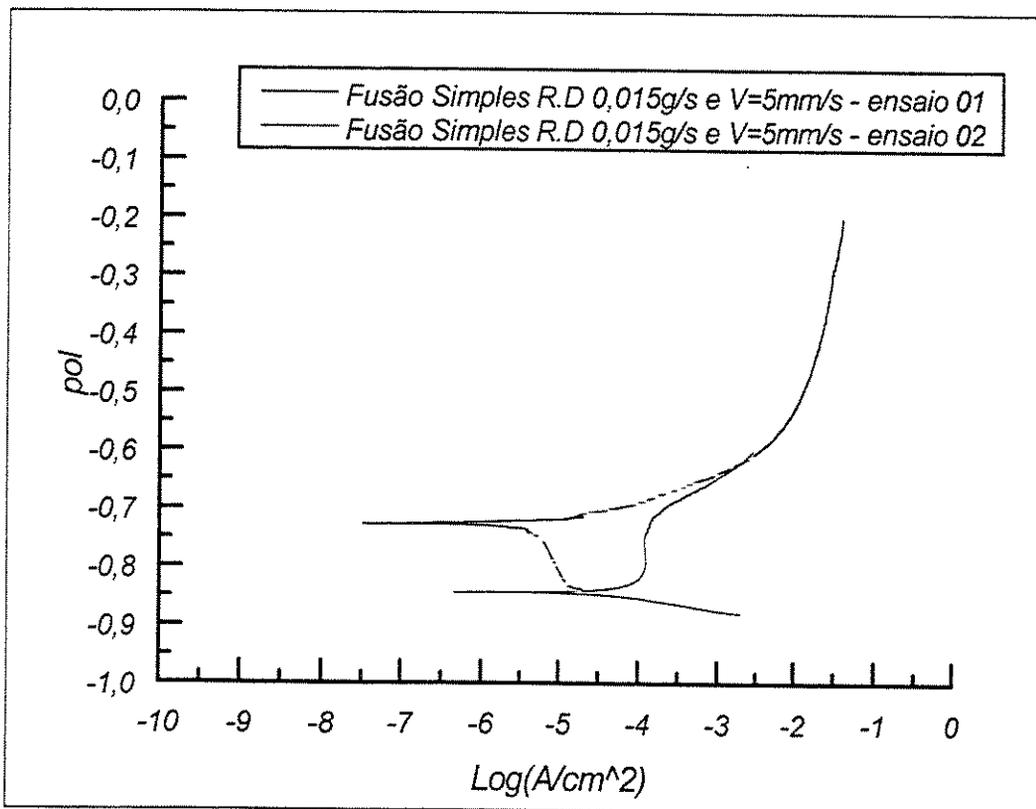
Ensaio de polarização da amostra de Níquel eletrolítico



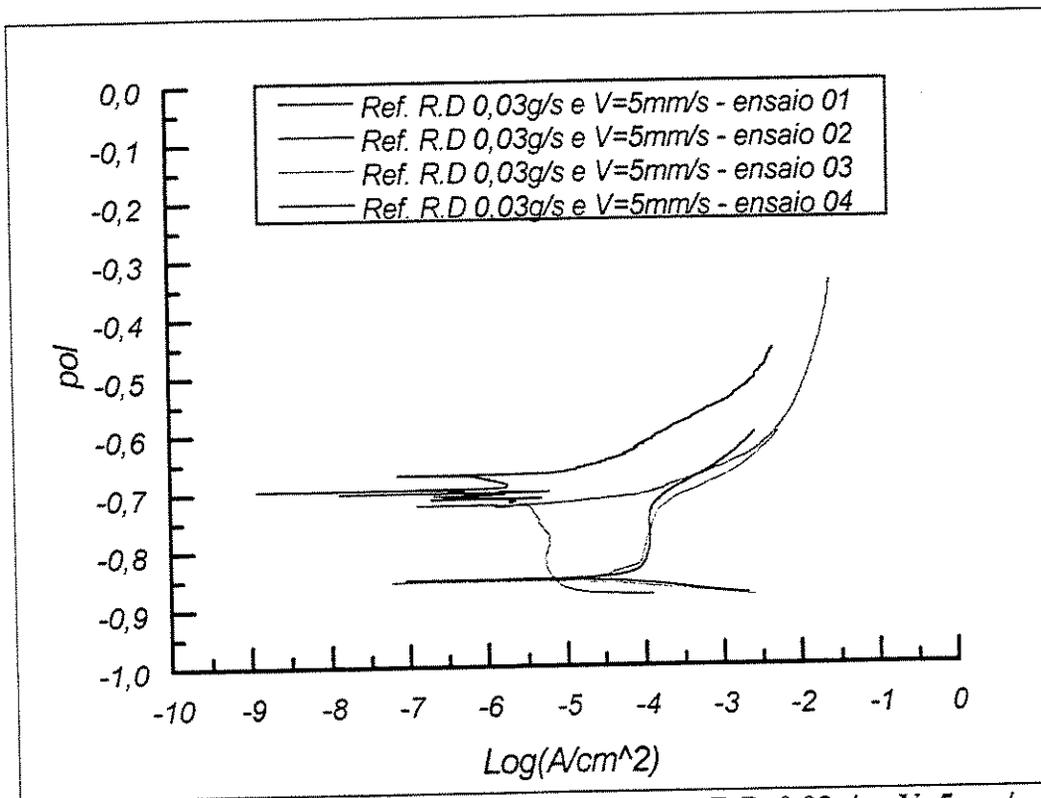
Ensaio de Corrosão da amostra de Alumínio



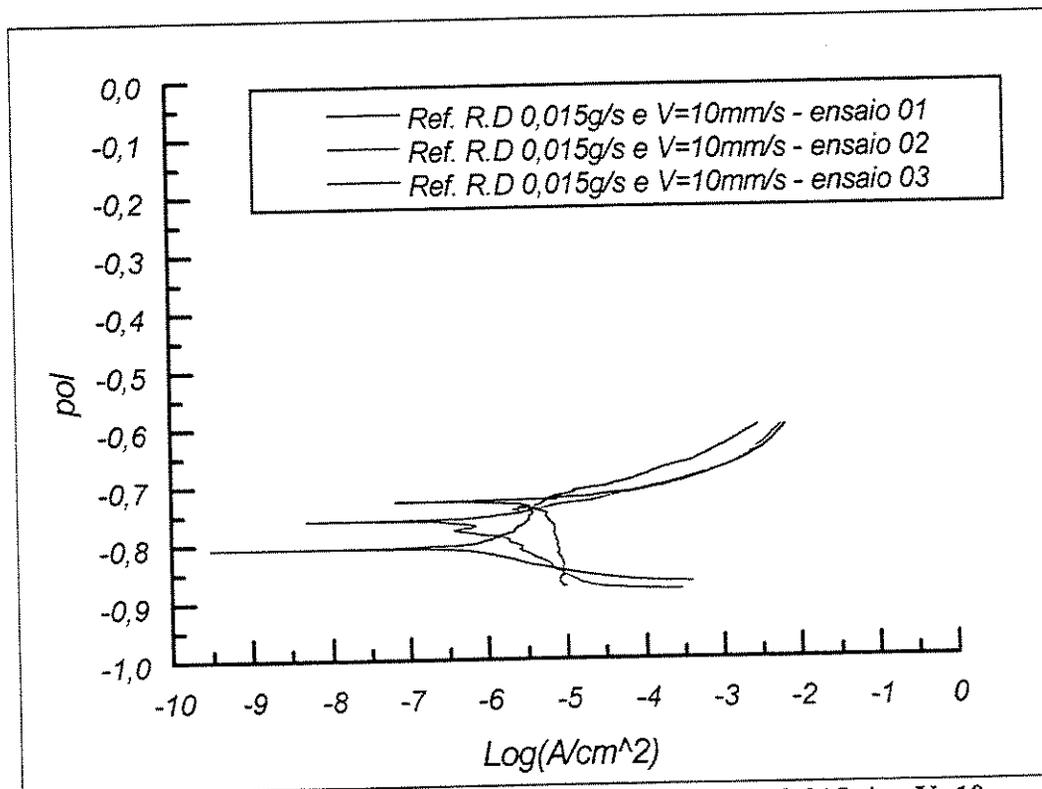
Potencial de Corrosão da Amostra submetida à F.S com R.D. 0,03g/s e V=5mm/s



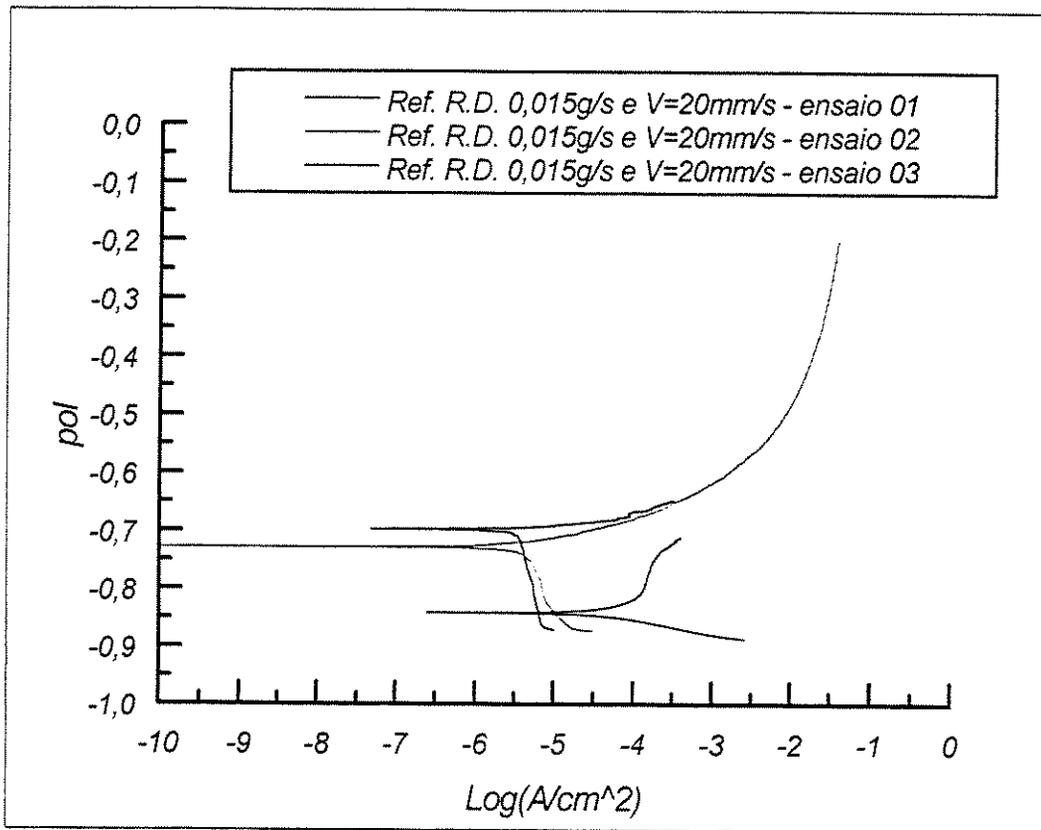
Potencial de Corrosão da Amostra submetida à F.S com R.D. 0,015g/s e V=5mm/s



Potencial de Corrosão da Amostra submetida à Refusão com R.D. 0,03g/s e V=5mm/s



Potencial de Corrosão da Amostra submetida à Refusão com R.D. 0,015g/s e V=10mm/s



Potencial de Corrosão da Amostra submetida à Refusão com R.D. 0,015g/s e V=20mm/s