

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA  
TESE DEFENDIDA POR Edwar A. Torres López  
..... E APROVADA  
PELA COMISSÃO JULGADORA EM 25/02/2008

Antonio José Ramirez  
ORIENTADOR

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**DESENVOLVIMENTO DE TESTE *IN-SITU* DE  
DEFORMAÇÃO A ALTA TEMPERATURA NO MEV E  
SUA APLICAÇÃO NO ESTUDO DO FENÔMENO DE  
FRATURA POR QUEDA DE DUCTILIDADE EM LIGAS  
DE NÍQUEL**

Autor: **Edwar Andrés Torres López**  
Orientador: **Antonio José Ramírez**  
Co-orientador: **Rubens Caram Junior**

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO**

**DESENVOLVIMENTO DE TESTE *IN-SITU* DE  
DEFORMAÇÃO A ALTA TEMPERATURA NO MEV E  
SUA APLICAÇÃO NO ESTUDO DO FENÔMENO DE  
FRATURA POR QUEDA DE DUCTILIDADE EM LIGAS  
DE NÍQUEL**

Autor: **Edwar Andrés Torres López**  
Orientador: **Antonio José Ramírez**  
Co-orientador: **Rubens Caram Junior**

Curso: Engenharia Mecânica  
Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Dissertação de Mestrado Acadêmico apresentado à Comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2008  
S.P. – Brasil

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

T635d Torres López, Edwar Andrés  
Desenvolvimento de teste *in-situ* de deformação a alta temperatura no MEV e sua aplicação no estudo do fenômeno de fratura por queda de ductilidade em ligas de níquel / Edwar Andrés Torres López. --Campinas, SP: [s.n.], 2008.

Orientador: Antonio José Ramírez, Rubens Caram Junior

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Microscopia eletrônica de varredura. 2. Metais deformação. 3. Ligas de níquel. 4. Metais - Fratura. I. Ramírez, Antonio José. II. Caram Junior, Rubens. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

Título em Inglês: Development of SEM *in-situ* high temperature-deformation test and its application to the study of ductility dip cracking phenomemon on Ni-base alloys

Palavras-chave em Inglês: In-situ test, Scanning electron microscopy – SEM, High temperature deformation, Instrumentatio, Ni-base alloys, Ductility-dip cracking -DDC

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica

Banca examinadora: André Paulo Tschiptschin, Carlos Kenichi Suzuki

Data da defesa: 25/02/2008

Programa de Pós-Graduação: Engenharia Mecânica

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADEMICO**

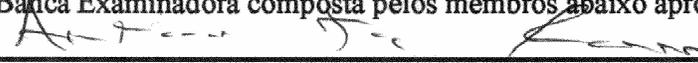
**DESENVOLVIMENTO DE TESTE *IN-SITU* DE  
DEFORMAÇÃO À ALTA TEMPERATURA NO MEV E  
SUA APLICAÇÃO NO ESTUDO DO FENÔMENO DE  
FRATURA POR QUEDA DE DUCTILIDADE EM LIGAS  
DE NÍQUEL**

Autor: **Edwar Andrés Torres López**

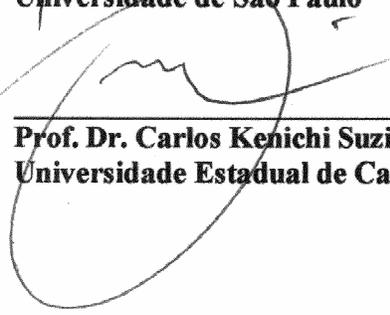
Orientador: **Antonio José Ramírez**

Co-orientador: **Rubens Caram**

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:

  
\_\_\_\_\_  
**Dr. Antonio José Ramírez, Presidente**  
**Laboratório Nacional de Luz Síncrotron**

  
\_\_\_\_\_  
**Prof. Dr. André Paulo Tschiptschin**  
**Universidade de São Paulo**

  
\_\_\_\_\_  
**Prof. Dr. Carlos Kenichi Suziki**  
**Universidade Estadual de Campinas**

## **Dedicatória:**

Este trabalho tem um significado especial pelas dificuldades e sacrifício próprios do projeto, além do que representou a separação das pessoas mais importantes na minha vida, minha família.

Por isso, dedico este trabalho àqueles que mais amo e cuja presença sempre percebi ora com suas palavras, ora nas minhas recordações; estes são: meus pais Javier Horacio e Alba Lilia, as minhas irmãs Sandra e Bibiana, meu primo Esteban e meu sobrinho Fellipe.

Uma dedicatória especial para a minha sobrinha Luisa, pois meu coração é dela.

Também em memória da minha vovó Pastora e meu irmão Jhon Fredy cuja dor por sua perda contrasta com a alegria das minhas lembranças.

## **Agradecimentos**

Durante este mestrado, nas horas mais difíceis acreditava que estava só no projeto, mas durante a escrita destes agradecimentos refleti sobre todas as pessoas que de diferentes formas contribuíram para que este o mesmo fosse concluído; por tal motivo, gostaria de expressar aqui minha profunda gratidão a elas.

Em primeiro lugar a minha família, pois sempre me deu a oportunidade de seguir meu caminho, se esforçando para me oferecer o melhor na medida de suas possibilidades e fazendo próprios cada um dos objetivos alcançados.

Ao meu orientador, por sua enorme capacidade de trabalho e apesar de sua juventude teve a calma e a visão para me orientar quando mais perdido estava e me animar quando mais indeciso me sentia.

Ao meu co-orientador e seus alunos no DEMA/UNICAMP pela ajuda oferecida tanto no departamento quanto nas outras dependências da universidade.

Aos meus bons e velhos amigos na Colômbia e Espanha, e os novos amigos no Brasil. Com vocês aprendi coisas inusitadas e pude perceber a vida com tons e sotaques diferentes aos habituais.

Aos técnicos e estudantes do LME-LNLS, pelo apoio no meu projeto e formação; pelo bom humor, dicas e papos, pelo fato de me fazer sentir tão profissional e inteligente quanto vocês.

Ao Fellipe Grilho pelo aporte na análise digital das imagens e as conversas de diferentes temas.

As diferentes pessoas no LNLS que facilitaram o desenvolvimento do meu projeto de pesquisa, especialmente ao senhor Carlos Scorzato.

Ao LNLS pelo apoio financeiro e oportunidade oferecida.

Ao CNPq (nº. Proc: 132886/2006-5 e 479222/2004-5) e FAPESP (nº. Proc.: 04/04526-8) pela concessão da bolsa de mestrado e projetos de pesquisa que financiaram parte deste projeto.

"No final tudo dá certo. Se ainda não deu é porque não chegou ao final".

**Jean Rostand**

## Resumo

TORRES, Edwar Andrés, *Desenvolvimento de Teste In-Situ de Deformação à Alta Temperatura no MEV e sua Aplicação no Estudo do Fenômeno de Fratura por Queda de Ductilidade em Ligas de Níquel*, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2008. 138 p. Dissertação (Mestrado).

Foi desenvolvido um experimento para estudo *in-situ* dos processos de deformação a alta temperatura no interior do microscópio eletrônico de varredura, permitindo assim o estudo do fenômeno de trincamento a alta temperatura, denominado fratura por queda de ductilidade. Este experimento teve como finalidade o estudo específico das ligas de níquel AWS A5.14 ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3AWS empregadas como metal de aporte para a soldagem de ligas de Ni. Instrumentação científica dedicada foi desenvolvida e modificada de modo a superar os desafios impostos pelas condições experimentais adversas associadas as elevadas temperaturas necessárias, à compatibilização do experimento com o nível de vácuo necessário na câmara do microscópio e finalmente, à estabilidade mecânica necessária para o acompanhamento do processo de deformação em escala micrométrica juntamente com os processos de aquecimento e de aplicação de forças elevadas. Utilizando esta instrumentação foram definidas as condições e procedimentos adequados para o acompanhamento do processo de deformação das ligas de Ni AWS A5.14 ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 em temperaturas entre 700 e 1000 °C, de forma a estudar as condições de início da fratura por queda de ductilidade nestes materiais. Porém, a instrumentação desenvolvida permite não apenas estudar o fenômeno de fratura por queda de ductilidade e avaliar o desempenho de ligas experimentais, mas também o estudo tanto qualitativo como quantitativo de diversos outros fenômenos de fratura e transformação de fase.

### *Palavras Chave*

Experimento *In-situ*, microscopia eletrônica de varredura - MEV, deformação a alta temperatura, instrumentação, ligas de níquel, fratura por queda de ductilidade - FQD.

## Abstract

TORRES, Edwar Andrés, *Development of SEM in-situ High Temperature-Deformation test and its Application to the Study of Ductility Dip Cracking Phenomenon on Ni-base Alloys.*, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2008. 138 p. Dissertação (Mestrado).

An *in-situ* high temperature deformation experiment was developed and adapted be performed within the vacuum chamber of a scanning electron microscope in order to study the high temperature cracking phenomenon known as ductility-dip cracking. This experiment was specifically applied to the study of Ni-base alloys AWS A5.14 ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3, which are commonly used as filler metal to weld Ni- and Fe- based alloys. Dedicated scientific instrumentation was developed and modified to overcome the challenges imposed by the severe experimental conditions as elevated temperatures and forces, the compatibleness with the microscope vacuum chamber, and the required mechanical stability to track deformation processes at the micro scale. Using this instrumentation were defined and optimized the conditions to study the deformation of Ni-base alloys AWS A5.14 ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 alloys between 700 and 1000 °C and therefore, helps to elucidate the causes of ductility-dip cracking phenomenon . However, the developed instrumentation is a powerful tool to perform several other qualitative and quantitative studies of deformation, cracking phenomena and phase transformations in different materials.

### *Key Words*

*In-situ* test, scanning electron microscopy – SEM, high temperature deformation, instrumentation, Ni-base alloys, ductility-dip cracking - DDC.

# Índice

Lista de Figuras .....	xii
Lista de Tabelas.....	xvii
Nomenclatura .....	xviii
Capítulo 1 .....	1
Introdução.....	1
1.1. Justificativa.....	2
1.2. Objetivos .....	3
Capítulo 2 .....	5
Revisão Bibliográfica.....	5
2.1. Trincamento em Soldagem.....	5
2.2. Fratura por Queda de Ductilidade - FQD.....	6
2.3. Testes para o Estudo do FQD.....	9
2.3.1. Varestreint .....	9
2.3.2. Deformação no Simulador Termomecânico <i>Gleeble</i> ®.....	10
2.3.3. Deformação-para-Fratura .....	10
2.4. Teste <i>in-situ</i> .....	12
2.4.1. Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV.....	13
2.4.2. Teste de Deformação <i>in-situ</i> .....	14
2.4.3. Teste de Deformação <i>in-situ</i> a Alta Temperatura .....	17
Capítulo 3 .....	20
Materiais, Métodos e Desenvolvimento de Instrumentação .....	20

3.1.	Materiais .....	20
3.2.	Preparação das Amostras .....	21
3.2.1.	Preparação de Amostras para Caracterização Microestrutural .....	21
3.2.2.	Preparação das Amostras para o Ensaio Termomecânico <i>in-situ</i> .....	22
3.3.	Caracterização Microestrutural .....	23
3.4.	Desenvolvimento de Instrumentação .....	24
3.4.1.	Porta-amostra de Aquecimento .....	24
3.4.2.	Plataforma de Deformação e Aquecimento .....	24
3.4.3.	Detectores.....	25
3.4.4.	Deformação e Aquecimento <i>in-situ</i> no MEV.....	27
3.5.	Comissionamento .....	28
3.5.1.	Testes Preliminares de Deformação e Aquecimento no MEV.....	28
3.5.2.	Evolução de Pressão Dentro da Câmera do MEV .....	29
3.5.3.	Calibração da Temperatura .....	29
3.5.4.	Deformação a Temperatura Ambiente e Elevada .....	31
3.6.	Ensaio Termo-mecânico <i>in-situ</i> de Ligas de Ni no MEV .....	32
Capítulo 4 .....		33
Resultados e Discussão .....		33
4.1.	Escolha do Formato Corpo de Prova de Tração para o Teste <i>in-situ</i> .....	33
4.2.	Composição Química das Ligas de Ni Processadas.....	35
4.3.	Caracterização Microestrutural.....	35
4.4.	Comissionamento do Experimento <i>in-situ</i> .....	39
4.4.1.	Testes Preliminares de Deformação e Aquecimento no MEV.....	39
4.4.2.	Evolução da Pressão Dentro da Câmera do MEV .....	40
4.4.3.	Seleção do Detector.....	41
4.4.4.	Calibração da Temperatura .....	43
4.4.5.	Deformação a Temperatura Ambiente e Elevada .....	47
4.5.	Fusão <i>in-situ</i> no MEV de Elemento Puros .....	49
4.6.	Ensaio Termomecânico <i>in-situ</i> no MEV do Aço Inoxidável AISI 316L.....	50
4.7.	Deformação a Alta Temperatura <i>in-situ</i> no MEV de Ligas de Ni .....	54
4.7.1.	Estudo do Fenômeno de Escorregamento dos Contornos de Grão .....	61
4.7.2.	Mapeamento das Deformações .....	72

Capitulo 5 .....	81
Sumario .....	81
Capitulo 6 .....	83
Conclusões .....	83
Capitulo 7 .....	86
Sugestões para Próximos Trabalhos.....	86
Referências Bibliográficas .....	88

## Lista de Figuras

Figura 1. Esquema que ilustra as faixas de temperatura onde acontecem os fenômenos de fratura por queda de ductilidade (FQD) e trincamento por presença de líquido (TPL) (Nissley, 2004).....	6
Figura 2. Diferentes tipos de contornos de grão: a) esquema dos tipos de contornos de grão, b) MGB na liga ERNiCrFe-7 cortando uma dendrita, c) MGB torta na liga ERNiCr-3 e d) MGB relativamente reta no ERNiCrFe-7 (Collins, 2003). ....	8
Figura 3. Esquema do efeito do contorno de grão no FQD a) contornos retos, b) partículas intergranulares bloqueando os contornos de grão retos e c) contornos ondulados e partículas intergranulares atuando contra o escorregamento (Ramirez, 2004).....	9
Figura 4. Ensaio Varestraint; a) esquema do teste universal Varestraint para ensaio transversal e ponto sobre ponto e b) ilustração das trincas por FQD obtidas pelo teste ponto sobre ponto (Kikel, 1998). ....	10
Figura 5. Simulador termomecânico; a) foto do <i>Gleeble</i> durante a simulação da ZAC numa mostra cilíndrica e b) esquema do teste SICO ( <i>strain induced cracking opening</i> ) mostrando trinca no corpo de prova (Mandziej, 2005). ....	10
Figura 6. Teste STF; a) amostra padrão para o teste STF (medidas em mm) e b) esquema do ciclo de carga, temperatura e deformação inicial contra o tempo do teste (Nissley, 2004). ....	11
Figura 7. Curva de deformação contra temperatura para as ligas ERNiCrFe-7 (FM-52) e ERNiCr-3 (FM-82). O número ao lado do círculo corresponde à quantidade de trincas observadas (Nissley, 2006). ....	12
Figura 8. Diferentes sinais resultantes da interação do feixe de elétrons com a amostra (adaptado de Williams, 1996). ....	13
Figura 9. Detectores de elétrons utilizados no MEV; a) esquema do detector cintilador-fotomultiplicador Everhart-Thornley para elétrons secundários e b) esquema do detector semiconductor para elétrons retroespalhados (adaptado de Reimer, 1985). ....	14
Figura 10. Amostras com diferentes sistemas de referência a) micro-grade construída a partir de litografia por feixe de elétrons, b) micro-faixas de moiré e c) nano partículas de sílica uniformemente distribuídas (Kishimoto, 1997, Berfield, 2007). ....	15

Figura 11. Mapas de deformação obtidas por DIC do Ti-6Al-4V para cargas a) 500 MPa, b) 940 MPa e c) 945 MPa, com o grau de deformação representado em tons de cinza (Lagattu, 2006). Mapas com vetores de deslocamento para deformações na direção x de e) 16 nm, f) 40 nm e f) 76 nm (Berfield, 2007).....	16
Figura 12. Detecção de elétrons para amostras aquecidas a) por conversão de BSE em elétrons secundários (Fielden, 2004) e b) por conversão de BSE em fótons. ....	18
Figura 13. a) Sistema de aquecimento por resistência (SAR) para testes à alta temperatura dos diferentes detector, b) detalhe do sistema mostrando o sistema de fixação do fio. ....	24
Figura 14. Plataforma de deformação e aquecimento. ....	25
Figura 15. Plataforma de deformação instalada na câmara do MEV onde podem ser observados a) peça polar da lente objetiva do MEV, b) detector HT-BSE, c) detector SE, d) câmara infravermelha, e) painel de LEDs infravermelhos, f) barreira térmica e g) barreira térmica adicional. ....	26
Figura 16. Equipamentos para o teste de deformação <i>in-situ</i> no MEV.....	27
Figura 17. Formas de executar os testes com parâmetros de controle diferentes na hora da parada para fazer imagens: a) com parada por controle da posição e b) com parada com controle da carga.....	29
Figura 18. Testes de deformação e aquecimento na câmara de vácuo, fora do MEV; a) plataforma de deformação com forno aquecido e amostra em posição de ensaio e b) montagem experimental: c) câmara de vácuo, d) termopar na amostra, e) medidor de vácuo, f) bomba turbo molecular, g) leitor do nível de pressão, h) banho térmico, i) controle de temperatura e j) fonte de potência.....	30
Figura 19. Formatos dos corpos de prova propostos: a) tipo 1, b) tipo 2, c) tipo 3 e d) tipo 4. ....	33
Figura 20. a) Formatos de corpos de prova testados, b) resultados do teste e c) amostra com marcas para alinhamento e medida. A amostra que aparece no quadro foi a que melhor resposta apresentou com uma fratura a 0,5 mm do centro. ....	34
Figura 21. Deformação heterogênea ao longo do formato de amostra tipo 1. a) Amostra antes e b) após a deformação, c) detalhe mostrando as marcas curvas (ressaltadas pelos pontos vermelhos), evidencia da deformação heterogênea.....	34
Figura 22. Macro e micrografias obtidas por MO do ponto de solda na liga ERNiCr-3 mostrando diferentes regiões: a) centro do ponto, b) banda crítica e c) borda do ponto. ....	36
Figura 23. Mecanismos de crescimento da matriz durante o resfriamento da solda. a) Crescimento colunar no ERNiCrFe-7 e b) crescimento colunar dendrítico na liga ERNiCr-3. ....	37
Figura 24. Microestrutura bruta de fusão na liga ERNiCr-3: a) evidencia de crescimento colunar dendrítico da matriz, b) ressalta os precipitados inter-dendríticos ricos em Nb. Imagens de MEV (SE).....	38
Figura 25. Detalhe dos MGBs na Zona crítica; a) MGBs ondulados na liga ERNiCr-3, b) MGBs lisos na liga ERNiCrFe-7. Imagens de MEV (SE). ....	38
Figura 26. Evolução da pressão com o tempo dentro do MEV com e sem a presença da plataforma de deformação dentro da câmara. ....	40

Figura 27. Imagens de amostras de aço inoxidável 316L a temperatura ambiente com diferentes detectores: a) detector de SE convencional, b) detector HT-BSE e c) detector HT-SE. Imagens de MEV.....	41
Figura 28. Fio de tungstênio em porta-amostra de aquecimento: a) amostra a 25°C, imagem obtida com o detector de SE convencional; b) amostra a 1250 °C, imagem obtida com os detectores SE na parte superior e HT-SE na parte inferior. Imagens de MEV. ....	42
Figura 29. Imagem de borda de esfera de látex de ~5 μm de diâmetro e perfil de intensidade ao longo da interface (integração de 50 pixels ao longo da interface) com o detector SE e b) com o detector HT-SE. Imagens de MEV a 15 kV.....	43
Figura 30. Barreira térmica superior para proteção da peça polar e detector BSE e placa refletora para proteção do sensor de deslocamento.....	44
Figura 31. Relação entre a tensão elétrica aplicada no elemento resistor do forno e a temperatura medida do forno. ....	45
Figura 32. Morsa com isolamento térmico com placa de alumina para reduzir o fluxo de calor da amostra para a plataforma de deformação.....	45
Figura 33. Diferença de temperatura medida pelo termopar soldado na amostra e pelo termopar do forno da plataforma de deformação. $\Delta T = T_{\text{forno}} - T_{\text{amostra}}$ . ....	46
Figura 34. Resultados de medida da temperatura na amostra e forno por meio de fusão de elementos puros com intervalo de confiança de 95%. ....	46
Figura 35. Padrão para localização e posterior deslocamento da região sendo fotografada.....	47
Figura 36. Forno da plataforma de deformação com seus diversos componentes.....	48
Figura 37. Vista superior do forno mostrando o cartucho de aquecimento, termopar, tubo isolante e revestimento com ZrO.....	48
Figura 38. Seqüência de imagens do processo de fusão de estanho puro a 232 °C. ....	50
Figura 39. Teste de deformação <i>in-situ</i> a temperatura ambiente (25 °C) do aço inoxidável austenítico AISI 316L. ....	50
Figura 40. Teste de deformação <i>in-situ</i> a alta temperatura (800 °C) do aço inoxidável austenítico AISI 316L. Imagens de MEV (SE). ....	51
Figura 41. Evolução e fratura da amostra do aço inoxidável AISI 316L a baixa ampliação (200X). A amostra está sendo tracionada na direção vertical como mostram as setas vermelhas na primeira figura. As imagens apresentadas foram extraídas seqüencialmente (a-f) do vídeo. Os retângulos permitem acompanhar a deformação de diferentes regiões. Na imagem f) é mostrada a fratura final da amostra. Imagens de MEV (SE).....	52
Figura 42. Crescimento de uma trinca em amostra de aço inoxidável AISI 316L. (Magnificação 300X). ....	53
Figura 43. Deformação a 930 °C <i>in-situ</i> da liga de Ni ERNiCrFe-7. Evolução da tensão e alongamento com seqüência de imagens obtidas durante os patamares de carga constante indicados. Em a) imagem de amostra sem deformação e b) até g) com diferentes graus de deformação $\epsilon_{xx}$ .....	55

Figura 44. Procedimento de determinação da deformação verdadeira $\epsilon_{xx}$ e $\epsilon_{yy}$ utilizando a mudança do comprimento das linhas $L_1$ , $L_2$ e $L_3$ .	56
Figura 45. Imagens evidenciando o momento de início do trincamento a diferentes temperaturas, na liga ERNiCrFe-7 a) 930 °C, b) 900 °C e c) 790 °C; no ERNiCr-3 d) 890 °C, e) 850 °C e f) 750 °C. O quadro vermelho mostra o local do início do trincamento.	58
Figura 46. Deformação $\epsilon_{xx}$ para o início da fratura das ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 em função da temperatura. Comparação dos resultados do teste termomecânico <i>in-situ</i> extraído da Figura 45 ( <i>in-situ</i> ) e do teste deformação-para-fratura extraídos de (Nissley, 2006) (STF).	59
Figura 47. Natureza da deformação na transformação martensítica estudada por meio de riscos na amostra. a) Superfície da amostra com traço antes da transformação de fase martensítica, b) amostra depois da formação da agulha de martensita. O detalhe das mudanças no traço ao longo da interface é mostrada em c) para o mecanismo de deformação por translação e em d) para a deformação plana invariante.	63
Figura 48. Pontos característicos na amostra (1, 2, 3, 4) para a determinação da deformação em cada um dos grãos perto do contorno e o escorregamento de um grão com relação ao outro ao longo do contorno. Representação esquemática a) antes da deformação e b) após o escorregamento ao longo do contorno somado à deformação do próprio grão do lado direito.	64
Figura 49. Esquemas explicativos do a) escorregamento puro ( $E_p$ ) e b) escorregamento por deformação ( $E_d$ ).	65
Figura 50. Esquema do método dos quadriláteros com deformação complexa da matriz e contorno de grão orientado em $y'$ (linha azul). Sistema de coordenado cartesiano $x-y$ , sistema de coordenadas rotadas $x'-y'$ alinhado com o contorno de grão.	66
Figura 51. Imagens de duas amostras da liga ERNiCr-3 submetidas ao ensaio termomecânico <i>in-situ</i> . Teste de deformação a 957 °C, a) antes da deformação e b) após a deformação. Teste de deformação a 927 °C, c) antes da deformação e d) após a deformação. Os quadriláteros em violeta (no deformado) e amarelo (após deformação), foram desenhados considerando pontos de referência nas imagens.	69
Figura 52. Deformação <i>in-situ</i> a 970 °C da liga de Ni ERNiCrFe-7. Evolução da tensão e alongamento e identificando os diferentes pontos onde foram obtidas as imagens usadas para o cálculo dos mapas de deformação.	73
Figura 53. Evolução microestrutural e da deformação durante teste termomecânico <i>in-situ</i> a 970 °C da liga ERNiCrFe-7 nas condições apresentadas na Figura 52. Na coluna da esquerda é apresentada a sobreposição das micrografias com o mapa de deformação efetiva e na coluna da direita os mapas de deformação efetiva. Os valores de deformação são diferenciais entre as imagens e não acumulativos.	74
Figura 54. Evolução microestrutural e da deformação durante teste termomecânico <i>in-situ</i> a 970 °C da liga ERNiCrFe-7 nas condições apresentadas na Figura 52. Na coluna da esquerda é apresentada a sobreposição das micrografias com o mapa de deformação efetiva e na coluna da direita os mapas de deformação efetiva. Os valores de deformação são diferenciais entre as imagens e não acumulativos.	75
Figura 55. Mapas de deformação para $\epsilon_{xx}$ , $\epsilon_{yy}$ e $\gamma_{max}$ com diferentes grãos de deformação durante o teste de deformação <i>in-situ</i> na liga ERNiCrFe-7 a 970 °C. Pontos b, c e d do processo	

de deformação. ....	76
Figura 56. Mapas de deformação para $\epsilon_{xx}$ , $\epsilon_{yy}$ e $\gamma_{max}$ com diferentes grãos de deformação durante o teste de deformação <i>in-situ</i> na liga ERNiCrFe-7 a 970 °C. Etapas e,f eg do processo de deformação.....	77
Figura 57. Medida da deformação de engenharia usando os pontos de referência a, b e c marcados em vermelho. Imagem do processo de deformação a 970 °C da liga ERNiCrFe-7.....	78

## Lista de Tabelas

Tabela 1. Condições iniciais para o desenvolvimento do STF. ....	11
Tabela 2. Resultados do teste STF para diferentes ligas. ....	12
Tabela 3. Composição química [%p] das ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3.....	20
Tabela 4. Diferentes processos envolvidos na preparação das amostras para caracterização microestrutural e ensaio termomecânico <i>in-situ</i> .....	21
Tabela 5. Descrição dos parâmetros e reagentes empregados para o ataque eletrolítico do aço inoxidável austenítico e as ligas de níquel estudadas.....	22
Tabela 6. Parâmetros de soldagem para obtenção de pontos de soldagem utilizando o processo GTAW nas amostras para o ensaio termomecânico <i>in-situ</i> . ....	23
Tabela 7. Técnicas e equipamentos utilizados para a caracterização microestrutural. ....	23
Tabela 8. Parâmetros empregados no teste termomecânico <i>in-situ</i> . ....	31
Tabela 9. Composição química das ligas de Ni ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 no estado como soldadas. Medida semi-quantitativa por XEDS no MEV. ....	35
Tabela 10. Desafios envolvidos na execução de testes termomecânicos <i>in-situ</i> no MEV, ações e/ou testes realizados para superá-los.....	40
Tabela 11. Deformação $\epsilon_{xx}$ e $\epsilon_{yy}$ acumulada ao longo do ensaio termomecânico <i>in-situ</i> . Liga de Ni ERNiCrFe-7 deformada a 930 °C, como mostrado na Figura 43. Medida utilizando o método das três linhas. ....	57
Tabela 12. Comparação entre os valores da deformação limite e temperatura obtidos a partir dos testes STF e <i>in-situ</i> para as ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3.....	60
Tabela 13. Medidas de escorregamento dos contornos de grão e deformação na região anexa aos contornos apresentados nas imagens da Figura 51, correspondentes à liga ERNiCr-3. ....	70
Tabela 14. Medidas de deformação entre imagens e deformação total pelo método de engenharia usando as retas $L_1$ , $L_2$ e $L_3$ formadas pelos pontos a-b, b-c e a-c respectivamente. As letras da b até a j na tabela correspondem às figuras na seqüência de deformação e os quadros em amarelo mostram os resultados mais coerentes para esta seqüência de deformação. ....	79

## Nomenclatura

<i>Letras Latinas</i>		<i>Unidades</i>
St	- Stroke ou deformação inicial	[mm]
Ta	- Taxa de aquecimento	[Cs <sup>-1</sup> ]
Td	- Taxa de deformação	[mms <sup>-1</sup> ]
t	- Tempo à alta temperatura	[s]
s/r	- Relação sinal-ruído	[%]
J <sub>C</sub>	- Densidade de corrente	[Am <sup>-2</sup> ]
B	- Constante do material emissor de elétrons	[Am <sup>-2</sup> K <sup>-2</sup> ]
K	- Constante de Boltzmann	[eVK <sup>-1</sup> ]
T	- Temperatura do corpo	[K]
P	- Potência irradiada	[W]
c	- Constante	[Wm <sup>-2</sup> K <sup>-4</sup> ]
A <sub>s</sub>	- Área superficial do objeto	[m <sup>2</sup> ]
q	- Constante de emissividade	[1]
R <sub>o</sub>	- Resistência elétrica a temperatura ambiente	[Ω]
e	- Deformação de engenharia	[%]
L	- Comprimento do fio	[mm]
A	- Área transversal do fio	[mm <sup>2</sup> ]
R	- Resistência	[Ω]
V	- Tensão	[V]
I	- Corrente	[A]
R <sub>o</sub>	- Resistência temperatura ambiente	[Ω]
R <sub>To</sub>	- Resistência total do circuito a temperatura ambiente	[Ω]
R <sub>C</sub>	- Resistência de contato	[Ω]
R <sub>F</sub>	- Resistência do elemento resistivo	[Ω]
R <sub>T</sub>	- Resistência total do sistema	[Ω]
R <sub>300K</sub>	- Resistência a 300°K	[Ω]
ΔT	- Diferencia de temperatura	[°C]
E <sub>i</sub>	- Espessura inicial	[mm]
E <sub>f</sub>	- Espessura final	[mm]
T <sub>Ref</sub>	- Temperatura de referência	[°K]
R <sub>Ref</sub>	- Resistência de referência	[Ω]
CA	- Comprimento de arco	[mm]

$L_0$	- Comprimento inicial da linha	[pixel]
$D_c$	- Distância inicial entre centros	[pixel]
$D'_c$	- Distância final entre centros	[pixel]
$L_{1y'}$	- Projeção do comprimento inicial de $L_1$ na direção $y'$	[pixel]
$L_{3y'}$	- Projeção do comprimento inicial de $L_3$ na direção $y'$	[pixel]
$L'_{1y'}$	- Projeção do comprimento inicial de $L'_1$ na direção $y'$	[pixel]
$L'_{3y'}$	- Projeção do comprimento inicial de $L'_3$ na direção $y'$	[pixel]
$C_{1y'}$	- Coordenada em $y'$ do centro de $L_{1y'}$	[pixel]
$C_{3y'}$	- Coordenada em $y'$ do centro de $L_{3y'}$	[pixel]
$C'_{1y'}$	- Coordenada em $y'$ do centro de $L'_{1y'}$	[pixel]
$C'_{3y'}$	- Coordenada em $y'$ do centro de $L'_{3y'}$	[pixel]
$D_{cy'}$	- Distância inicial entre centros	[pixel]
$D'_{cy'}$	- Distância final entre centros	[pixel]
$E_p$	- Escorregamento puro	[ $\mu\text{m}$ ]
$\epsilon_{1y'}$	- Deformação da projeção de $L_1$ na direção $y'$	[%]
$\epsilon_{3y'}$	- Deformação da projeção de $L_3$ na direção $y'$	[%]
$\epsilon_R$	- Deformação relativa entre os grãos	[%]
$E_d$	- Escorregamento por deformação entre os grãos	[ $\mu\text{m}$ ]

### **Letras Gregas**

$\epsilon_{\text{min}}$	- Deformação limite mínima por queda de ductilidade	[%]
$\Sigma$	- Parâmetro para definir número de sítios coincidentes na retícula	[1]
$\Phi_w$	- Função de trabalho	[eV]
$\epsilon$	- Deformação	[%]
$\sigma$	- Tensão	[ $\text{Nm}^{-2}$ ]
$\alpha$	- Coeficiente de resistividade	[ $\Omega\text{mm}$ ]
$\alpha_{300^\circ\text{K}}$	- Coeficiente de resistividade a 300 °K	[ $\Omega\text{mm}$ ]
$\epsilon_{xx}$	- Deformação no eixo x	[%]
$\epsilon_{yy}$	- Deformação no eixo y	[ $\mu\text{m}$ ]
$\theta$	- Ângulo de rotação entre sistemas de referência	[°]
$\Delta x'$	- Alongamento na direção $x'$ (normal ao contorno)	[ $\mu\text{m}$ ]
$\Delta y'$	- Alongamento na direção $y'$ (paralelo ao contorno)	[ $\mu\text{m}$ ]
$\epsilon_{x'x'}$	- Deformação de engenharia na direção $x'$ (normal ao contorno)	[%]
$\epsilon_{y'y'}$	- Deformação de engenharia na direção $y'$ (paralelo ao contorno)	[%]
$\bar{\epsilon}$	- Deformação efetiva	[%]
$\gamma_{\text{max}}$	- Deformação cortante máxima	[%]

### **Sobrescritos**

'	- Depois da deformação
---	------------------------

### **Subscritos**

I	- Define os elétrons secundários de tipo um
II	- Define os elétrons secundários de tipo dois
III	- Define os elétrons secundários de tipo três
xx	- Define o eixo de coordenadas x

yy	- Define o eixo de coordenadas y
i	- Define a espessura inicial das chapas
f	- Define a espessura final das chapas
'	- Sistema de coordenadas rotado
1,2,3,4	- Ponto de referência na imagem
x'	- Componente x da linha no sistema rotado
y'	- Componente em y da linha no sistema rotado

### **Abreviações**

<b>FQD</b>	- Fratura por Queda de Ductilidade
<b>DDC</b>	- <i>Ductility Dip Cracking</i>
<b>TPL</b>	- Trincamento por presença de líquido
<b>MEV</b>	- Microscópio Eletrônico de Varredura
<b>STF</b>	- <i>Strain to Fracture</i> , deformação para fratura
<b>FM</b>	- <i>Filler Metal</i> , metal de aporte
<b>ZAC</b>	- Zona Afetada pelo Calor
<b>DTR</b>	- <i>Ductility Temperature Range</i>
<b>FTD</b>	- Faixa de Temperatura de Ductilidade
<b>BTR</b>	- <i>Brittle Temperature Range</i>
<b>FTF</b>	- Faixa de temperatura de fragilidade
<b>SGB</b>	- <i>Solidification grain boundary</i> , contorno de Grão de Solidificação
<b>SSGB</b>	- <i>Solidification sub-grain boundary</i> , sub-contorno de Grão de Solidificação
<b>MGB</b>	- <i>Migrated grain boundary</i> , contorno de Grão Migrado
<b>CSL</b>	- <i>Coincidence Site Lattice</i> , lugares de coincidência do reticulado
<b>SE</b>	- <i>Secondary Electron</i> , elétron secundário
<b>BSE</b>	- <i>Back Scatter Electron</i> , elétron retoespalhado
<b>DIC</b>	- <i>Digital Image Correlation</i> , correlação de imagens digitais.
<b>HT-SE</b>	- Detector baseado em elétrons secundários para alta temperatura
<b>HT-BSE</b>	- Detector baseado em elétrons retroespalhados para alta temperatura
<b>SAF</b>	- Sistema de aquecimento por fio
<b>B-B</b>	- <i>Beam-Blaker</i> , bloqueador de feixe
<b>ASF</b>	- Amplificador Sensitivo a Fase
<b>TIG</b>	- <i>Tungsten inert gas</i>
<b>EDS</b>	- Espectroscopia por dispersão de energia de raios x
<b>MOLR</b>	- Microscopia óptica por luz refletida
<b>FEG</b>	- <i>Field emission gun</i> , canhão por emissão de campo
<b>SGB</b>	- <i>Solidification grain boundary</i> , contorno de grão de solidificação
<b>SSGB</b>	- <i>Sub-solidification grain boundary</i> , sub-contorno de grão de solidificação
<b>MGB</b>	- <i>Migrated grain boundary</i> , contorno de grão migrado
<b>PVC</b>	- Poli cloreto de vinila
<b>CFC</b>	- <i>Cubic Face Centered</i> , cúbico de face centrada

### **Siglas**

<b>AWS</b>	- American Welding Society
<b>LNLS</b>	- Laboratório Nacional de Luz Síncrotron
<b>AWS</b>	- American Welding Society
<b>AISI</b>	- American Iron and Steel Institute

# Capítulo 1

## Introdução

Nos anos 70, apareceram diferentes ensaios mecânicos *in-situ* voltados a acompanhar e estudar o comportamento de um material durante o teste. Inicialmente, surgiram ensaios associados a microscópios óticos, mas logo apareceram relatos de ensaios ligados a microscópios eletrônicos, tanto de varredura como de transmissão. Este tipo de experimento, onde uma condição externa é aplicada ao material de interesse e a resposta do mesmo é acompanhada em tempo real, é conhecido como *in-situ*. No caso de ensaios mecânicos, a medida ou acompanhamento da resposta mecânica do material à condição de carga externa aplicada caracteriza um ensaio convencional. Porém, se além da resposta mecânica, por exemplo, a evolução da microestrutura é acompanhada durante a execução do ensaio mecânico em tempo real mediante o uso de um microscópio, caracteriza-se um teste ou ensaio *in-situ*.

O desenvolvimento de testes *in-situ* geralmente requer modificações nas condições do ensaio convencional e na infra-estrutura empregada, especialmente quando o teste envolve temperatura elevada o suficiente para causar degradação ou modificação da amostra e danos na infra-estrutura utilizada para o ensaio e acompanhamento. A principal vantagem do teste mecânico *in-situ* envolvendo microscopia é a possibilidade de obter imagens do fenômeno em tempo real e com resolução espacial compatível com a técnica de microscopia usada. Atualmente, diversos fenômenos relacionados a falhas de materiais são estudados empregando esta metodologia.

O fenômeno de fratura a alta temperatura de materiais estruturais, chamado de fratura por queda de ductilidade (FQD), tem chamado recentemente a atenção dos pesquisadores e engenheiros que trabalham na área de soldagem de ligas de Ni, pela recorrente aparição durante a fabricação e reparo de componentes de grande porte fabricados com estas ligas. A FQD, apesar

de ser um fenômeno identificado há muito tempo, não é completamente entendida e, portanto, a sua aparição durante a produção pode ser bastante difícil de evitar. A FQD é um fenômeno de fratura intergranular no estado sólido que ocorre em temperaturas intermédias e que acontece em diferentes sistemas como aços inoxidáveis, ligas de níquel, alumínio, cobre e titânio. Como o nome indica, a fratura ocorre em materiais susceptíveis devido a severa diminuição da ductilidade na faixa de temperatura homóloga entre 0,5 e 0,8. Isto somado à aplicação de esforços suficientes para exaurir a limitada ductilidade do material, em diversos casos termicamente induzidos, resulta no trincamento intergranular.

Portanto, a motivação do presente projeto de pesquisa é desenvolver um teste termomecânico *in-situ* no MEV que aporte novas informações referentes à perda de ductilidade a alta temperatura que resulta na FQD das ligas de Ni AWS A5.14 ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3, mais conhecidas como FM-52 e FM-82, respectivamente. Estas são empregadas como metal de adição na soldagem de ligas de Ni conhecidas como liga 690 e liga 600, respectivamente.

### **1.1. Justificativa**

O desempenho de uma estrutura não é garantido apenas pelas propriedades dos materiais, este depende em igual medida das modificações que as técnicas utilizadas na construção e montagem da mesma impõem aos seus materiais.

O efeito do processo de fabricação nas propriedades do material é claramente observado em estruturas soldadas construídas utilizando as ligas de Níquel 600 e 690, de uso comum em elementos submetidos a esforços em ambientes quimicamente agressivos em temperaturas de 760 até 860 °C (Donachie, 2002) as quais podem desenvolver uma significativa quantidade de trincas de soldagem devido ao fenômeno chamado de fratura por queda de ductilidade (FQD).

Nos anos recentes foi dada especial atenção à determinação e quantificação da susceptibilidade à FQD de algumas ligas metálicas, estimulados pelo recentemente desenvolvido ensaio de deformação-para-fratura (*Strain-to-Fracture* - STF). Este utiliza um simulador termomecânico, conhecido como *Gleeble*®, que reproduz, com admirável precisão, diferentes processos termomecânicos permitindo obter resultados quantitativos. O elevado custo deste tipo de equipamento e sua limitada disponibilidade em algumas empresas e centros de pesquisa no mundo acabam restringindo o uso do ensaio STF para o estudo da FQD. Estimulados pela dificuldade de acesso a essa avançada infra-estrutura de pesquisa, mas especialmente pelo

interesse de aprofundar no estudo fenomenológico da fratura por queda de ductilidade, e aproveitando as capacidades de profundidade de foco e resolução espacial oferecidas pela microscopia eletrônica de varredura, no presente projeto foi desenvolvido um experimento *in-situ* de deformação a alta temperatura no MEV, para estudar a relação entre microestrutura e tendência à fratura por queda de ductilidade (FQD), entre 700 e 1000 °C, das ligas de Ní ER-NiCr-3 e ER-NiCrFe-7.

O experimento *in-situ* proposto permite quantificar a suscetibilidade à FQD além de facilitar o acompanhamento na escala microscópica, mediante imagens digitais, da deformação e a fratura do corpo de prova, fornecendo informações até agora desconhecidas referentes ao mecanismo de deformação e fratura envolvidos na FQD.

## 1.2. Objetivos

O objetivo geral é o desenvolvimento, implementação e avaliação do teste termomecânico *in-situ* no microscópio eletrônico de varredura, para o estudo da susceptibilidade à fratura por queda de ductilidade nas ligas de Ni AWS A5.14 ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3.

Os objetivos específicos podem ser divididos em três partes:

1. Modificações no microscópio eletrônico.
  - Projetar e executar as modificações no MEV que permitam testes até 1000 °C.
  - Instalar e calibrar no MEV um detector para alta temperatura baseado em elétrons retroespalhados.
  - Testar e calibrar detector de elétrons secundários para alta temperatura desenvolvido no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS).
  - Projetar e implementar novo sistema de monitoramento infravermelho no MEV.
2. Implementação do ensaio termo-mecânico *in-situ* dentro do microscópio eletrônico de varredura.
  - Modificação e instalação de um sistema de deformação a alta temperatura.
  - Desenvolvimento de amostras que otimizem o desempenho do ensaio.
  - Realização de testes preliminares em câmara de vácuo e no MEV.

3. Validação do ensaio termomecânico *in-situ*.
  - Preparar amostras para o ensaio a partir das ligas comerciais ERNiCr-3 e ERNiCrFe-7.
  - Utilizar as amostras das ligas comerciais para validar o ensaio termo-mecânico *in-situ*.
  - Comparar os resultados do ensaio termomecânico *in-situ* com resultados disponíveis na literatura.

## **Capítulo 2**

### **Revisão Bibliográfica**

#### **2.1. Trincamento em Soldagem**

Os diversos fenômenos de trincamento associados aos processos de soldagem são classificados de diversas formas. A classificação mais comumente encontrada na literatura técnica e científica separa os fenômenos de trincamento de acordo com a faixa de temperatura na qual acontecem, da seguinte forma: trincamento a quente, a morno e a frio (Weite, 1999). O trincamento a quente está associado à presença de uma película líquida na microestrutura e ao mesmo tempo pode ser subdividido em trincamento por solidificação do metal de solda e por liquefação na zona afetada pelo calor (ZAC) ou no metal de solda. O trincamento a morno acontece no estado sólido, tanto durante a operação de soldagem quanto durante o tratamento pós-soldagem, na faixa entre as temperaturas de solidificação e a temperatura homóloga 0,5, onde estão incluídos os fenômenos de FQD, trincamento por re-aquecimento, deformação-envelhecimento e trincamento lamelar. Por último, o trincamento a frio ocorre perto da temperatura ambiente e é associado à presença de hidrogênio e mecanismos de fragilização induzidos por este elemento (Lippold, 2004).

Atualmente e como resultado da reconhecida importância da operação de soldagem na fabricação de bens de consumo e capital e a incremental complexidade que esta área técnica interdisciplinar foi adquirindo ao longo dos anos, uma nova propriedade foi atribuída aos materiais: a soldabilidade. O termo é usado para descrever uma variedade de características quando o material é soldado, que inclui: propriedades físicas e mecânicas da estrutura soldada, a facilidade para executar o processo, a tendência do material em trincar durante ou depois da soldagem ou no tratamento térmico, e a durabilidade da estrutura em condições ambientais durante o serviço (Lippold, 2004).

## 2.2. Fratura por Queda de Ductilidade - FQD

Apesar do fenômeno de FQD ser reportado na literatura científico-técnica desde 1912, os mecanismos envolvidos na FQD ainda não foram plenamente identificados (Capobianco, 2006). Um dos motivos para essa lacuna no conhecimento é a limitada reprodutibilidade das técnicas desenvolvidas para o estudo da FQD e a dificuldade para diferenciar a FQD de outros tipos de fratura (Collins, 2004, Ramirez, 2004).

A FQD é o fenômeno de fratura em estado sólido resultante da severa redução da ductilidade do material durante a sua deformação em temperaturas elevadas. É observado principalmente durante a soldagem, com elevado nível de restrição intrínseca (chapas grossas) ou extrínseca, de ligas com estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC), como alguns aços inoxidáveis e ligas de níquel e cobre (o fenômeno também tem sido reportado em ligas de Ti), com elevado tamanho de grão. O mecanismo proposto se baseia no esgotamento da ductilidade ao longo dos contornos de grão na faixa de temperaturas homologa de 0,5 a 0,8, resultando no escorregamento dos grãos, similar ao observado na fluência em temperaturas mais baixas. No caso da FQD, as temperaturas envolvidas e as taxas de deformação impostas ao material são maiores (Collins, 2003, Collins, 2003, Ramirez, 2002, Collins, 2003, Nissley, 2003, Ramirez, 2004). A Figura 1 mostra a variação da ductilidade em função da temperatura e a faixa de temperatura de queda de ductilidade (FTD ou DTR - *Ductility-drop Temperature Range*) e de faixa de temperatura de fratura frágil (FTF ou BTR - *Brittle Temperature Range*).

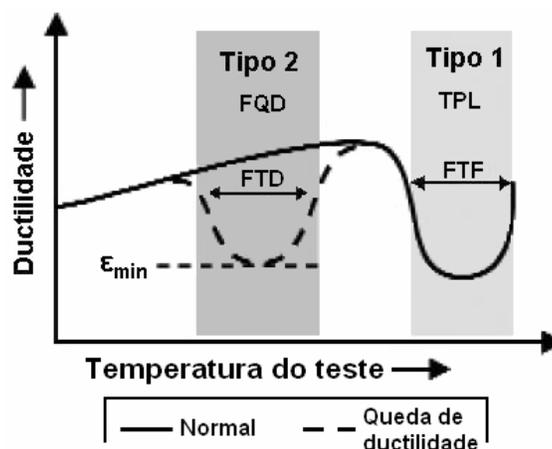


Figura 1. Esquema que ilustra as faixas de temperatura onde acontecem os fenômenos de fratura por queda de ductilidade (FQD) e trincamento por presença de líquido (TPL) (Nissley, 2004).

Diferentes fatores são reportados como responsáveis pela susceptibilidade dos materiais à FQD: composição química do metal de solda, impurezas e elementos intersticiais, tamanho de grão, morfologia e distribuição dos precipitados, migração e bloqueio dos contornos de grão, segregação, orientação macroscópica dos contornos de grão em relação à direção do esforço aplicado e à dinâmica da recristalização (Collins,2003, Collins, 2003, Ramirez, 2006, Ramirez, 2005). A seguir são discutidos alguns destes fatores:

- Composição química: determina a microestrutura e as transformações de fase, fundamentais na resposta do material quando deformado em temperaturas intermediárias, como é o caso da FQD. As impurezas como hidrogênio, enxofre e fósforo tendem a reduzir a ductilidade do material a alta temperatura (Ramirez, 2004) .
- Elementos de liga formadores de precipitados: na liga Invar, o Nb muda a microestrutura do metal de solda de celular para dendrítico (Kazutishi, 2001), enquanto nos aços inoxidáveis e ligas de níquel promove a formação de carbonetos eutéticos de nióbio (NbC). O titânio é forte formador de nitretos e carbonetos do tipo Ti(C,N) e junto com o Nb formam compostos eutéticos do tipo (TiNb)(CN) (Ramirez, 2006). O carbono permite a geração de carbonetos e dependendo da relação C/Nb determina a formação de carbonetos de nióbio e da fase Laves (DuPont, 1999).
- Microestrutura: as ligas alvo desta pesquisa, apresentam uma estrutura cristalina CFC com estrutura de solidificação típica de soldagem, colunar ou colunar dendrítica, com presença de diferentes precipitados do tipo (Ti)(CN) e  $M_{23}C_6$  na liga ER- ERNiCrFe-7 e tipo (NbTi)C no ERNiCr-3, os quais têm uma grande influência na susceptibilidade à FQD (Ramirez, 2004).
- Contornos de grão: o formato dos contornos de grão é considerado um fator microestrutural de extrema importância pela sua relação direta com o nível de ductilidade do material a alta temperatura (Ramirez, 2006). Os contornos de grão em uma estrutura bruta de fusão podem ser classificados como contornos de grão de solidificação (*Solidification Grain Boundary - SGB*), sub-contornos de grão de solidificação (*Sub-solidification Grain Boundary - SSGB*) e contornos de grão migrados (*Migrated Grain Boundary - MGB*), como mostrado na Figura 2. Além da morfologia, a cristalografia ou desorientação dos contornos, determinada pela coincidência de pontos do reticulado (*Coincidence Site Lattice - CSL*), também é importante, pois determina a energia associada ao contorno e poderia ter alguma influência na

susceptibilidade à FQD do material (Dave, 2004).

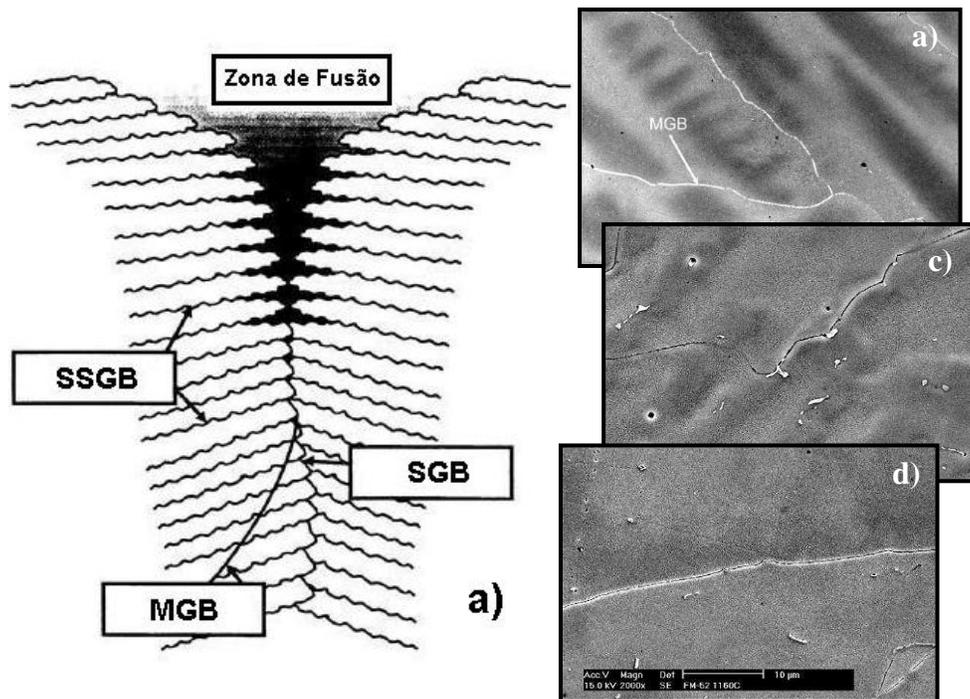


Figura 2. Diferentes tipos de contornos de grão: a) esquema dos tipos de contornos de grão, b) MGB na liga ERNiCrFe-7 cortando uma dendrita, c) MGB torta na liga ERNiCr-3 e d) MGB relativamente reta no ERNiCrFe-7 (Collins, 2003).

- Tamanho de grão: este parâmetro depende fortemente da velocidade de soldagem e da estrutura cristalina do material. A redução do tamanho de grão resulta em uma menor concentração de deformação ao longo dos contornos e ao redor dos pontos triplos, com o que a resistência à FQD é melhorada (Figura 3.a).
- Precipitados: as partículas de segunda fase melhoram a resistência à FQD se o tamanho, distribuição e quantidade são adequadas, mas precisam estar presentes na microestrutura a tempo de evitar migração dos SGB. Se os precipitados aparecem nos contornos de grão depois do seu deslocamento, a forma final dos contornos será plana com as partículas nela, atuando como obstáculos físicos restringindo escorregamento (Figura 3.b), mas ao mesmo tempo como concentradores de deformação que podem levar ao início de vazios e microtrincas. Se os precipitados estão na microestrutura antes da migração dos SGB, estes os bloqueiam mantendo e inclusive incrementando a tortuosidade dos MGB, resultando em uma microestrutura mais resistente à FQD (Figura 3.c).

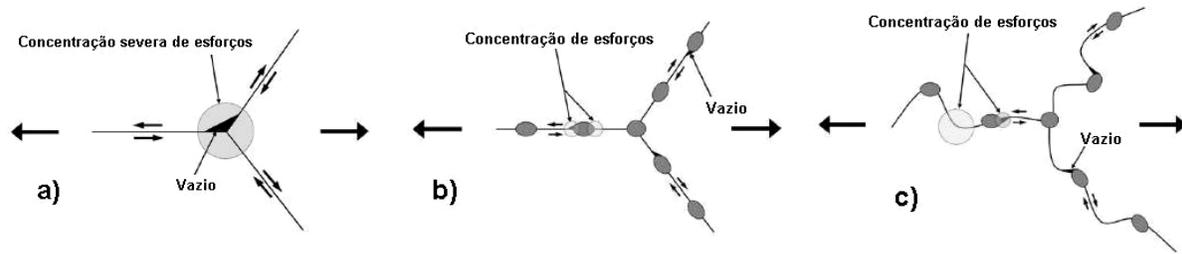


Figura 3. Esquema do efeito do contorno de grão no FQD a) contornos retos, b) partículas intergranulares bloqueando os contornos de grão retos e c) contornos ondulados e partículas intergranulares atuando contra o escorregamento (Ramirez, 2004).

- Orientação dos contornos de grão: a FQD geralmente inicia-se ao longo dos MGB orientados entre  $45^\circ$  e  $90^\circ$  com relação à direção da carga aplicada (Collins, 2003, Kikel, 1998).
- Recristalização dinâmica: no caso das ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 a FQD acontece na faixa de temperatura entre  $\sim 600^\circ\text{C}$  e  $\sim 1200^\circ\text{C}$ . O limite inferior desta faixa de temperatura está definido pelo início do escorregamento dos contornos de grão e o limite superior pelo início da recristalização dinâmica. O surgimento dos novos cristais durante a recristalização aniquila a deformação acumulada, inibindo o início do trincamento e a sua propagação (Collins, 2003, Ramirez, 2004).

### 2.3. Testes para o Estudo do FQD

Diferentes testes para quantificar a queda de ductilidade a alta temperatura foram desenvolvidos até agora, mas há três ensaios que merecem destaque: Varestraint, deformação no simulador termomecânico *Gleeble*® e deformação-para-fratura (*strain-to-fracture* - STF).

#### 2.3.1. Varestraint

O teste de deformação variável ou Varestraint (Figura 4) apresenta diferentes versões usadas principalmente para quantificar o fenômeno de trinca por solidificação e outros fenômenos de trincamento em temperaturas elevadas. Uma versão do Varestraint é o teste com duplo ponto de solda (*spot-on-spot*) (Kikel, 1998), que tem sido empregado na avaliação da susceptibilidade à FQD. Não obstante, este ensaio aplica condições de deformação muito severas e não permite a diferenciação das regiões FTD e BTR (ver Figura 1).

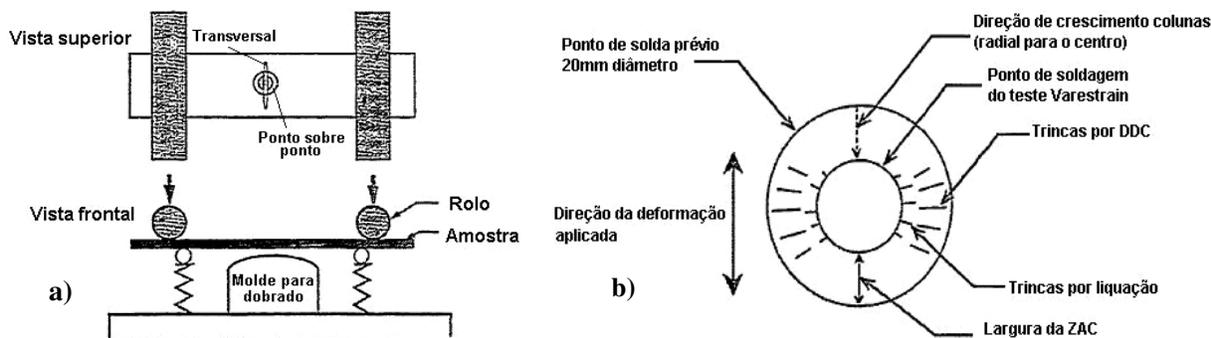


Figura 4. Ensaio Varestraint; a) esquema do teste universal Varestraint para ensaio transversal e ponto sobre ponto e b) ilustração das trincas por FQD obtidas pelo teste ponto sobre ponto (Kikel, 1998).

### 2.3.2. Deformação no Simulador Termomecânico *Gleeble*®

Como previamente apresentado, o simulador termomecânico *Gleeble*® (Figura 5) reproduz no laboratório o processamento termomecânico de materiais. O teste, que entrou em cena no ano de 1948, reflete os ciclos térmicos sofridos pela ZAC e as condições termomecânicas resultantes dos gradientes térmicos, as restrições e a contração no metal durante a soldagem (Mandziej, 2005).

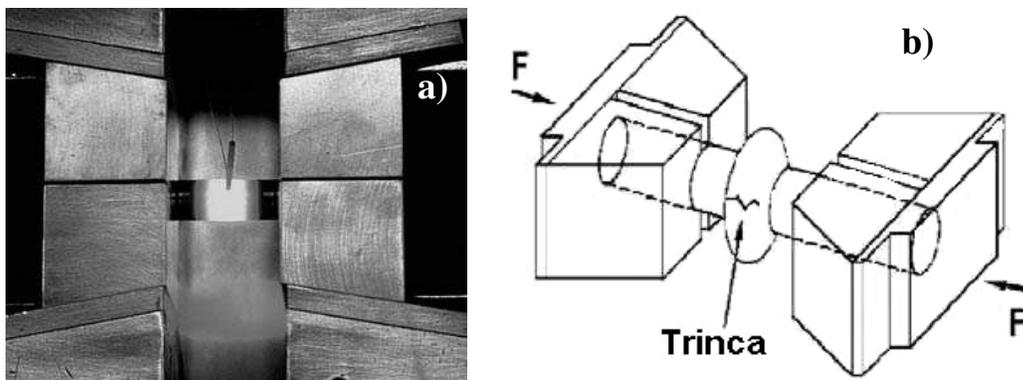


Figura 5. Simulador termomecânico; a) foto do *Gleeble* durante a simulação da ZAC numa mostra cilíndrica e b) esquema do teste SICO (*strain induced cracking opening*) mostrando trinca no corpo de prova (Mandziej, 2005).

### 2.3.3. Deformação-para-Fratura

O teste deformação-para-fratura (*strain-to-fracture* - STF) foi desenvolvido para permitir quantificar a susceptibilidade à FQD (Nissley, 2004). Este ensaio utiliza o simulador termomecânico *Gleeble*® e incorpora alguns aspectos do ensaio Varestraint para produzir um

teste com controle das variáveis, maior sensibilidade e reprodutibilidade. A Figura 6 apresenta esquemas das amostras utilizadas e do ciclo de temperatura, tempo e deformação seguidos durante este tipo de ensaio. As condições utilizadas para o teste são apresentadas na Tabela 1.

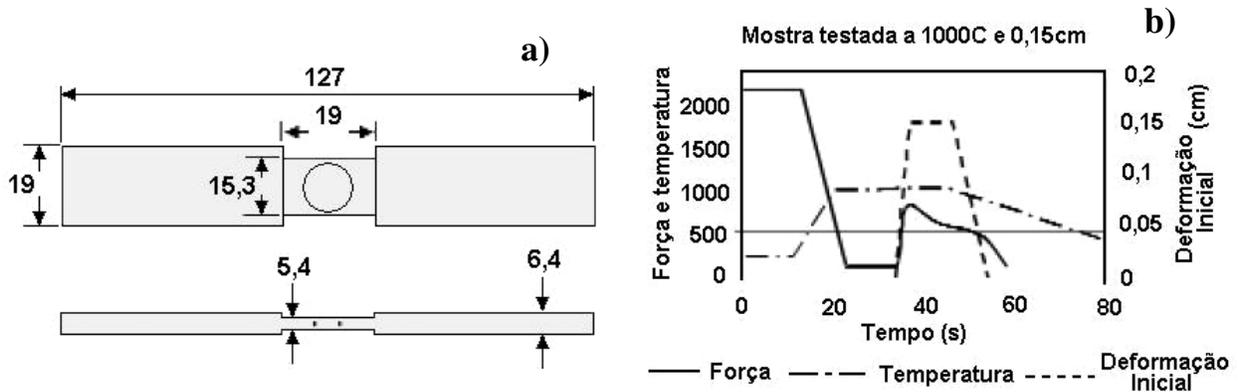


Figura 6. Teste STF; a) amostra padrão para o teste STF (medidas em mm) e b) esquema do ciclo de carga, temperatura e deformação inicial contra o tempo do teste (Nissley, 2004).

Tabela 1. Condições iniciais para o desenvolvimento do STF.

Variável	Grandeza
Temperatura do teste	600 - 1300 °C
Deformação (deslocamento)	0,5 - 7,5 mm
Taxa de aquecimento	100 °C/s
Taxa de deformação inicial (deslocamento)	0,6 mm/s
Tempo a alta temperatura	10 s antes e depois do deslocamento

A caracterização da susceptibilidade de um material à FQD a uma determinada temperatura requer que diversas amostras sejam testadas em uma mesma temperatura sob diferentes deformações, para determinar a deformação mínima para dar início ao trincamento. Para determinar a faixa de temperatura de queda de ductilidade (FTD) é necessário repetir este procedimento em diferentes temperaturas e desta forma, estabelecer curvas como as apresentadas na Figura 7. A partir destas curvas é extraída a deformação limite para o início da fratura ( $\epsilon_{Lim}$ ) e a FTD. Portanto, este teste permite quantificar e classificar os materiais de acordo a sua susceptibilidade à FQD, como mostra a Tabela 2.

Para um material ser considerado resistente à FQD, é sugerido que a FTD seja menor de 100 °C e  $\epsilon_{Lim}$  maior de 15% (Nissley, 2004).

Tabela 2. Resultados do teste STF para diferentes ligas.

Liga	FTD [°C]	$\epsilon_{\min}$ [%]
ERNiCrFe-7	625 - 1200	2,0
ERNiCr-3	625 - 1200	4,0
690	650 - 1250	2,5
310	675 - 1125	4,0

O ensaio STF é realizado utilizando uma taxa de deformação aproximadamente constante determinada a partir de testes com diferentes taxas de deformação, pois foi verificada a mudança do comportamento com a taxa de deformação. O mecanismo envolvido na deformação muda com o aumento da taxa de deformação, passando de escorregamento do contorno de grão para bandas de deformação (Ying, 2001).

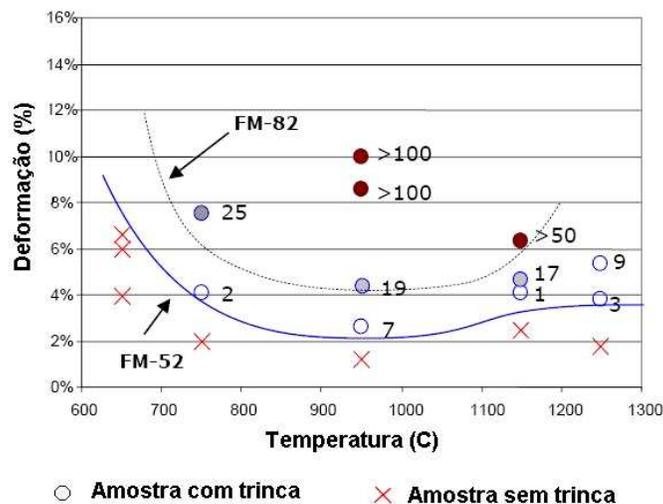


Figura 7. Curva de deformação contra temperatura para as ligas ERNiCrFe-7 (FM-52) e ERNiCr-3 (FM-82). O número ao lado do círculo corresponde à quantidade de trincas observadas (Nissley, 2006).

#### 2.4. Teste *in-situ*

Microscopia eletrônica *in-situ* significa fazer testes dentro do microscópio em tempo real, de forma que a evolução do sistema possa ser observada e medida. Para se considerar que um teste *in-situ* mostra o fenômeno estudado em tempo real, o registro no sistema de aquisição de imagens, neste caso do microscópio, deve ocorrer em uma escala de tempo menor que a do fenômeno estudado. Portanto, a velocidade do sistema de captura de imagens pode ser um limitante (Stach, 2005). O elevado poder computacional de que se dispõe hoje em dia permite o rápido processamento das imagens. Não obstante existe a limitante imposta pela relação

sinal/ruído do sistema de geração de imagens do MEV, que depende da eficiência do sistema de detecção, da corrente efetiva do feixe de elétrons e do tempo que o feixe fica em cada ponto (pixel) da imagem.

### 2.4.1. Microscópio Eletrônico de Varredura - MEV

O funcionamento do microscópio eletrônico de varredura se baseia na interação do feixe de elétrons com a amostra, o que gera diferentes sinais que contém informação da amostra em estudo (Figura 8).

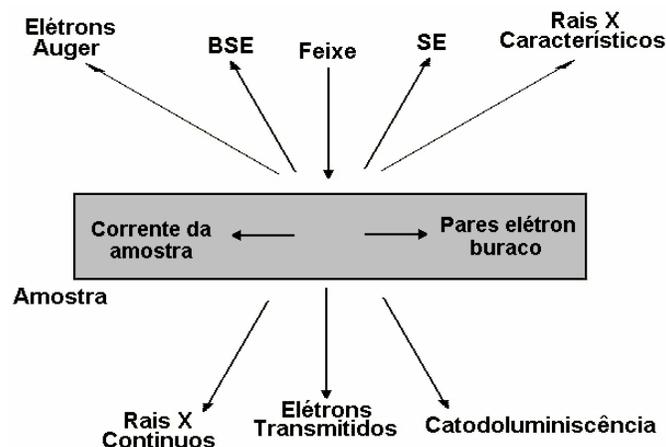


Figura 8. Diferentes sinais resultantes da interação do feixe de elétrons com a amostra (adaptado de Williams, 1996).

Os sinais mais comumente utilizados para construir imagens da amostra são os de elétrons secundários (SE) e retroespalhados (BSE). Os SE são resultado da interação inelástica dos elétrons do feixe incidente com os elétrons dos átomos da amostra. Geralmente têm energia entre 2 e 5 eV (mas podem chegar a 50 eV) e somente conseguem escapar da amostra para participarem no processo de formação da imagem aqueles gerados nas camadas superficiais, o que se reflete em uma excelente resolução espacial e marcada dependência da inclinação e relevo superficial da amostra. Os BSE são elétrons do feixe incidente que foram espalhados elasticamente a grandes ângulos pela sua interação coulombiana com os núcleos dos átomos da amostra, portanto estes elétrons têm energia quase-igual à dos elétrons do feixe incidente.

As características físicas de cada um destes sinais determinam o sistema de detecção utilizado. O detector para SE do tipo cintilador-fotomultiplicador é mostrado esquematicamente na Figura 9.a. O detector de SE coleta os elétrons gerados pela interação do feixe com a amostra

(elétrons  $SE_I$ ), e também, os gerados pelos BSE que interagem tanto com a amostra durante a sua saída da mesma (elétrons  $SE_{II}$ ), quanto com os componentes dentro da câmara do MEV (elétrons  $SE_{III}$ ). As duas últimas classes são consideradas ruído que degrada a imagem (Goldstein, 1992). O detector de BSE do tipo semiconductor é mostrado na Figura 9.b.

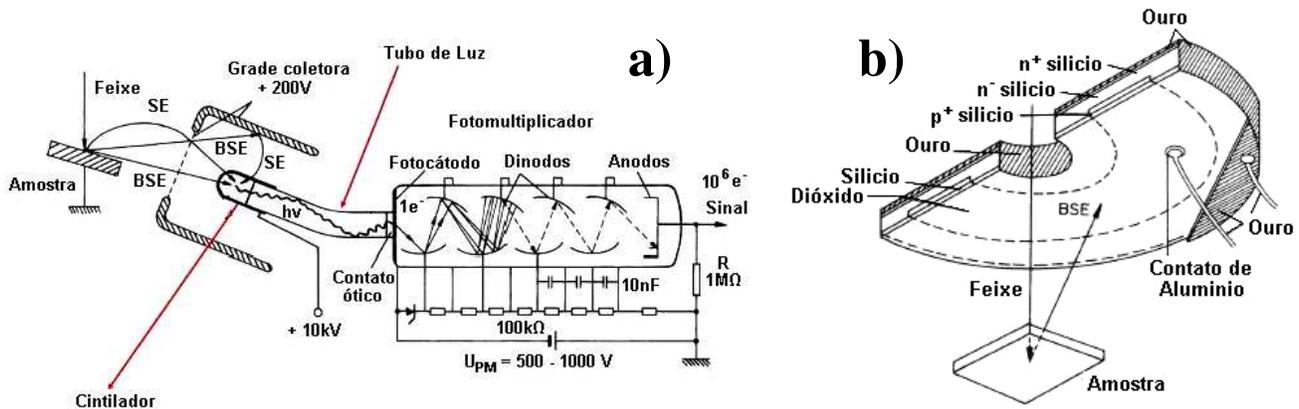


Figura 9. Detectores de elétrons utilizados no MEV; a) esquema do detector cintilador-fotomultiplicador Everhart-Thornley para elétrons secundários e b) esquema do detector semiconductor para elétrons retroespalhados (adaptado de Reimer, 1985).

#### 2.4.2. Teste de Deformação *in-situ*

Alguns pontos a serem considerados durante o planejamento de um experimento de deformação *in-situ* são a escala do teste, o tamanho e formato da amostra e o método a ser utilizado para medir grandezas como a deformação.

A escala no ensaio é fundamental já que as propriedades dos materiais em nível macroscópico não podem ser extrapoladas para os níveis microscópico ou nanoscópico (LaVan, 1999, Haque, 2002). Estão disponíveis dispositivos para deformação nas escalas microscópico e nanoscópico, mas muitas das pesquisas nesse campo estão voltadas ao projeto de dispositivos de deformação (Kinaev, 1999, Zhang, 2002, Zupan, 2001, Tong, 2005, Berfield, 2007).

Diversos formatos de amostras têm sido propostos e utilizados por diferentes autores, representando um ponto de partida para a escolha do tamanho e formato de corpo de prova a ser utilizado neste projeto (Lin, 1988, Hosseini, 2007, Andersson, 2004).

Finalmente, diferentes técnicas têm sido desenvolvidas e utilizadas para determinar a deformação da amostra, todas elas baseadas na medida de deslocamento em relação a uma

referência na instrumentação ou na superfície da amostra, para desta forma realizar posteriormente o cálculo da deformação (Franke, 1991, Vendroux, 1998, Liu, 1997, Kishimoto, 2000). A determinação da deformação a partir de análise de imagens requer basicamente três elementos: um sistema de pontos de referência na superfície da amostra, um sistema de processamento de imagens para medir o deslocamento de cada ponto e um algoritmo que calcule o campo de deformação a partir dos dados de deslocamento (Kinaev, 1999). Estes três elementos são descritos em detalhe a seguir:

- a. Como sistemas de referência macroscópico são empregados riscos, pontos de tinta e até furos (Xiao, 1997, Wu, 2001). No nível microscópico são empregadas micro ou nanopartículas uniformemente distribuídas, malha de pontos ou grade de linhas metálicas e características microestruturais da própria amostra (Kinaev, 1999, Peternella, 2007). O sistema de referência tem que satisfazer as seguintes condições: não deve mudar as propriedades mecânicas da amostra; deve aderir-se adequadamente à superfície da mesma; permitir a fácil diferenciação (contraste significativo com a amostra); e a quantidade de pontos de referência deve ser suficiente para permitir o adequado mapeamento (Kinaev, 1999). Dependendo o sistema de referência este pode mascarar a superfície da amostra fazendo impossível seguir a evolução do processo de deformação (Figura 10.c).

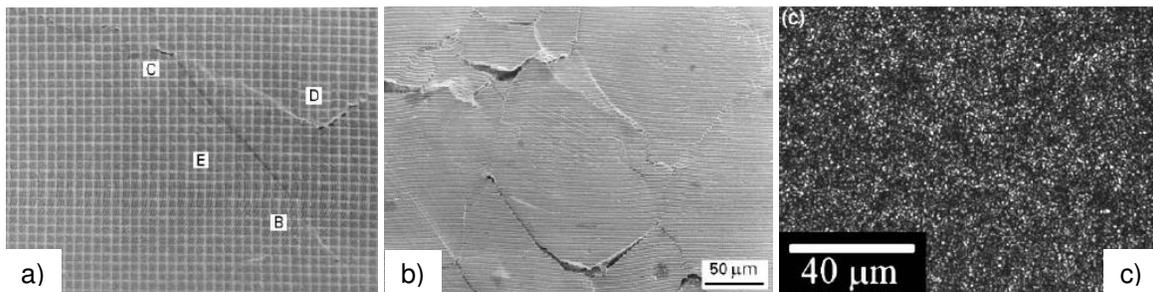


Figura 10. Amostras com diferentes sistemas de referência a) micro-grade construída a partir de litografia por feixe de elétrons, b) micro-faixas de moiré e c) nano partículas de sílica uniformemente distribuídas (Kishimoto, 1997, Berfield, 2007).

- b. O sistema de medida da deformação tem correspondência com a escala da medida. Medidas macro são realizadas empregando diversos sistemas como instrumentos de medida de comprimento como extensômetros ou até métodos óticos (Kishimoto, 2000, Xiao, 1997). Medidas na escala micro utilizam técnicas óticas adaptadas como o caso das faixas de moiré com medida por interferometria de raios laser, e análise de imagens com correlação digital de imagens (DIC) (Vendroux, 1998, Kishimoto, 2000, Lagattu, 2006).

c. Finalmente, o cálculo da deformação é realizado a partir dos resultados obtidos do deslocamento do sistema de referência. A forma mais conhecida é a deformação de engenharia  $\epsilon = \Delta L/L$ . Alternativas mais elaboradas empregam algoritmos de cálculo baseado em derivadas parciais do deslocamento com relação às coordenadas em cada ponto de referência e interpolação cúbica (Franke, 1991, Lyons, 1996, Lu, 2000). Os resultados obtidos pelas técnicas citadas são a deformação ( $\epsilon$ ), em nível macroscópico e microscópico, e mapas de deformação e vetores de deslocamento em sistemas mais precisos (Figura 11).

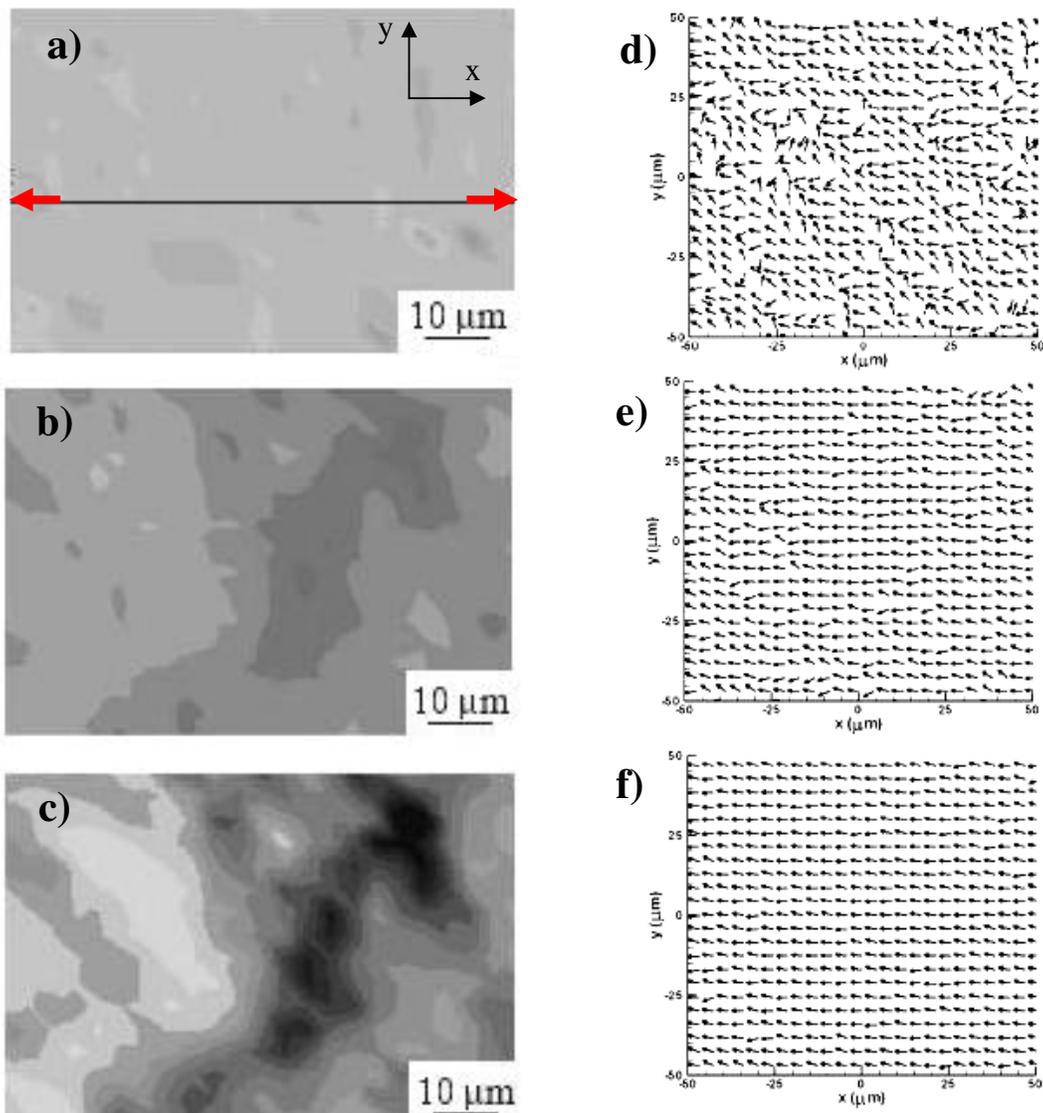


Figura 11. Mapas de deformação obtidas por DIC do Ti-6Al-4V para cargas a) 500 MPa, b) 940 MPa e c) 945 MPa, com o grau de deformação representado em tons de cinza (Lagattu, 2006). Mapas com vetores de deslocamento para deformações na direção x de e) 16 nm, f) 40 nm e f) 76 nm (Berfield, 2007).

### 2.4.3. Teste de Deformação *in-situ* a Alta Temperatura

Diversos experimentos envolvendo ensaios de deformação *in-situ* nos microscópios eletrônicos tanto de varredura quanto de transmissão têm sido reportados na literatura. Na maioria dos casos os testes foram conduzidos na faixa de 25 a 600 °C, em poucos casos entre 600 e 1000 °C, mas em nenhum dos experimentos reportados foram realizados testes de deformação acima dos 1000 °C. Os motivos pelos quais experimentos de microscopia eletrônica de varredura *in-situ* envolvendo deformação a temperaturas acima dos 1000 °C não são encontrados na literatura são os seguintes:

- d. Dificuldades experimentais associados às temperaturas elevadas: queda da relação sinal/ruído (*s/r*), aumento da potência emitida pela amostra aquecida, deterioro da resolução espacial do MEV, decomposição da amostra e geração de gases, aquecimento da amostra em condições de vácuo e aumento da temperatura na câmara de vácuo do microscópio (Gregori, 2002). Não obstante, têm sido reportados ensaios de corrosão no MEV até 1150 °C (Erhart, 1984).
- e. Problemas de compatibilidade da instrumentação utilizada no experimento: manutenção do nível de vácuo e espaço reduzido dentro da câmara do MEV, isolamento elétrico e interferência eletromagnética.
- f. Dificuldades associadas ao processo de deformação: queda da carga, escorregamento da amostra, deslocamento da região sob observação e definição da taxa de deformação.

Dois desafios que merecem destaque são a queda na relação *s/r* e o aumento da potência irradiada pela amostra aquecida.

A emissão espontânea de elétrons pelo fenômeno conhecido como emissão termoiônica depende da temperatura do material, como descrito pela lei de Richardson (Equação 1). Portanto, o aumento de temperatura leva ao incremento na quantidade de elétrons emitidos por toda a região aquecida, tanto da amostra como do sistema de aquecimento, resultando na deterioração da relação *s/r* no sinal captado pelos detectores de elétrons.

De forma geral, o tratamento do ruído gerado pela amostra aquecida no MEV é realizado antes do sinal ser coletado e processado pelo detector, aproveitando a baixa energia dos elétrons emitidos por um corpo aquecido (emissão termiônica). Existem diversos detectores de média e

alta complexidade para alta temperatura que empregam este princípio (Figura 12).

$$J_C = BT^2 e^{\left(\frac{-\phi_w}{kT}\right)} \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

$J_C$ : densidade de corrente [ $\text{Am}^{-2}$ ]  
 $B$ : constante do material emissor [ $\text{Am}^{-2}\text{K}^{-2}$ ]  
 $T$ : temperatura do corpo [K]  
 $\phi_w$ : função de trabalho [eV]  
 $K$ : constante de Boltzmann [eVK<sup>-1</sup>]

Ao contrário destes, um detector de elétrons secundários para alta temperatura desenvolvido no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) capta o sinal junto com todo o ruído resultante da amostra aquecida e o processa eletronicamente antes de gerar a imagem de elétrons secundários (Ramirez, 2007).

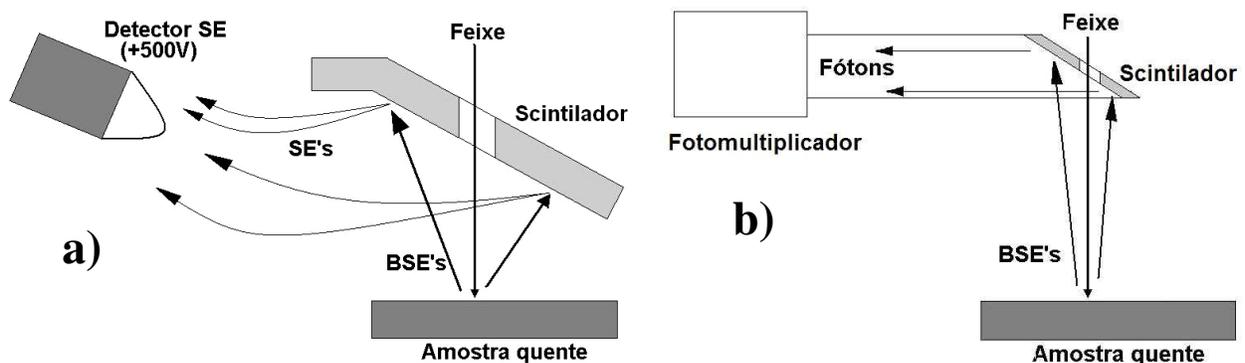


Figura 12. Detecção de elétrons para amostras aquecidas a) por conversão de BSE em elétrons secundários (Fielden, 2004) e b) por conversão de BSE em fótons.

Por outro lado, a potência irradiada por um corpo a uma determinada temperatura é descrita pela lei de Stefan-Boltzmann (Equação 2).

Isto significa que o aumento de temperatura da amostra requer do incremento significativo da potência depositada na mesma. No caso da amostra ser aquecida por efeito joule (por passagem de corrente na própria amostra ou elemento aquecedor) a corrente necessária para manter o corpo de prova a alta temperatura torna-se bastante elevada, implicando no aumento do campo eletromagnético irradiado pelo sistema de aquecimento, perturbando o funcionamento do microscópio e dos sistemas de detecção. Também com o aumento de temperatura da amostra

aumentam os riscos de dano aos componentes do microscópio através do aquecimento por radiação emitida pela amostra, especialmente no caso de componentes sensíveis ao aquecimento ou com limitada condutividade térmica ou de alguma forma isolados termicamente.

$$P = cA_s qT^4 \quad \text{Equação 2}$$

Onde:

P: potência irradiada [W]

q: constante de emissividade

T: temperatura do corpo [K]

c: constante  $5,669 \times 10^{-8}$  [W/m<sup>2</sup>K<sup>4</sup>]

A<sub>s</sub>: área superficial do objeto [m<sup>2</sup>]

Outros problemas causados pela temperatura elevada, a limitada compatibilidade da instrumentação envolvida e pelo sistema de deformação mecânica foram identificados durante a montagem e realização dos experimentos deste projeto e serão descritos na seção 3.5.1.

## Capítulo 3

### Materiais, Métodos e Desenvolvimento de Instrumentação

#### 3.1. Materiais

Neste projeto foram usados três tipos de materiais: o aço inoxidável AISI 316L e as ligas de níquel AWS A5.14. ER-NiCrFe-7 (FM-52) e ER-NiCr-3 (FM-82) com as seguintes características:

- O aço inoxidável AISI 316L no formato de chapa laminada com 0,5 mm de espessura e microestrutura completamente austenítica foi utilizado para preparar as amostras dos testes de escolha do formato da amostra e comissionamento<sup>1</sup> do ensaio termomecânico *in-situ*.
- As ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 são fornecidas na forma de arame de soldagem para o processo de soldagem a arco com eletrodo de tungstênio (*Tungsten Inner Gas* - TIG) de 1,2 mm de diâmetro, com a composição química mostrada na Tabela 3.

Tabela 3. Composição química [%p] das ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3.

Liga	Elemento de Liga [%p]											
	C	Mn	Fe	Si	Cu	Ni	Cr	Al	Ti	Co	Mo	Nb
<b>ERNiCrFe-7 (FM-52)</b>	0,027	0,25	10,08	0,13	0,01	59,12	29,13	0,71	0,51	0,07	0,01	0,01
<b>ERNiCr-3 (FM-82)</b>	0,040	3,0	0,54	0,16	0,02	73,6	19,44	-	0,38	-	-	2,62

---

<sup>1</sup> Conjunto de técnicas e procedimentos de engenharia aplicados de forma integrada a um instrumento, unidade ou planta industrial, visando torná-la operacional, dentro dos requisitos de desempenho especificados em projeto.

### 3.2. Preparação das Amostras

As amostras usadas nesta pesquisa foram de dois tipos: as amostras utilizadas na caracterização microestrutural e as amostras utilizadas nos testes termomecânicos *in-situ*. As primeiras correspondem às ligas de níquel depois da conformação e soldagem e as últimas incluem amostras cortadas com feixe laser a partir de chapa comercial de aço inoxidável AISI 316L utilizadas para o comissionamento do ensaio termomecânico *in-situ* e de chapas laminadas das ligas de níquel ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 utilizadas para o estudo da FQD. O procedimento de preparação das amostras é descrito na Tabela 4.

Tabela 4. Diferentes processos envolvidos na preparação das amostras para caracterização microestrutural e ensaio termomecânico *in-situ*.

Tipo de amostra	Tipo de preparação	
	AISI 316L	Ligas de Níquel
Caracterização microestrutural		Fusão, laminação, recozido, soldagem, lixamento, polimento, ataque eletrolítico
Ensaio <i>in-situ</i>	Corte a laser, soldagem, polimento, lixamento, ataque eletrolítico	Fusão, laminação, recozido, corte a laser, soldagem, lixamento, polimento, ataque eletrolítico

#### 3.2.1. Preparação de Amostras para Caracterização Microestrutural

A preparação metalográfica das amostras tanto para a caracterização microestrutural quanto para os testes *in-situ* seguiram o mesmo protocolo: as amostras são extraídas das respectivas chapas (ver seção a 3.2.2) utilizando corte com feixe laser, limpas com acetona, lixadas empregando lixas de granulometria 200, 400, 600 e 1000 mesh, e posteriormente polidas mecanicamente numa politriz usando pasta de diamante de 1  $\mu\text{m}$ . A seguir as amostras foram atacadas utilizando o eletrólito e parâmetros descritos na Tabela 5 e finalmente lavadas e secas como descrito anteriormente.

Tabela 5. Descrição dos parâmetros e reagentes empregados para o ataque eletrolítico do aço inoxidável austenítico e as ligas de níquel estudadas.

	<b>AISI 316L</b>	<b>ERNiCrFe-7</b>	<b>ERNiCr-3</b>
<b>Reagente</b>	40 %v ácido nítrico 60 %v água deionizada	10 %p ácido crômico 90 %p água deionizada	
<b>Tensão [V]</b>	2,0	2,5	
<b>Tempo [s]</b>	120 - 180	25	55

Nota: %v – porcentagem em volume  
%p – porcentagem em peso

### 3.2.2. Preparação das Amostras para o Ensaio Termomecânico *in-situ*

Como descrito na seção anterior, o aço inoxidável AISI 316L foi obtido em formato de chapa com 0,5 mm de espessura, no entanto as chapas das ligas de níquel foram obtidas a partir do arame de soldagem. O processo total para obtenção dos corpos de prova é descrito a seguir.

- Fusão e laminação das amostras: os arames de soldagem foram fundidos em um forno de arco para materiais de alto ponto de fusão. Foram obtidos lingotes posteriormente conformados em um laminador elétrico em diversas etapas, com tratamentos térmicos de recozimento intermediários. Para este tipo de ligas a literatura sugere tratamento de recozimento com 1 a 3 horas de duração na faixa de temperatura entre 980 e 1150 °C, seguido de resfriamento ao ar (Tillack, 1991). Porém, por motivos de disponibilidade de equipamentos e para minimizar a oxidação da amostra, os tratamentos intermediários foram realizados a 900 °C, por 4 horas, em um forno a vácuo, com resfriamento dentro do próprio forno. Uma vez obtidas as chapas, foram feitas medidas da composição química no MEV utilizando XEDS para determinar se os processos de fusão e laminação alteraram consideravelmente a composição química dos materiais. A seguir as amostras de tração foram cortadas com feixe laser conforme o formato escolhido na seção seguinte (seção 4.1).
- Seleção do formato do corpo de prova para o ensaio *in-situ*: o formato adequado de amostra foi definido após testar quatro tipos diferentes de amostras apresentados na Figura 20.a. Para cada tipo de amostra foram testados quatro corpos de prova com o intuito de determinar aquele que permita a concentração da deformação e fratura do corpo de prova o mais perto do centro da mesma. As amostras foram fabricadas de aço inoxidável AISI 316L e testadas fora do MEV, na plataforma de deformação a temperatura ambiente.

- Produção de estrutura de soldagem: a soldagem é realizada nas amostras a serem submetidas ao ensaio termomecânico *in-situ* para o estudo do fenômeno de FQD por dois motivos: o primeiro para obter uma microestrutura bruta de soldagem semelhante àquela presente nas construções soldadas utilizando os tipos de ligas supracitados, pois o fenômeno de FQD aparece durante o resfriamento depois da soldagem; o segundo para eliminar o efeito de orientação preferencial dos contornos de grão com relação à direção do carregamento, ao obter um padrão radial de grãos com estrutura colunar ou colunar dendrítica, com forte presença de contornos de grão migrados. Nas amostras das ligas de níquel, depois do corte laser, foi executado um ponto de soldagem no centro da amostra utilizando o processo de soldagem autôgeno *gas tungsten arc welding* (GTAW) empregando o equipamento de soldagem Miller® *Dynasty 300DX*. Os parâmetros de soldagem empregados no processo são mostrados na Tabela 6.

Tabela 6. Parâmetros de soldagem para obtenção de pontos de soldagem utilizando o processo GTAW nas amostras para o ensaio termomecânico *in-situ*.

Parâmetro	Material		
	AISI 316L	ERNiCrFe-7	ERNiCr-3
Tempo de arco [s]	5,0	3,0	5,0
Corrente [A]	20	45	40
Comprimento do arco [mm]	1,0	0,5	0,7

### 3.3. Caracterização Microestrutural

A caracterização microestrutural visa identificar as fases nas amostras de liga de Ni. As técnicas e equipamentos envolvidos nesta etapa são apresentados na Tabela 7.

Tabela 7. Técnicas e equipamentos utilizados para a caracterização microestrutural.

Técnica	Descrição do equipamento
Microscopia óptica (MO)	Microscópio Leica DMLP Sistema digital de aquisição e análise de imagens Pax-It
Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	JEOL JSM-5900LV - 3 nm resolução a 30 kV (SE) JEOL JSM-6330F - 1,5 nm resolução a 30 kV (SE) Imagem de SE, BSE Análise química por XEDS

Nota: SE - Elétrons secundários;  
BSE - Elétrons retroespalhados;  
XEDS - Espectroscopia de raios-X dispersiva em energia.

Os pontos de solda nas amostras de níquel foram estudados com detalhe usando MO, para

identificar a região com maior possibilidade de ocorrência de trincas e assim, definir o local a ser acompanhado durante o teste *in-situ*.

### 3.4. Desenvolvimento de Instrumentação

Nesta seção são descritos os equipamentos e as modificações realizadas nestes para permitir a implementação do ensaio termomecânico *in-situ* no MEV.

#### 3.4.1. Porta-amostra de Aquecimento

Foi projetado e construído um dispositivo denominado sistema de aquecimento por resistência (SAR). Este porta-amostra (Figura 13) foi desenvolvido para testar os detectores de elétrons para alta temperatura.

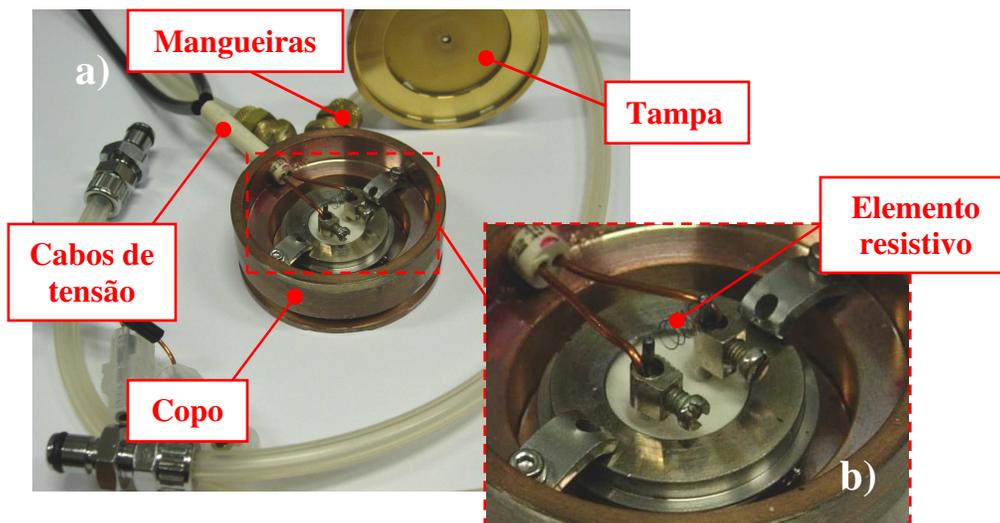


Figura 13. a) Sistema de aquecimento por resistência (SAR) para testes à alta temperatura dos diferentes detector, b) detalhe do sistema mostrando o sistema de fixação do fio.

#### 3.4.2. Plataforma de Deformação e Aquecimento

O dispositivo adquirido para realizar os ensaios *in-situ* dentro do MEV é uma plataforma de deformação a alta temperatura, fabricado por *ERNEST-FULLAM*® sob encomenda (ver Figura 14). O equipamento tem capacidade para aplicar carga de até 4000 N causando alongamento máximo de 25 mm, em corpos de prova planos com um mínimo 40 mm de comprimento e 3 mm de espessura máxima.

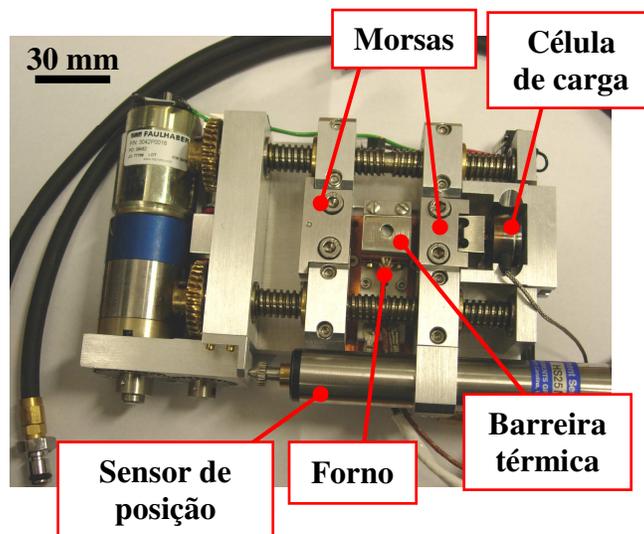


Figura 14. Plataforma de deformação e aquecimento.

Este equipamento requer da instalação de uma flange na câmara do MEV que permite a entrada da água de resfriamento, potência elétrica para o forno e os motores elétricos, e o passo dos sinais eletrônicos de controle e medida de deformação, carga e temperatura.

### 3.4.3. Detectores

Como parte deste projeto, foram instalados dois tipos de detectores para alta temperatura: um detector para alta temperatura baseado em elétrons retroespalhados (HT-BSE) e um detector para alta temperatura baseado em elétrons secundários (HT-SE).

O HT-BSE é um detector cuja tecnologia é baseada em elétrons retroespalhados para a separação do sinal e o ruído resultante da emissão termiônica de elétrons pela amostra aquecida. Este é similar ao mostrado na Figura 12.b e Figura 15. O detector empregado é o Gatan® catodoluminescência Pana-Mini CL (*Catodoluminescence imaging system*). Este sistema permite gerar imagens das amostras a alta temperatura ao transformar, por meio de um cintilador, os elétrons retroespalhados em fótons. Estes fótons passam por um filtro interferométrico que permite somente a passagem os fótons com comprimento de onda correspondente ao gerado pelo scintilador. Posteriormente, estes fótons são convertidos em elétrons em um foto-cátodo, na entrada do fotomultiplicador, o que permite amplificar o sinal que posteriormente alimenta o sistema de formação de imagem (placa de vídeo) do MEV e tela do computador onde a imagem é formada.

O dispositivo para detecção de elétrons secundários em amostras a alta temperatura, desenvolvido e patenteado pelo Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (Ramirez, 2007), utiliza um detector de elétrons secundários do tipo cintilador-fotomultiplicador, também chamado Everhart-Thornley, junto com um modulador de feixe e um amplificador com detecção sensível a fase para filtrar a componente de ruído no sinal registrado pelo detector.

A filtragem do ruído resultante da emissão termoiônica de elétrons pela amostra aquecida é feita da seguinte maneira: o feixe incidente de partículas carregadas (elétrons) é interrompido a uma frequência determinada por um gerador de sinal ligado um modulador de feixe, desta forma o sinal desejado, gerado pela interação do feixe com a amostra, tem a mesma frequência imposta pelo modulador do feixe. O detector de elétrons secundários convencional capta o sinal gerado pela interação do feixe com a amostra mais o sinal de elétrons emitidos por toda a amostra em alta temperatura (ruído). O sistema de filtragem permite melhorar consideravelmente a relação sinal/ruído e amplifica o sinal de interesse. Este sinal, filtrado e amplificado, passa em um sistema limitador de tensão para proteger a placa de vídeo do microscópio. Finalmente, o sinal de interesse, sem o ruído devido à temperatura elevada, é alimentado no sistema de geração de imagem do microscópio eletrônico de varredura (MEV).

A Figura 15 permite ver os diferentes equipamento descritos anteriormente instalados no interior da câmara do microscópio.

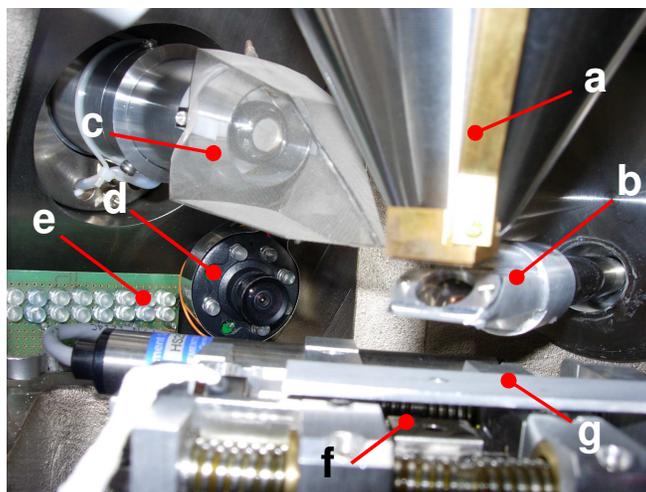


Figura 15. Plataforma de deformação instalada na câmara do MEV onde podem ser observados a) peça polar da lente objetiva do MEV, b) detector HT-BSE, c) detector SE, d) câmera infravermelha, e) painel de LEDs infravermelhos, f) barreira térmica e g) barreira térmica adicional.

Logo, ambos os detectores foram testados à temperatura ambiente para determinar qual deles gera imagens com melhores características. A seguir, o detector com melhor resposta é testado em temperatura elevada empregando o porta-amostra de aquecimento SAR descrito na seção 3.4.1. Finalmente, foi medida a resolução do detector selecionado e comparado com o sistema convencional de elétrons secundários. A técnica empregada para esta medida foi o método da borda, utilizando micro-esferas de látex de 5  $\mu\text{m}$  e 500 nm de diâmetro, depositadas em um substrato de sílica e cobertas por uma camada fina de ouro de 16 nm para minimizar os efeitos de carregamento. Foram obtidas seis imagens de diferentes partículas à temperatura ambiente com aumento de 90.000X. A partir de cada imagem foram feitas três medidas de resolução usando o software de análise de imagens *DIGITAL-Micrograph*.

#### 3.4.4. Deformação e Aquecimento *in-situ* no MEV

O conjunto dos diferentes instrumentos descritos neste capítulo constituem o experimento *in-situ* de deformação a alta temperatura no MEV. Os equipamentos empregados no teste de deformação são mostrados na Figura 16, e descritos a seguir:

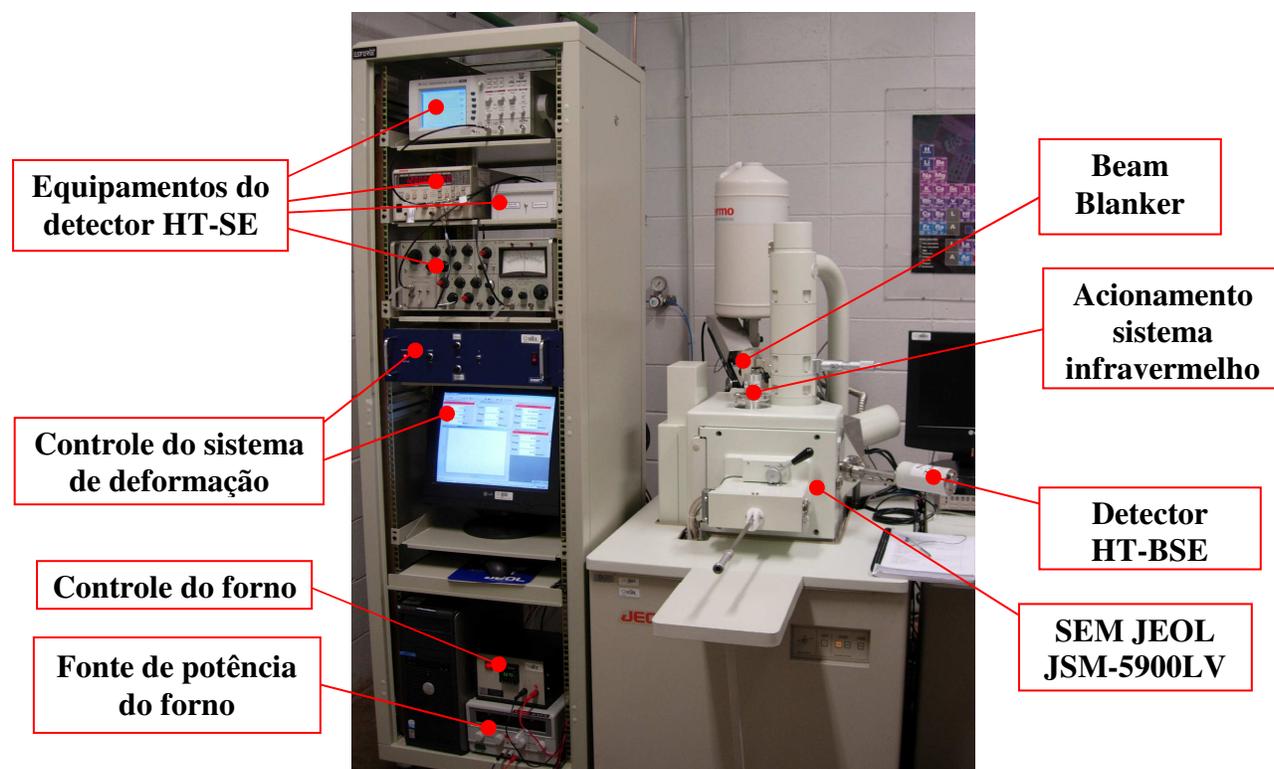


Figura 16. Equipamentos para o teste de deformação *in-situ* no MEV.

- Microscópio eletrônico de varredura de baixo vácuo JEOL JSM-5900LV, com resolução de 3 nm a 30 kv (imagem de SE).
- Sistema de monitoramento infravermelho composto por câmera CCD infravermelha, painel auxiliar de LEDs infravermelhos e chave de acionamento externo.
- Modulador de feixe de elétrons marca MAS, com acionamento com sinal de 3V e frequência máxima de operação de 1,0 MHz.
- Detector de elétrons retroespalhados para alta temperatura marca Gatan®.
- Detector de elétrons secundários (SE) para alta temperatura desenvolvido no LNLS. Patente pendente (Ramirez, 2007).
- Plataforma de deformação e aquecimento *ERNEST-FULLAM*® (Figura 14).
- Sistema de controle e registro de deformação Admet® MTESTWindows.
- Sistema de controle de temperatura *ERNEST-FULLAM*®.
- Fonte de potência Sorensen® LM 18-10.
- Banho térmico para a circulação de água.

### **3.5. Comissionamento**

#### **3.5.1. Testes Preliminares de Deformação e Aquecimento no MEV**

Foram realizados como parte do desenvolvimento e comissionamento da plataforma de deformação, visando avaliar o comportamento da instrumentação desenvolvida e a determinação de parâmetros para o ensaio termomecânico *in-situ*. Primeiramente foram realizados testes de deformação à temperatura ambiente, mudando diferentes parâmetros (Figura 17) como taxa de deformação ou carregamento. Durante os testes foi determinado o tempo de parada do ensaio para obter imagens com melhor resolução espacial onde a amostra é mantida em condições de deformação ou carga constante. Também foram executados testes de aquecimento em vácuo sem deformação para avaliar o comportamento do forno, a fonte de potência e o controlador. Finalmente foram efetuados ensaios de deformação a alta temperatura.

A partir desses ensaios foi possível realizar as mudanças necessárias na instrumentação e determinar os parâmetros adequados para os ensaios.

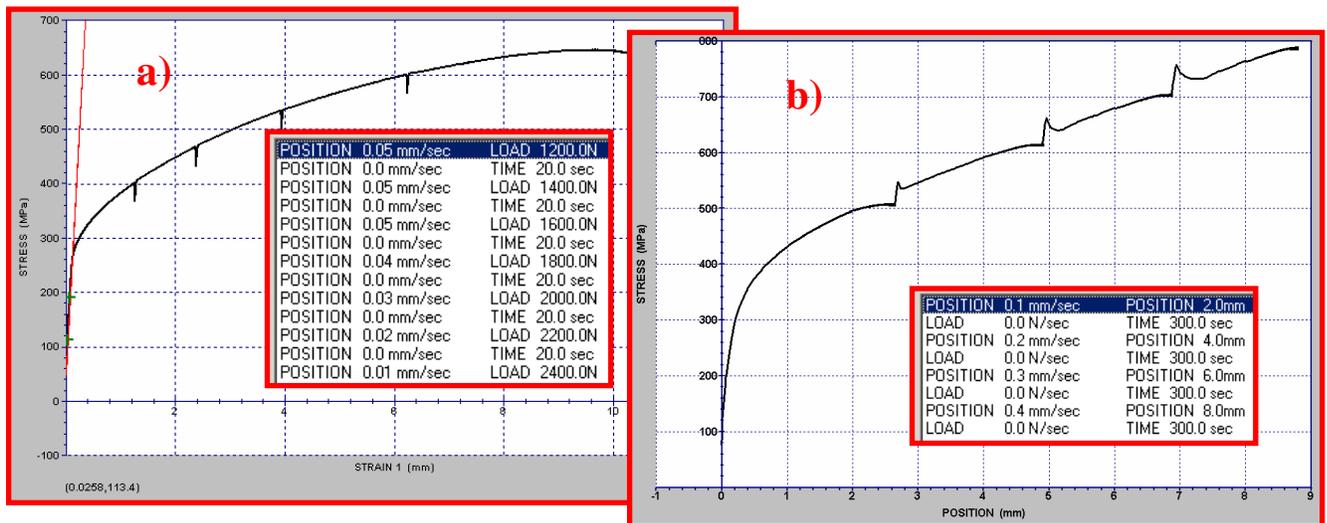


Figura 17. Formas de executar os testes com parâmetros de controle diferentes na hora da parada para fazer imagens: a) com parada por controle da posição e b) com parada com controle da carga.

### 3.5.2. Evolução de Pressão Dentro da Câmara do MEV

Uma vez instalada a plataforma de deformação junto com o forno dentro do microscópio eletrônico foi medido o efeito que esta tem na evolução da pressão na câmara. Esta verificação é importante para evitar danos ao microscópio e detectores, especialmente contaminação excessiva da câmara e coluna do MEV. Para isto empregou-se um medidor de pressão (vácuo) do tipo cátodo frio.

As medidas permitiam determinar o tempo mínimo necessário para o sistema de vácuo alcançar a pressão necessária de funcionamento. Com estes resultados foi possível definir um procedimento que permitisse preservar tanto a integridade do microscópio quanto do forno que compõe a plataforma de deformação.

### 3.5.3. Calibração da Temperatura

Foram executados testes para calibrar a medida de temperatura e garantir o correto aquecimento da amostra. Os primeiros ajustes foram realizados usando a montagem experimental mostrada na Figura 18.

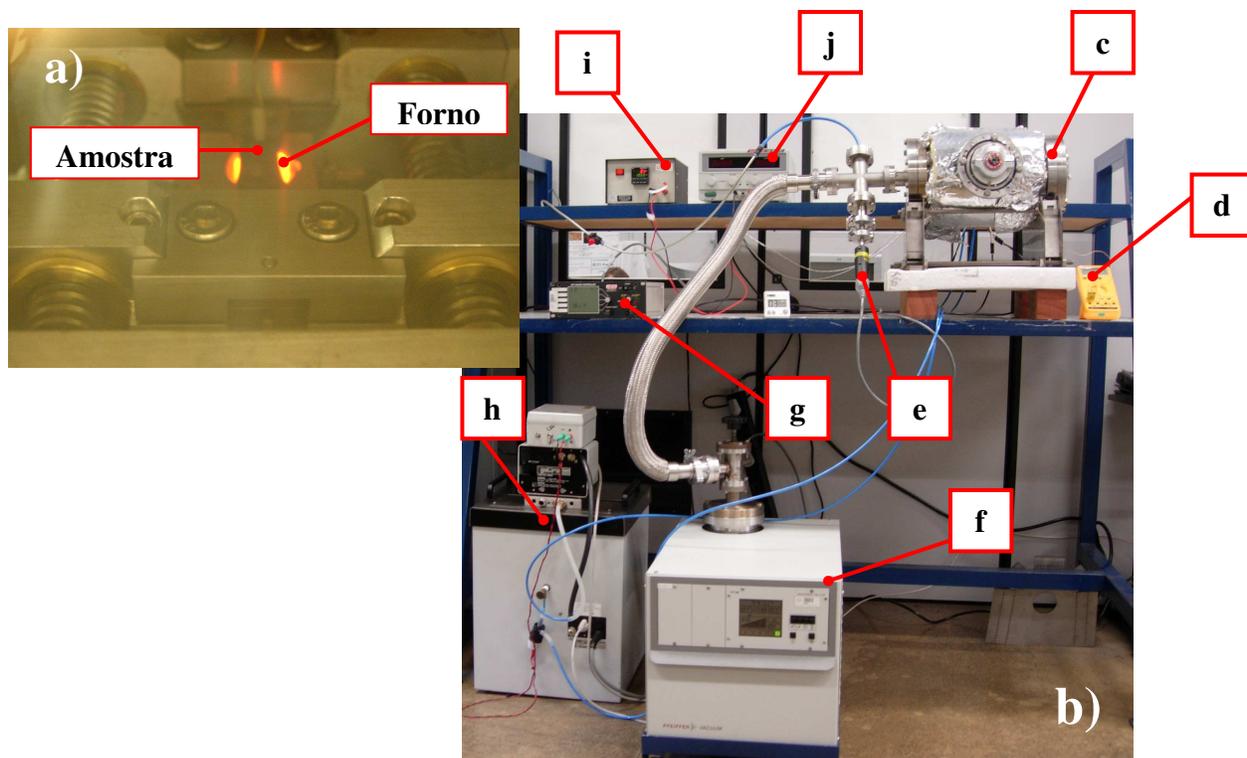


Figura 18. Testes de deformação e aquecimento na câmara de vácuo, fora do MEV; a) plataforma de deformação com forno aquecido e amostra em posição de ensaio e b) montagem experimental: c) câmara de vácuo, d) termopar na amostra, e) medidor de vácuo, f) bomba turbo molecular, g) leitor do nível de pressão, h) banho térmico, i) controle de temperatura e j) fonte de potência.

Alguns dos equipamentos usados neste experimento foram descritos em detalhe anteriormente. Outros equipamentos usados são:

- Conjunto de vácuo Turbo-Drag PFAIFFER® TCP 380.
- Sistema para medida de vácuo por cátodo frio Pirani®, com leitor MCS *Instrument* 937A.

Para verificar o aquecimento da amostra foi fixado um termopar tipo K na superfície. Isto permite a medida simultânea da temperatura pelos termopares no forno e na amostra.

Também foram realizados testes *in-situ* de fusão de elementos puros no MEV para desta forma refinar a calibração da temperatura da amostra. O teste foi realizado empregando o forno da plataforma de deformação e quatro elementos puros: alumínio, germânio, índio e estanho, sendo realizados dois testes para cada elemento.

### 3.5.4. Deformação a Temperatura Ambiente e Elevada

Para conseguir determinar os parâmetros do ensaio e superar as dificuldades intrínsecas ao experimento *in-situ*, foram realizados testes de deformação à temperatura ambiente e elevada no microscópio de varredura. Os parâmetros foram determinados a partir de ensaios utilizando as amostras de aço inoxidável AISI 316L. Porém, o refinamento dos parâmetros foi obtido usando amostras da liga ERNiCrFe-7. Os parâmetros do teste apresentados na Tabela 8 foram determinados visando:

- O menor tempo possível de aquecimento e permanência da amostra a alta temperatura.
- Taxas de deformação que permitissem obter imagens com adequada resolução temporal, mas sem chegar a interferir com o fenômeno metalúrgico estudado.
- Possibilitar a determinação da deformação crítica para o início da FQD e o intervalo de temperatura de queda de ductilidade

Outros parâmetros considerados estão relacionados às condições óticas de formação da imagem. Foi utilizada a maior abertura da lente objetiva do MEV e configuração das lentes condensadoras para maximizar a corrente na sonda (spot-size máximo), a máxima tensão de aceleração dos elétrons (30 kV) permitida pelo MEV para diminuir o efeito de campos magnéticos e/ou elétricos externos, contraste elevado nas imagens para facilitar a posterior análise digital das mesmas, e a máxima distância de trabalho para proteger a peça polar da lente objetiva do MEV e o detector de elétrons retroespalhados (junção p-n de Si) de possíveis danos causados pelo aquecimento por radiação.

Tabela 8. Parâmetros empregados no teste termomecânico *in-situ*.

Variável	Grandeza
Temperatura do teste	700 - 950 °C
Pré-carga	50 - 100 N
Carga	200 - 2500N
Taxa de deformação	0,05 mm/s
Tempo para obtenção de imagens	80 s
Fluxo de água	100 cm <sup>3</sup> /min
Tempo de aquecimento	5 min
Espessura da amostra	0,5 - 0,7 mm

### **3.6. Ensaio Termo-mecânico *in-situ* de Ligas de Ni no MEV**

Estes correspondem aos ensaios *in-situ* definitivos nas ligas de níquel ER-NiCr-3 e ER-NiCrFe-7, orientados ao estudo do FQD.

Foram empregados 15 corpos de prova da liga ERNiCrFe-7 e 11 da ERNiCr-3. Os ensaios foram realizados na faixa de temperatura entre 700 a 950 °C. Os parâmetros empregados nestes ensaios são apresentados na Tabela 8. O processo de deformação foi registrado digitalmente.

## Capítulo 4

### Resultados e Discussão

#### 4.1. Escolha do Formato Corpo de Prova de Tração para o Teste *in-situ*

Foram projetados e testados quatro diferentes formatos de corpo de prova mostrados na Figura 19. O projeto desses corpos de prova visa a concentração da deformação em uma pequena região da amostra de modo que seja possível observar e acompanhar o fenômeno de deformação e trincamento com maior intensidade e, desta forma, poder estudar os aspectos microestruturais envolvidos. Todos os formatos foram testados nas mesmas condições, sendo utilizadas quatro amostras para cada formato. As amostras foram marcadas considerando que após o ensaio fosse possível determinar a deformação em diferentes regiões da mesma e a distância final da fratura ao centro da amostra, na direção axial.

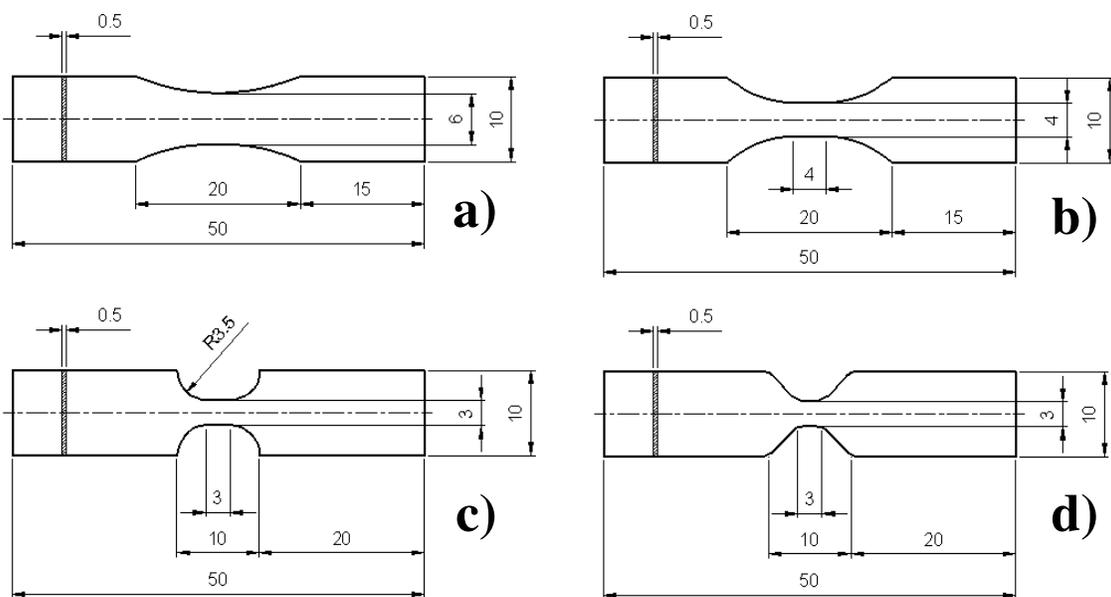


Figura 19. Formatos dos corpos de prova propostos: a) tipo 1, b) tipo 2, c) tipo 3 e d) tipo 4.

A Figura 20 mostra os resultados da distância do centro da amostra ao local da fratura para os diversos formatos de corpos de prova testados.

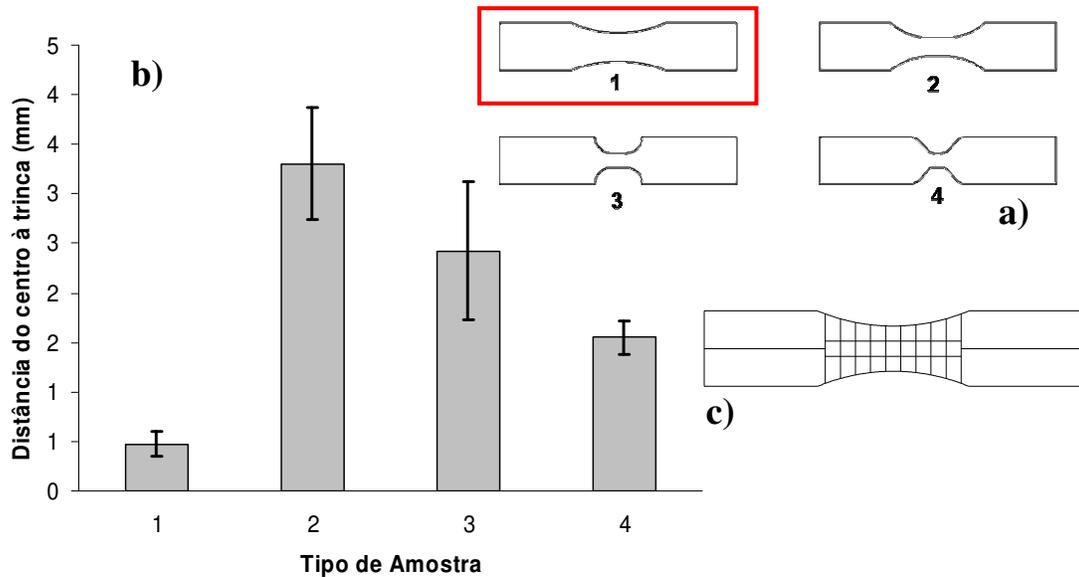


Figura 20. a) Formatos de corpos de prova testados, b) resultados do teste e c) amostra com marcas para alinhamento e medida. A amostra que aparece no quadro foi a que melhor resposta apresentou com uma fratura a 0,5 mm do centro.

O formato de amostra de tração que melhor resposta apresentou foi a do tipo 1, o qual além de fraturar a uma distância menor do centro,  $0,5 \pm 0,12$  mm, também apresentou o menor desvio padrão. Não obstante, dado que a seção transversal não é constante ao longo do comprimento neste tipo de amostra, não é possível medir diretamente a deformação macroscópica a partir do deslocamento das morsas da plataforma de deformação ou pelas marcas na superfície. Para este formato de amostra a deformação é heterogênea ao longo do pescoço, como mostra a Figura 21.c.

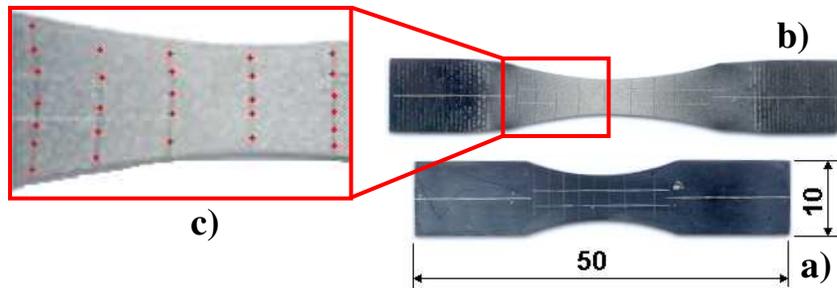


Figura 21. Deformação heterogênea ao longo do formato de amostra tipo 1. a) Amostra antes e b) após a deformação, c) detalhe mostrando as marcas curvas (ressaltadas pelos pontos vermelhos), evidencia da deformação heterogênea.

Portanto, se faz necessário o desenvolvimento de ferramentas que permitam a medida da deformação da amostra. Estas ferramentas foram desenvolvidas no mesmo grupo de pesquisa em trabalho paralelo (Peternella, 2007).

#### 4.2. Composição Química das Ligas de Ni Processadas

Após a fusão, laminação, recozimento e soldagem das amostras fabricadas a partir das ligas de Ni para o ensaio *in-situ*, verificou-se que não houve mudanças importantes na composição química das ligas durante este processamento, como mostra a Tabela 9. Porém, da comparação das composições químicas das ligas de Ni no estado como recebidas (arame de solda), apresentada na Tabela 3, com a composição nos diversos estágios do processamento, medida usando XEDS no MEV (medida semi-quantitativa) e mostrada na Tabela 9, revela pequenas mudanças na composição química. Estas podem ser atribuídas às diferenças nas técnicas de análise e ao fato das medidas realizadas por XEDS serem semi-quantitativas.

Tabela 9. Composição química das ligas de Ni ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 no estado como soldadas. Medida semi-quantitativa por XEDS no MEV.

Liga	Condição	%p						
		Ni	Cr	Fe	Mn	Ti	Al	Nb
ERNiCr-3	Arame	74,2	18,5	0,5	3,6	0,5	-	2,7
	Fundido	75,6	18,2	0,7	3,0	0,5	-	2,3
	Soldado	76,5	19,8	0,7	-	0,9	-	3,7
ERNiCrFe-7	Arame	57,0	30,5	10,4	0,3	0,7	1,3	-
	Fundido	57,4	30,8	10,1	0,2	0,6	1,0	-
	Soldado	56,8	31,2	10,2	-	0,6	1,2	-

#### 4.3. Caracterização Microestrutural

Após o corte das amostras de tração um ponto de solda é produzido no centro do corpo de prova para desta forma gerar uma estrutura bruta de soldagem e obter uma distribuição radial de contornos de grão de solidificação (SGB) e contornos de grão migrados (MGB). Devido ao estudo de FQD realizado mediante o teste *in-situ* se concentrar nas microestruturas brutas de soldagem, sua caracterização microscópica e macroscópica é apresentada a seguir.

A Figura 22 mostra a estrutura macro do ponto de soldagem e os detalhes microestruturais de diversas regiões. Para fins do estudo do fenômeno de FQD, o ponto de solda foi dividido em três regiões: centro, banda crítica e borda, onde o formato dos contornos de grão varia como resposta às mudanças nas condições de solidificação em estas três regiões:

- No centro (Figura 22.a) os grãos observados aparecem equiaxiais com contorno irregular, pois nesta região a frente de solidificação, colunar para a liga ERNiCrFe-7 e colunar dendrítica para a ERNiCr-3, cresce em direção do observador, corta a superfície do ponto de solda e, portanto, corta transversalmente as colunas, aparecendo equiaxiais.
- Na banda crítica (Figura 22.b) os grãos aparecem alongados e estão orientados radialmente devido às condições de extração de calor. A estrutura de solidificação nesta região é típica de uma frente de solidificação colunar ou colunar dendrítica, sendo estas cortadas ao longo do seu eixo.
- Na borda do ponto de soldagem (Figura 22.c), região adjacente à ZAC, os grãos também são alongados, mas como a nucleação ocorre a partir dos grãos da ZAC, o crescimento competitivo dos grãos não depende tanto da direção do fluxo de calor e sim da orientação do grão a partir do qual está crescendo a estrutura.

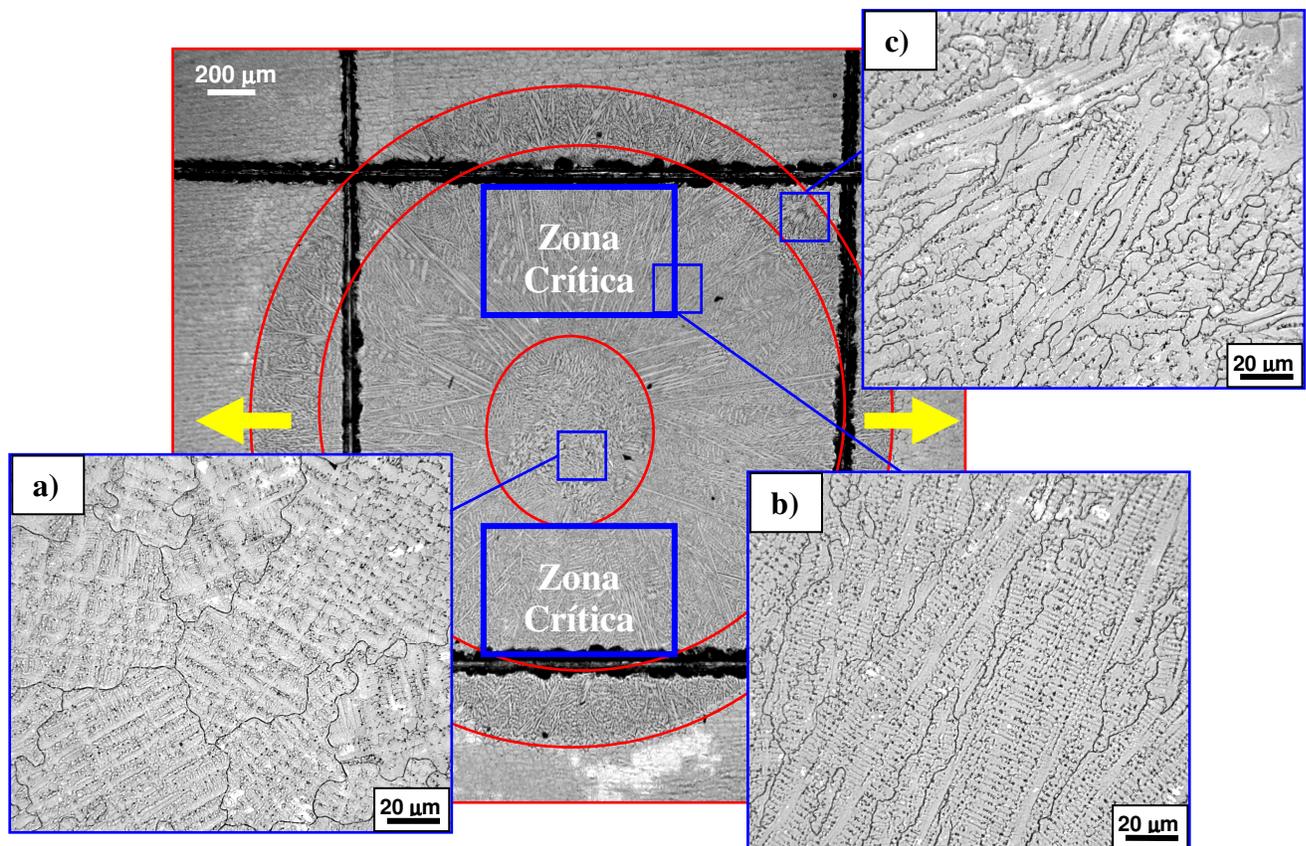


Figura 22. Macro e micrografias obtidas por MO do ponto de solda na liga ERNiCr-3 mostrando diferentes regiões: a) centro do ponto, b) banda crítica e c) borda do ponto.

De modo geral, a microestrutura em ambas as ligas pode ser definida como uma matriz

austenítica com microestrutura bruta de solidificação, onde a segregação de Nb na liga ERNiCr-3 aumenta o super-resfriamento constitucional do líquido resultando em crescimento colunar dendrítico, enquanto no caso da liga ERNiCrFe-7 a ausência de segregação de Nb resulta em crescimento colunar (Figura 23).

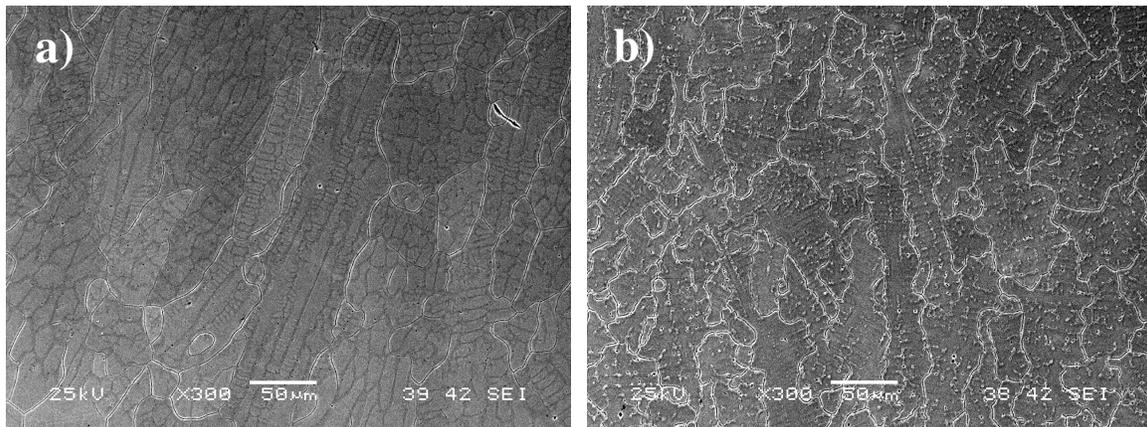


Figura 23. Mecanismos de crescimento da matriz durante o resfriamento da solda. a) Crescimento colunar no ERNiCrFe-7 e b) crescimento colunar dendrítico na liga ERNiCr-3.

De igual forma, empregando MEV junto com XEDS, foi possível identificar a presença de precipitados na matriz de grãos auteníticos. No caso do arame da liga ERNiCrFe-7 foram encontrados precipitados inter-dendríticos pequenos identificados como  $(TiCr)(CN)$ , enquanto para a ERNiCr-3 foram identificadas grandes precipitados, também entre os ramos dendríticos, do tipo  $(NbTi)(CN)$ , como mostra a Figura 24, sendo maior a quantidade de precipitados na liga ERNiCr-3 que os observados na liga ERNiCrFe-7. Isto é explicado pelo conteúdo de Nb da primeira, que resulta em grande quantidade de precipitados eutéticos do tipo  $(NbTi)(CN)$  (Ramirez, 2004, Ramirez, 2004).

A quantidade significativamente maior de precipitados inter-dendríticos na microestrutura da liga ERNiCr-3 ao compará-los com a liga ERNiCrFe-7 se reflete diretamente no formato dos MGBs, sendo mais ondulados na liga ERNiCr-3 (Figura 25.a) que no caso da liga ERNiCrFe-7 (Figura 25.b).

A quantidade muito pequena de precipitados na liga ERNiCrFe-7 resulta na migração facilitada dos contornos de grão de solidificação. A isto é somado o crescimento colunar durante a solidificação, que resulta em contornos de grão de solidificação (SGB) menos ondulados. A microestrutura final deste material apresenta contornos de grão migrados (MGB) menos

ondulado, causando o aumento da susceptibilidade à FQD da liga ERNiCrFe-7. Estes MBG com caráter menos ondulado são evidentes na banda crítica da liga ERNiCrFe-7, dando o nome a essa região.

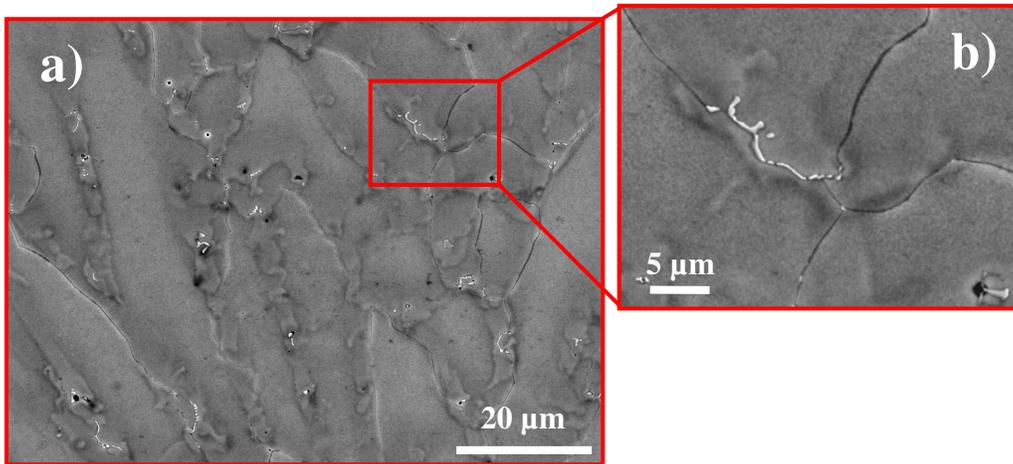


Figura 24. Microestrutura bruta de fusão na liga ERNiCr-3: a) evidencia de crescimento colunar dendrítico da matriz, b) resalta os precipitados inter-dendríticos ricos em Nb. Imagens de MEV (SE).

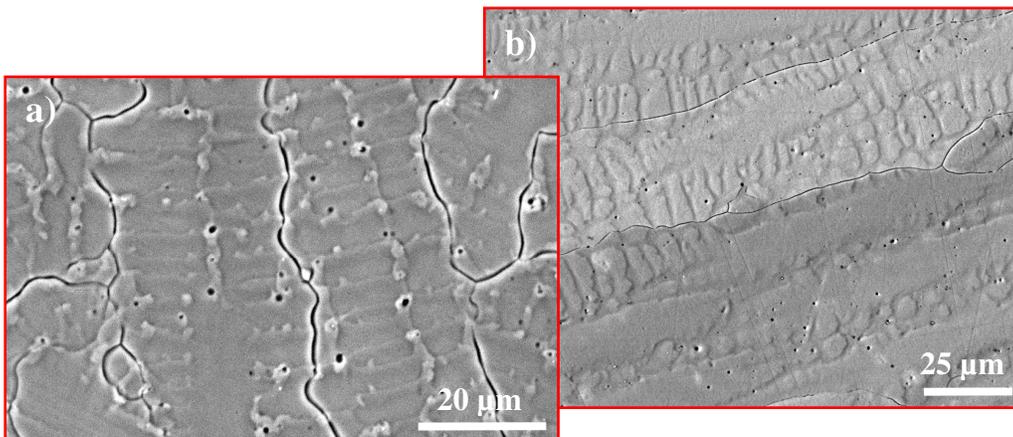


Figura 25. Detalhe dos MGBs na Zona crítica; a) MGBs ondulados na liga ERNiCr-3, b) MGBs lisos na liga ERNiCrFe-7. Imagens de MEV (SE).

Com isto e considerando que não é possível observar concomitantemente o detalhe do comportamento do contorno de grão e o grão como um todo durante o teste *in-situ* no MEV, e que a FQD se inicia preferencialmente ao longo dos grãos orientados entre 45° e 90° com relação à carga aplicada, pode-se considerar que a região de interesse para o estudo do fenômeno de FQD durante a deformação são as regiões na banda crítica localizadas a 90° da linha de tração denominadas zona crítica (Figura 22).

O estudo microestrutural das ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 após a soldagem necessária para a preparação das amostras para o ensaio termomecânico *in-situ* permitiu estabelecer que as microestruturas presentes nas amostras fabricadas a partir das ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 neste projeto, correspondem as mesma estruturas reportadas por (Collins,2003, Ramirez, 2002, Nissley, 2003, Ramirez, 2004), durante o estudo do fenômeno de queda de ductilidade por STF. Logo, a comparação dos resultados obtidos no ensaio termomecânico *in-situ* com o previamente reportado da literatura de STF é possível devido as semelhança das microestruturas e composições químicas.

#### **4.4. Comissionamento do Experimento *in-situ***

Durante esta etapa foram realizados os testes para identificação dos problemas, o acoplamento e teste dos diferentes sistemas que compõem o ensaio termomecânico *in-situ*, quais sejam: montagem e comisionamento dos detectores para alta temperatura, instalação da plataforma de deformação, testes preliminares de deformação, testes de compatibilidade de vácuo e os testes de comissionamento do forno e sistema de medida de temperatura na câmara de vácuo fora do MEV. Durante esta etapa do trabalho foram enfrentados e superados diversos desafios técnicos envolvendo a compatibilidade entre os diversos equipamentos e as modificações necessárias, tanto nos procedimentos, como nos equipamentos para permitir realizar os testes planejados. Como é de se esperar no desenvolvimento de instrumentação de pesquisa sofisticada como a aqui desenvolvida, algumas das dificuldades encontradas não são citadas na literatura e só foram identificadas durante o desenvolvimento do trabalho. A maioria destes desafios foi superada mediante modificações físicas na instrumentação e mudanças nos procedimentos durante os testes preliminares tanto na câmara de vácuo fora do MEV (sistema mostrado na Figura 18) como dentro do MEV.

##### **4.4.1. Testes Preliminares de Deformação e Aquecimento no MEV**

Durante a realização dos ensaios preliminares foram identificados diversos desafios associados a um teste de deformação à alta temperatura *in-situ*. Estes podem ser reunidos em três grupos, sendo estes relacionados com a temperatura elevada, com a compatibilidade entre os equipamentos e com o próprio teste de deformação *in-situ*, a Tabela 10 descreve estes desafios.

Tabela 10. Desafios envolvidos na execução de testes termomecânicos *in-situ* no MEV, ações e/ou testes realizados para superá-los.

<b>Desafios do ensaio <i>in-situ</i></b>	<b>Ação ou Teste</b>
Compatibilidade de vácuo	Evolução da pressão
Medida de temperatura	Calibração da medida de temperatura
Aquecimento da amostra em vácuo	Fusão de elementos puros
Deslocamento da região observada	Deformação a temperatura ambiente e elevada
Compatibilidade elétrica	
Operação simultânea de diversos equipamentos	
Definição de parâmetros do teste <i>in-situ</i>	

#### 4.4.2. Evolução da Pressão Dentro da Câmera do MEV

Devido aos conhecidos desafios de compatibilidade entre os equipamentos, especialmente o sistema de vácuo do MEV e a plataforma de deformação, alguns testes de compatibilidade de vacuum foram realizados. Desta forma se minimizaram os riscos de dano ao sistema de vácuo do MEV, à câmara de vácuo do MEV, aos detectores de elétrons e raios-X e qualquer outra instrumentação localizada na câmara de vácuo do MEV, cujo correto funcionamento e/ou integridade possa ser afetado pelo aumento da pressão em esta câmara. A Figura 26 mostra a evolução com o tempo da pressão dentro da câmara do MEV com e sem presença da plataforma dentro da referida câmara, utilizando um medidor do tipo catodo frio.

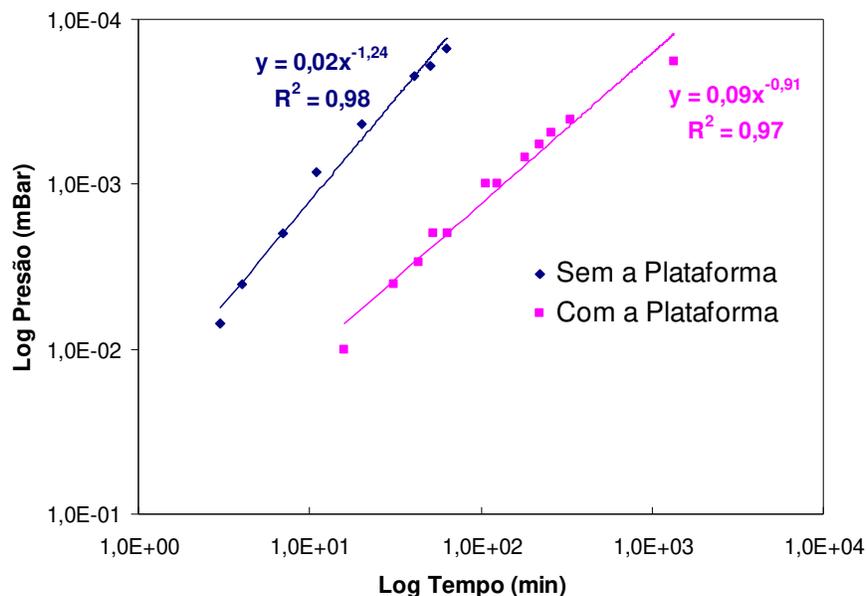


Figura 26. Evolução da pressão com o tempo dentro do MEV com e sem a presença da plataforma de deformação dentro da câmara.

Estes resultados mostram claramente o aumento necessário no tempo de bombeamento da câmara do MEV quando a plataforma de deformação esta dentro da câmara. A pressão máxima na câmara indicada para o correto funcionamento do MEV JEOL JSM 5900LV é de 0,001 mBar (0,1 Pa), a qual é atingida sem plataforma de deformação após 12 min, mas com a plataforma de deformação este tempo aumenta significativamente passando para 135 min, o que significa que são necessárias ~2,5 horas de espera para atingir a pressão de trabalho, depois de instalar a plataforma dentro da câmara do MEV.

#### 4.4.3. Seleção do Detector

O desempenho dos detectores foi testado inicialmente à temperatura ambiente utilizando uma amostra marcada com pontos de ouro aplicados mediante fotolitografia. Na Figura 27 são apresentadas imagens obtidas com três diferentes detectores: SE, HT-BSE e HT-SE.

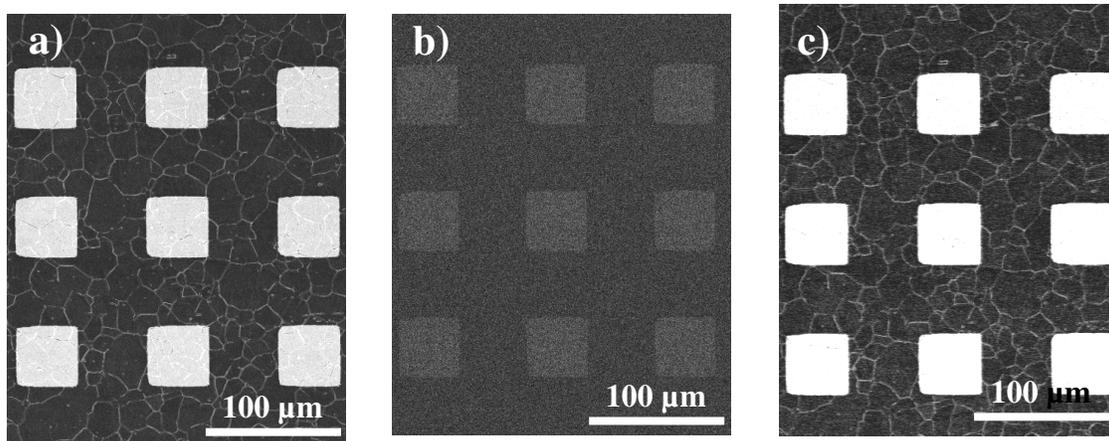


Figura 27. Imagens de amostras de aço inoxidável 316L a temperatura ambiente com diferentes detectores: a) detector de SE convencional, b) detector HT-BSE e c) detector HT-SE. Imagens de MEV.

O desempenho do detector SE convencional com amostras à temperatura ambiente (Figura 27.a) é superior ao dos outros dois detectores para alta temperatura HT-BSE (Figura 27.b) e HT-SE (Figura 27.c). Contudo, o desempenho do detector desenvolvido no LNLS (HT-SE) é superior ao do detector comercial (HT-BSE). Este último apresenta um contraste tanto químico como topográfico significativamente menor que o HT-SE.

Uma vez estabelecido o desempenho superior do detector HT-SE, foram conduzidos testes

a alta temperatura utilizando o porta-amostra de aquecimento da Figura 13, projetado e construído para este fim. A Figura 28 mostra imagens da resistência de tungstênio obtidas com os detectores SE e HT-SE. A imagem mostrada na Figura 28.a do fio à temperatura ambiente (25 °C) foi obtida utilizando o detector SE convencional. Já a Figura 28.b apresenta a imagem a 1250 °C obtida com o detector SE convencional, na parte superior da imagem, e com o detector HT-SE, na parte inferior da imagem. A comparação das imagens mostra a degradação da imagem em alta temperatura devido ao aumento na quantidade de elétrons emitidos pela amostra aquecida. Já a imagem obtida com o HT-SE, a alta temperatura, revela detalhes morfológicos da amostra, mas as a imagem aparecem borrada, semelhante ao efeito de astigmatismo.

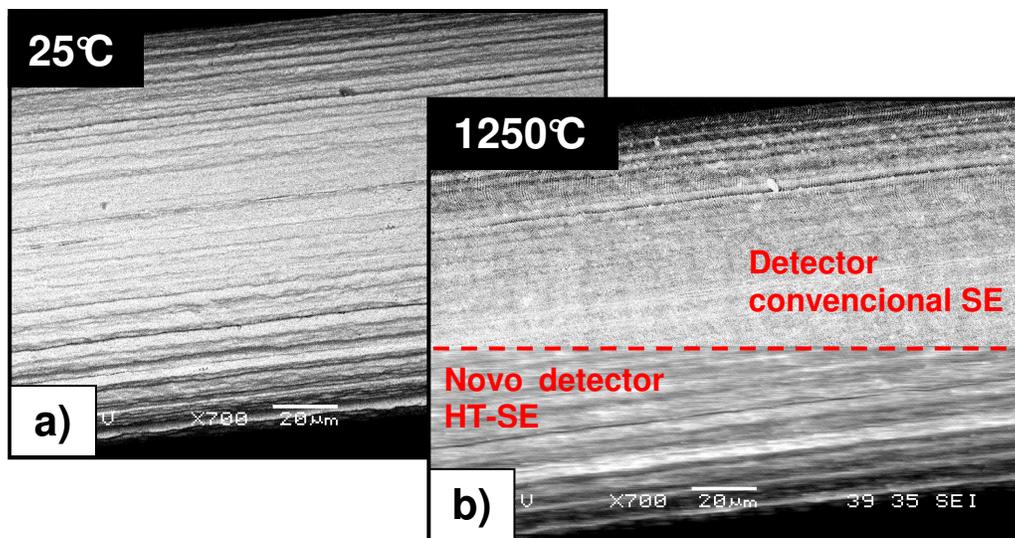


Figura 28. Fio de tungstênio em porta-amostra de aquecimento: a) amostra a 25°C, imagem obtida com o detector de SE convencional; b) amostra a 1250 °C, imagem obtida com os detectores SE na parte superior e HT-SE na parte inferior. Imagens de MEV.

Finalmente, foi medida a resolução das imagens obtidas com os detectores SE convencional e HT-SE utilizando o método da borda em esferas de látex de 5 µm, à temperatura ambiente com tensão 15 kV no MEV. A Figura 29 mostra as imagens das bordas da esfera obtidas com os detectores SE (Figura 29.a) e HT-SE (Figura 29.b). Ao lado direito de cada imagem é mostrada, como exemplo, o perfil de intensidade medido ao longo da borda (integra 50 pixels ao longo da interface). O critério utilizado para definir a resolução foi distancia ao longo da qual se tem uma queda de intensidade de 75% para 25%. Desta forma, a resolução medida foi de  $11 \pm 4,5$  nm e  $12 \pm 4,8$  nm (intervalo de confiança de 95%) para os detectores SE e HT-SE, respectivamente.

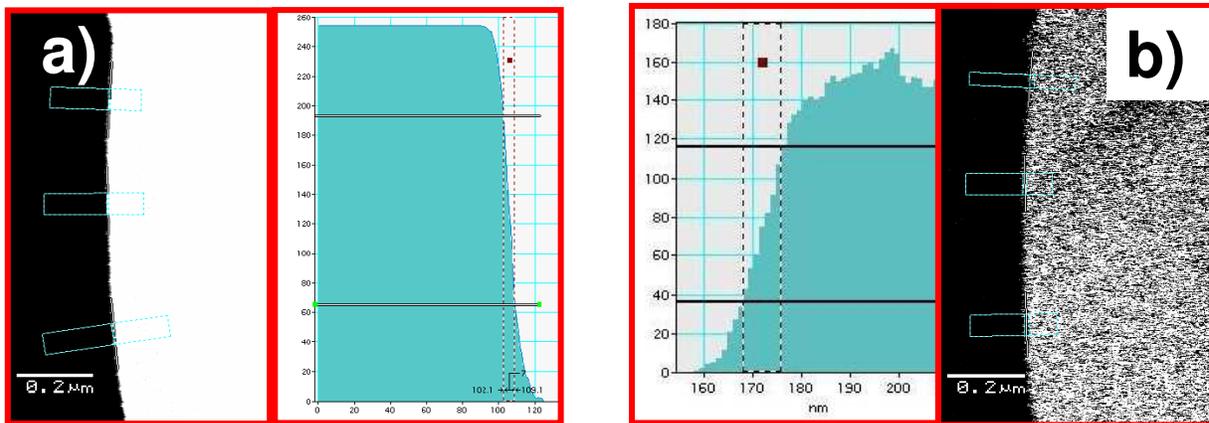


Figura 29. Imagem de borda de esfera de látex de  $\sim 5 \mu\text{m}$  de diâmetro e perfil de intensidade ao longo da interface (integração de 50 pixels ao longo da interface) com o detector SE e b) com o detector HT-SE. Imagens de MEV a 15 kV.

O microscópio utilizado, JEOL JSM 5900LV, em condições ideais de funcionamento, tem uma resolução de 3 nm a 30 kV (elétrons secundários). Portanto, o resultado do teste de resolução aqui apresentado não é comparável com a resolução reportada pelo fabricante já que as imagens aqui utilizadas foram obtidas utilizando uma tensão de aceleração menor (15 kV) para reduzir o carregamento da amostra.

A partir das observações em diversos ensaios realizados a temperaturas entre 600 e 1000 °C utilizando a plataforma de deformação e aquecimento verificou-se que caso os testes venham a ser realizados a temperaturas inferiores a 1000 °C, o detector SE convencional proporciona imagens com contraste e nitidez adequados para os estudos de deformação. Portanto, dada a facilidade de utilizar este detector quando comparado com os detectores HT-SE e HT-BSE, sempre que possível neste estudo foi utilizado o detector SE.

#### 4.4.4. Calibração da Temperatura

Durante os testes preliminares foi determinado que a medida registrada no controlador de temperatura era inferior ao valor esperado para a potência elétrica fornecida. Além disso, deve-se considerar que a medida da temperatura do teste não é realizada diretamente no corpo de prova senão no cartucho aquecedor como mostra a Figura 37. Assim, foi necessário o desenvolvimento de testes para corrigir a medida de temperatura e garantir que a amostra seja aquecida até a mesma temperatura do cartucho.

- Medida de temperatura do forno: foram realizados no sistema mostrado na Figura 18 e permitiram melhorar o forno da plataforma de deformação, os sistemas de medida de temperatura e as barreiras térmicas de radiação como mostra a Figura 30. De igual forma foi verificado que a temperatura medida com o termopar do forno não correspondia com os valores dos parâmetros elétricos aplicados na fonte de potência, por isto foram realizadas medições que permitiram determinar a relação entre o potencial elétrico aplicado ao elemento resistivo do forno e a temperatura atingida pelo mesmo (ver Figura 31) facilitando a sua operação. Desta forma é possível reduzir o tempo de aquecimento sem comprometer a integridade do forno.

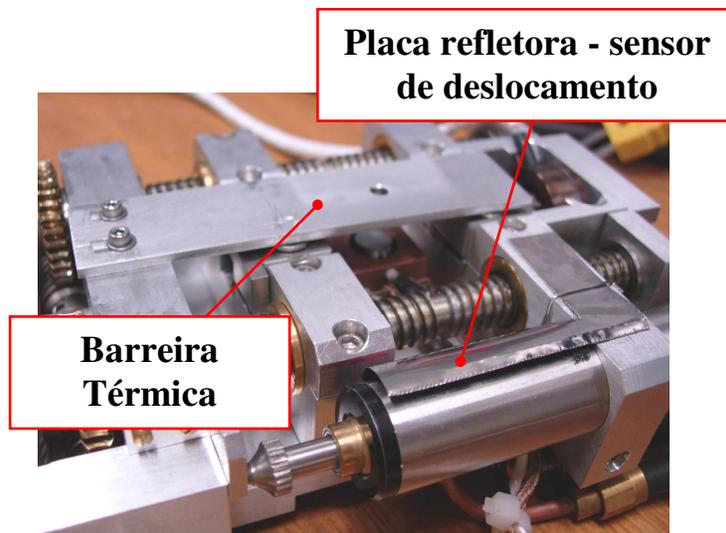


Figura 30. Barreira térmica superior para proteção da peça polar e detector BSE e placa refletora para proteção do sensor de deslocamento.

- Medida de temperatura da amostra: a diferença de temperatura entre o cartucho do forno e a amostra é devida ao contato inadequado entre estes, para o qual é necessário corrigir permanentemente a posição do cartucho através de parafusos localizados na placa de resfriamento (Figura 36), aplicar tensão para evitar o dobramento da amostra devido a efeitos de dilatação térmica, diminuir a dissipação de calor através da amostra isolando-a termicamente como mostra a Figura 32 e usar um fluxo de água menor para o sistema de resfriamento.

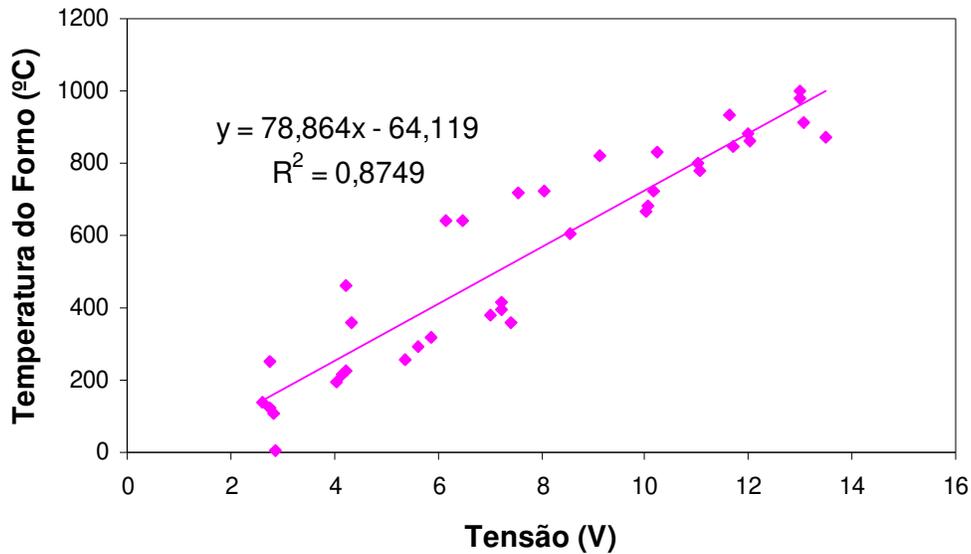


Figura 31. Relação entre a tensão elétrica aplicada no elemento resistor do forno e a temperatura medida do forno.

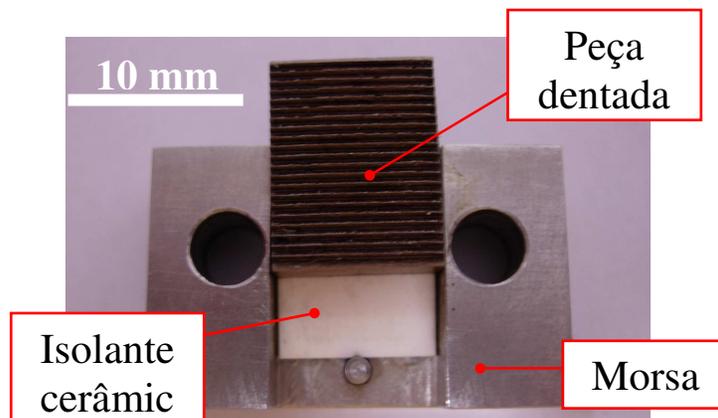


Figura 32. Morsa com isolamento térmico com placa de alumina para reduzir o fluxo de calor da amostra para a plataforma de deformação.

Depois foram realizados testes de aquecimento para verificar a diferença de temperatura entre o forno e a amostra, sendo os resultados mostrados na Figura 33, sem ser observado um padrão definido no módulo da diferença entre as temperaturas registradas pelo termopar do forno e da amostra. A temperatura da amostra sempre foi inferior que a temperatura medida pelo termopar do forno, porém, a diferença máxima de temperatura medida foi de 30 °C, que é razoável considerando que os testes de interesse neste trabalho são realizados acima de 600 °C, temperatura na qual 30 °C representam um erro de 5 %.

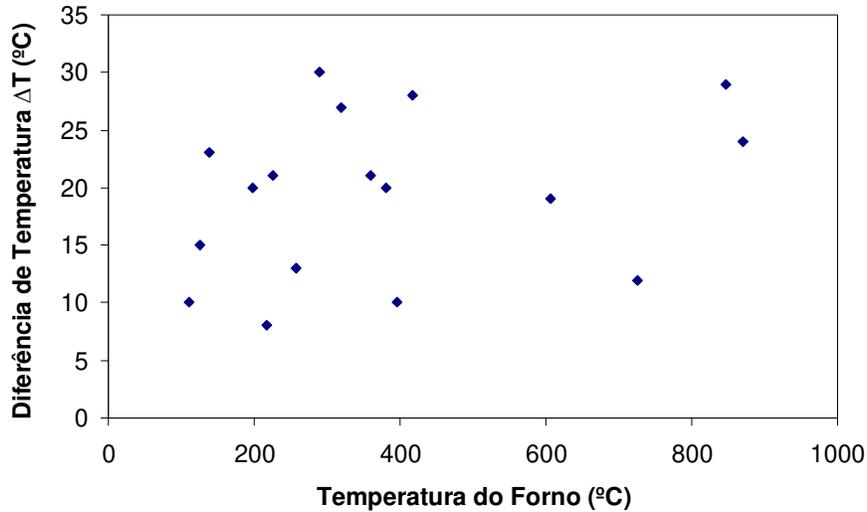


Figura 33. Diferença de temperatura medida pelo termopar soldado na amostra e pelo termopar do forno da plataforma de deformação.

$$\Delta T = T_{\text{forno}} - T_{\text{amostra}}$$

- Medida da temperatura por fusão de elementos puros: permitiu determinar, com maior precisão, a diferença da temperatura medida pelo termopar do forno e a verdadeira temperatura da amostra em contato com o cartucho do forno. Os resultados dos testes de fusão mostrados na Figura 34 revelam que a temperatura medida pelo termopar do forno é sempre maior que a temperatura teórica.

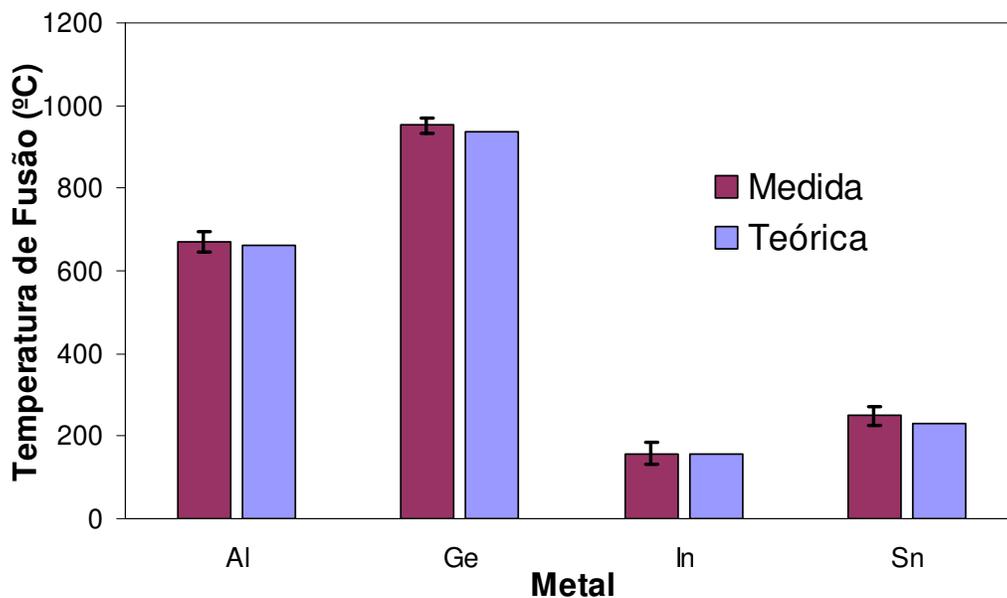


Figura 34. Resultados de medida da temperatura na amostra e forno por meio de fusão de elementos puros com intervalo de confiança de 95%.

A diferença máxima de temperatura entre o valor teórico de fusão e o valor registrado pelo termopar foi sempre menor que 17 °C, que foi o valor máximo obtido para o caso de fusão de estanho (Sn).

#### 4.4.5. Deformação a Temperatura Ambiente e Elevada

Estes testes permitiram superar três desafios: o deslocamento da amostra durante a deformação, a compatibilidade eletromagnética e térmica entre equipamentos e a definição dos parâmetros para o ensaio termomecânico *in-situ*.

- À medida que a mostra vai sendo deformada, a zona escolhida como a região de interesse, e que está sendo acompanhada, se desloca durante o teste sendo mais severo com o aumento na ampliação e a taxa de deformação. Para resolver esta dificuldade seria necessário realizar grandes modificações nos dispositivos de controle do MEV, de modo que fosse possível ter um melhor controle do feixe com o sistema interno do microscópio. Como alternativa foi desenvolvido um sistema gráfico de equivalência (quadrículas superpostas em ambos os monitores) entre a imagem observada na tela do computador que gera e captura as imagens (B na Figura 35) e a tela do computador que controla o MEV (incluindo o sistema de movimentação da amostra) (A na Figura 39).

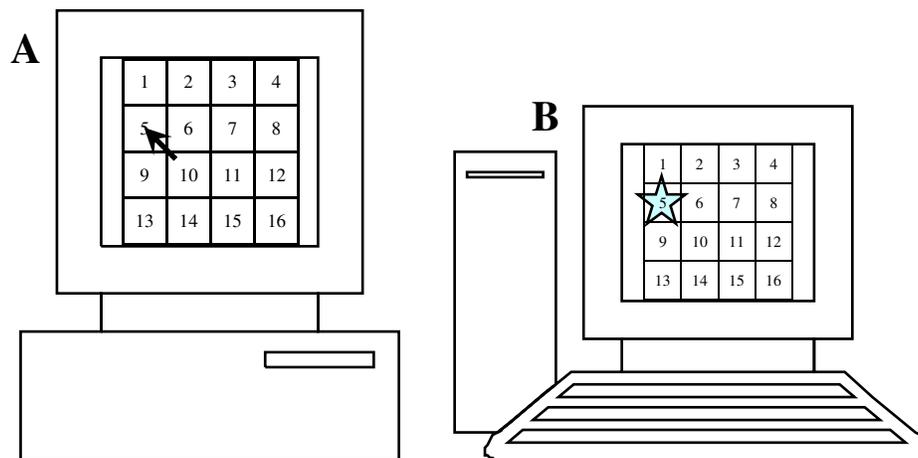


Figura 35. Padrão para localização e posterior deslocamento da região sendo fotografada

- Os desafios de compatibilidade eletromagnética e térmica levaram a diversas modificações na plataforma de deformação. Um dos desafios a ser superado estava relacionado com o

aterramento da plataforma de deformação e do forno de aquecimento e sua incompatibilidade com o aterramento da amostra dentro do MEV. Isto foi superado em duas etapas: primeiro foi preciso isolar eletricamente a plataforma de deformação, foi produzida uma réplica da peça que suporta a plataforma de deformação ao sistema de movimentação da amostra do MEV em material isolante (PVC) mostrada na Figura 36; em seguida, foi isolado eletricamente o termopar do cartucho aquecedor e do corpo de resfriamento utilizando uma capa fina de tinta de ZrO e um tubo cerâmico como mostra a Figura 37:

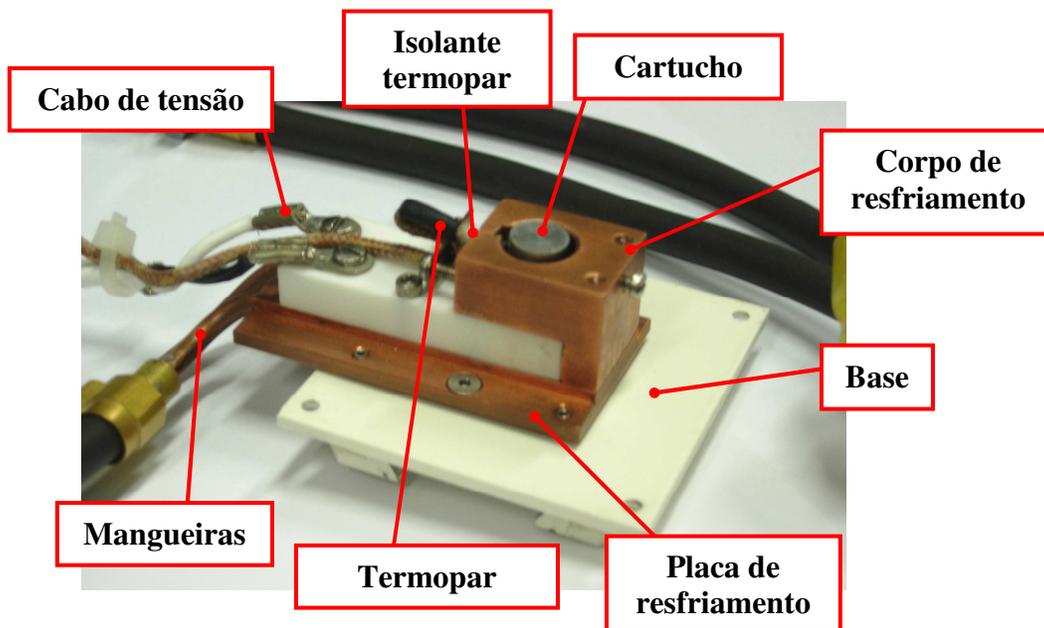


Figura 36. Forno da plataforma de deformação com seus diversos componentes.

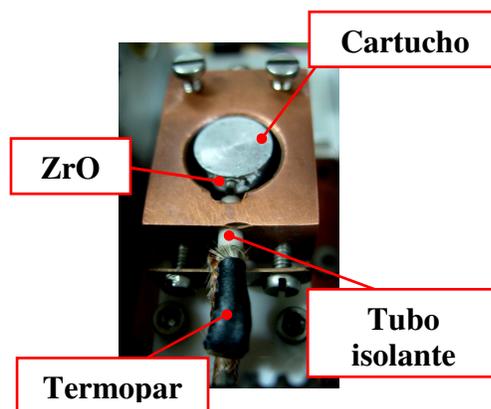


Figura 37. Vista superior do forno mostrando o cartucho de aquecimento, termopar, tubo isolante e revestimento com ZrO.

- Finalmente, foram identificados três parâmetros fundamentais para o desenvolvimento do ensaio termomecânico *in-situ*: a taxa de varredura do feixe de elétrons, a taxa de deformação e a manutenção da carga.
  - Taxa de varredura do feixe de elétrons: neste caso há um compromisso entre resolução temporal e espacial. Por se tratar do acompanhamento e registro do processo dinâmico de deformação, se fazem necessárias diversas taxas de varredura. Este desafio foi superado com o uso de software e hardware de controle de varredura do feixe que oferece uma ampla gama de velocidades de varredura.
  - Reprodução da taxa de deformação do fenômeno em estudo: apesar de que o teste STF para o estudo da FQD emprega uma taxa de deformação de 0,6 mm/s, as taxas obtidas com o teste termomecânico *in-situ* são menores a 0,06 mm/s. Taxas maiores são possíveis, mas o deslocamento da amostra torna impraticável o acompanhamento do ensaio. Portanto, serão necessárias correções para comparar os resultados de estudos de FQD utilizando os testes *in-situ* e STF.
  - Manutenção da carga durante a obtenção de imagens: o teste de deformação *in-situ* é realizado em varias etapas onde é aplicada deformação progressiva à amostra. Entre estas etapas o processo de deformação é suspenso de modo que seja possível obter imagens de melhor resolução, para isto a taxa de varredura do feixe é mudada. Para manter a amostra imóvel durante estas paradas é necessário programar a plataforma de deformação para manter a carga ou a deformação constante como registrado pela Figura 17.a.

#### **4.5. Fusão *in-situ* no MEV de Elemento Puros**

Aproveitando a oportunidade oferecida pelos testes de fusão de metais puros para calibração da temperatura da amostra e do forno, foram obtidos vídeos do processo de transformação de fase sólido-líquido, provando a possibilidade do uso da instrumentação desenvolvida no estudo de transformações de fase que envolvam mudanças de estado ou transformações no estado sólido. A Figura 38 mostra diferentes quadros obtidos a partir do vídeo do teste de fusão de estanho puro (Sn) a 232 °C.

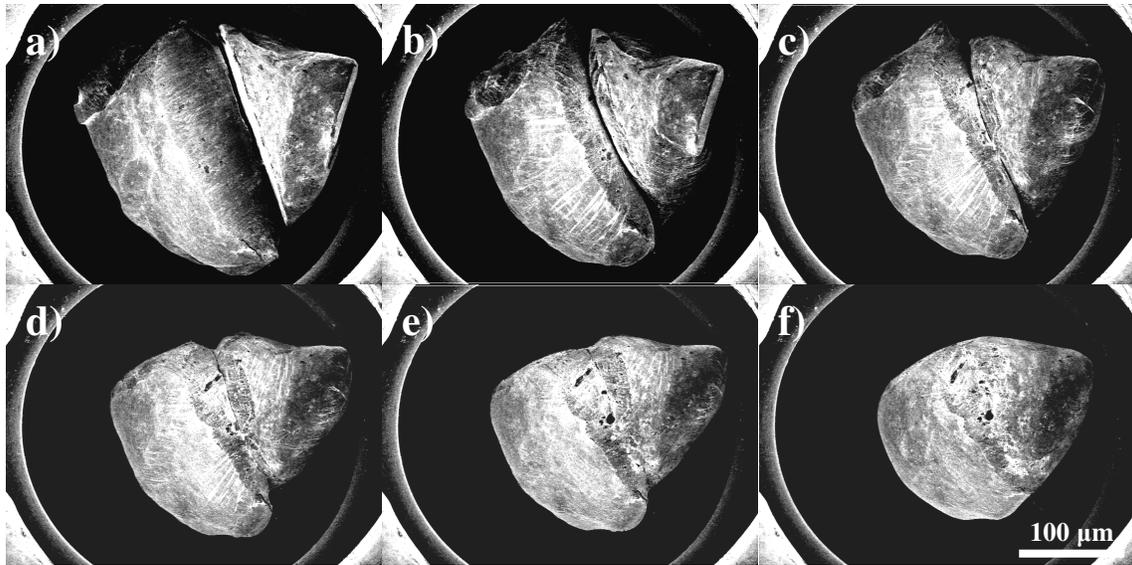


Figura 38. Seqüência de imagens do processo de fusão de estanho puro a 232 °C.

#### 4.6. Ensaio Termomecânico *in-situ* no MEV do Aço Inoxidável AISI 316L

Imagens do processo de deformação e fratura, tanto à temperatura ambiente quanto a quente, na liga inoxidável AISI 316L são apresentados a seguir.

A Figura 39 mostra os resultados de teste de deformação a temperatura ambiente.

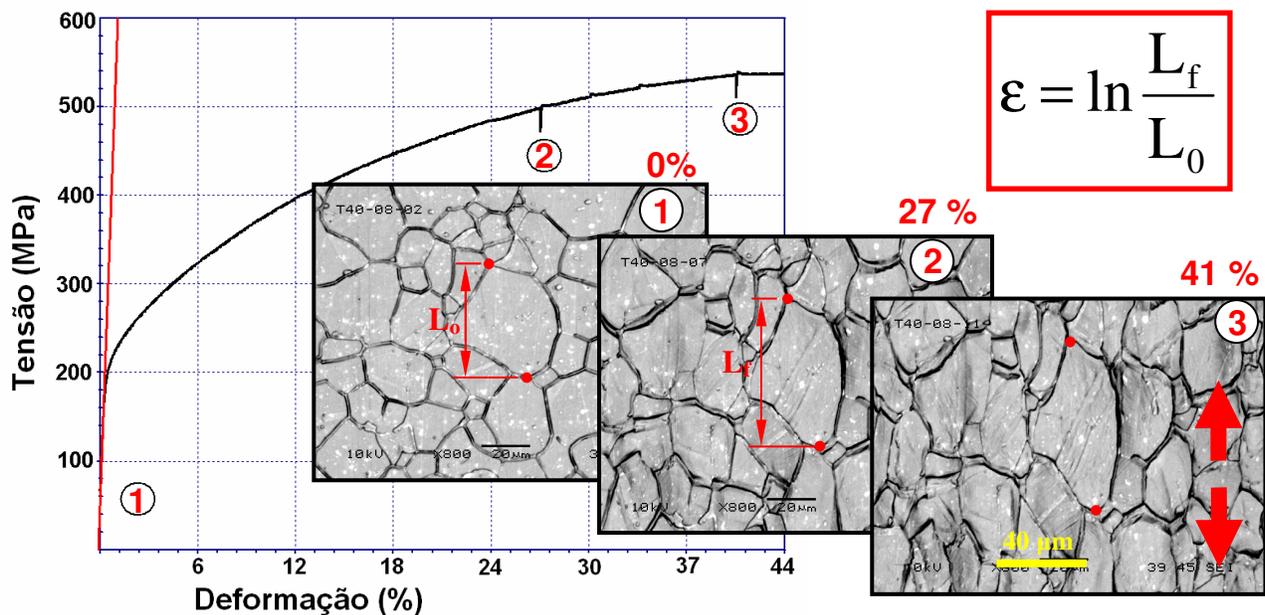


Figura 39. Teste de deformação *in-situ* a temperatura ambiente (25 °C) do aço inoxidável austenítico AISI 316L.

São apresentados nesta figura a curva de tensão em função da deformação (a linha vermelha corresponde ao comportamento elástico), os números na curva indicam as deformações nas quais foram obtidas as imagens: 0, 27 e 41 %, com as setas mostrando a direção da carga externa aplicada; os pontos vermelhos são usados para determinar a deformação em cada estágio, usando o critério de deformação verdadeira. As imagens, com tons de cinza invertidos para ressaltar as características superficiais, evidenciam a formação de bandas de deformação. A presença de maclas é evidenciada pelo processo de deformação, porém, nesta liga austenítica, o mecanismo de deformação por maclas não é usual à temperatura do ensaio. Além disso, o formato desta macla não é típico de maclas de deformação. Portanto, acredita-se que estas maclas são pré-existentes no recozimento que se tornam evidentes pelo relevo gerado ao redor delas durante o processo de deformação.

A Figura 40 mostra os resultados do teste de deformação do aço inoxidável AISI 316L a 800 °C. Nesta figura as deformações nas quais foram obtidas as imagens são 15, 30 e 45 %, com clara presença de bandas de deformação.

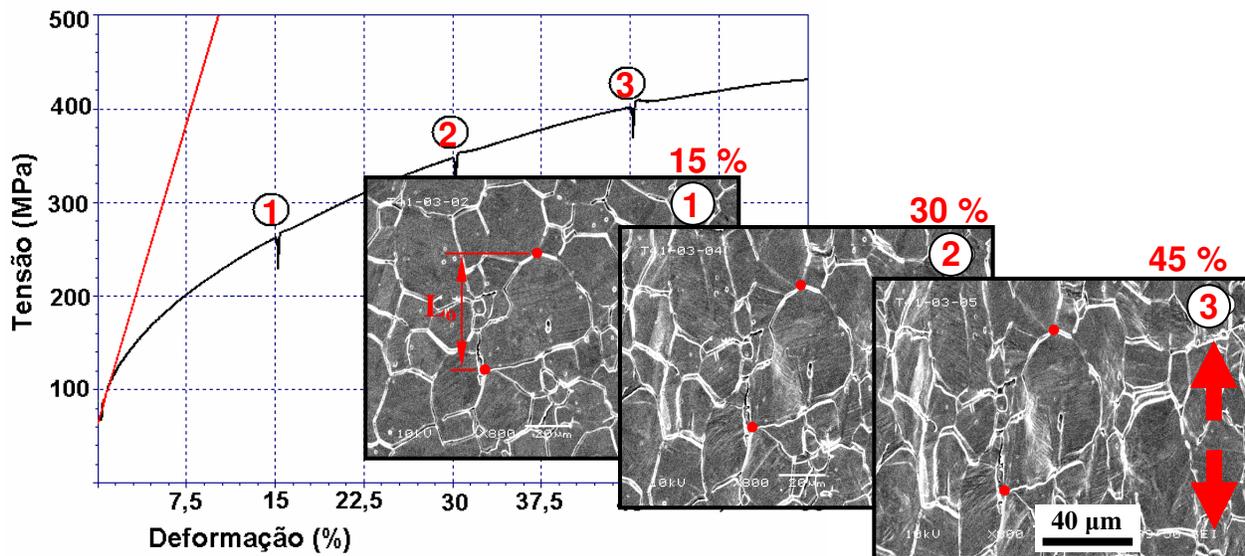


Figura 40. Teste de deformação *in-situ* a alta temperatura (800 °C) do aço inoxidável austenítico AISI 316L. Imagens de MEV (SE).

A queda da carga mostrada pelas curvas de tensão vs. deformação nas Figura 39 e Figura 40 é devida às paradas na condição de taxa de deformação zero durante o ensaio para obter imagens com melhor resolução espacial.

As Figura 41 e Figura 42 mostram algumas imagens sequenciais da evolução e fratura de

amostras do aço inoxidável AISI 316L. Na Figura 41 é mostrado, mesmo à baixa ampliação, o deslocamento da amostra à medida que o processo de deformação avança, evidenciando a dificuldade associada ao acompanhamento de uma região específica da amostra durante o teste.

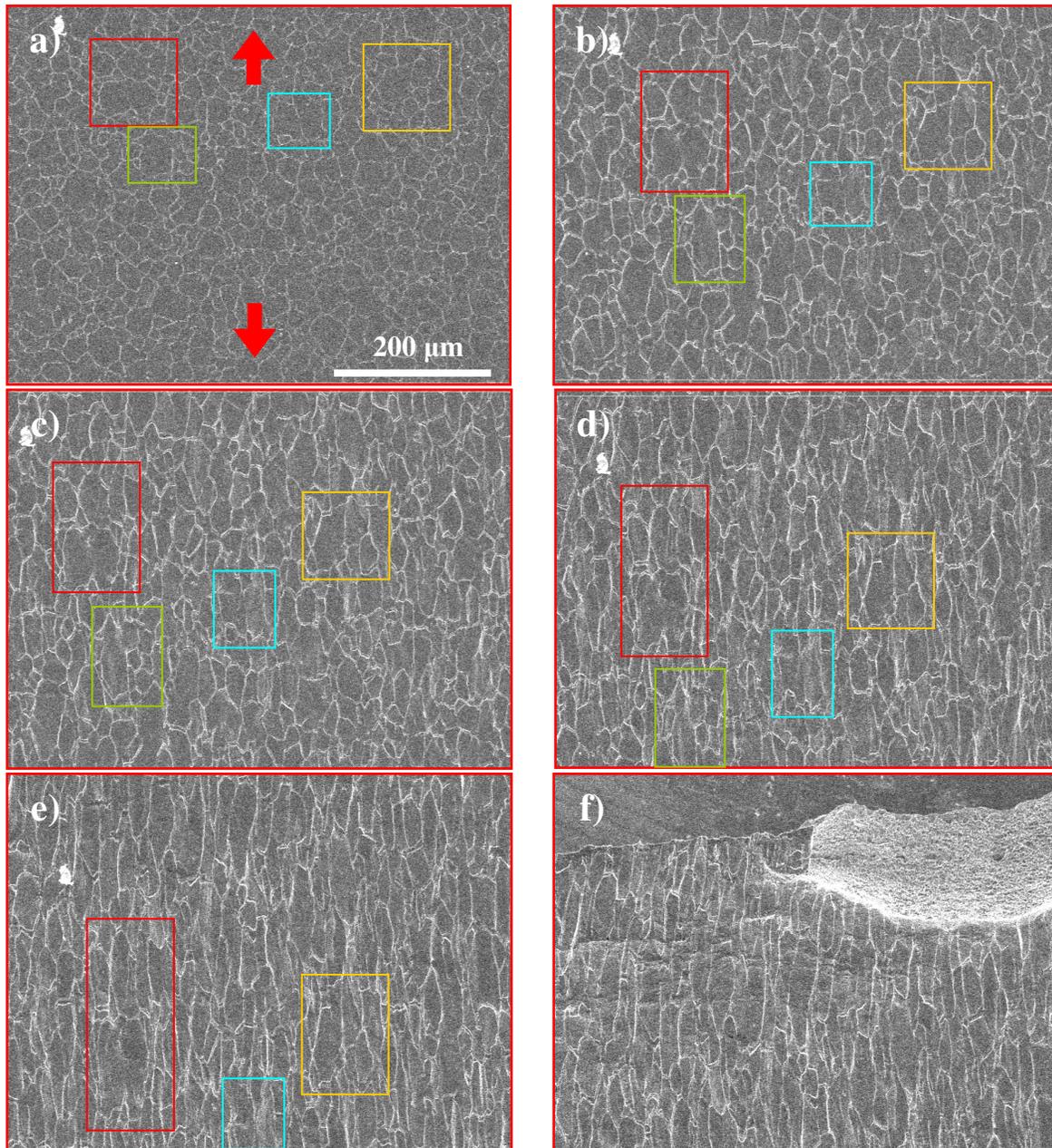


Figura 41. Evolução e fratura da amostra do aço inoxidável AISI 316L a baixa ampliação (200X). A amostra está sendo tracionada na direção vertical como mostram as setas vermelhas na primeira figura. As imagens apresentadas foram extraídas seqüencialmente (a-f) do vídeo. Os retângulos permitem acompanhar a deformação de diferentes regiões. Na imagem f) é mostrada a fratura final da amostra. Imagens de MEV (SE).

Este problema de deslocamento é acentuado quando a ampliação de trabalho aumenta. Os retângulos coloridos nas imagens representam regiões equivalentes. Quanto ao processo de deformação cabe salientar a marcada mudança no formato e localização dos grãos, com deformações observadas superiores às reportadas na literatura para este tipo de material, 50 % para amostras com 50 mm de comprimento.

Já a evolução da fratura mostrada na Figura 42 permite identificar facilmente o mecanismo de fratura como de microcavidades (*dimples*) como dúctil. Além disso, as imagens extraídas do filme mostram a severa deformação dos grãos na frente da trinca.

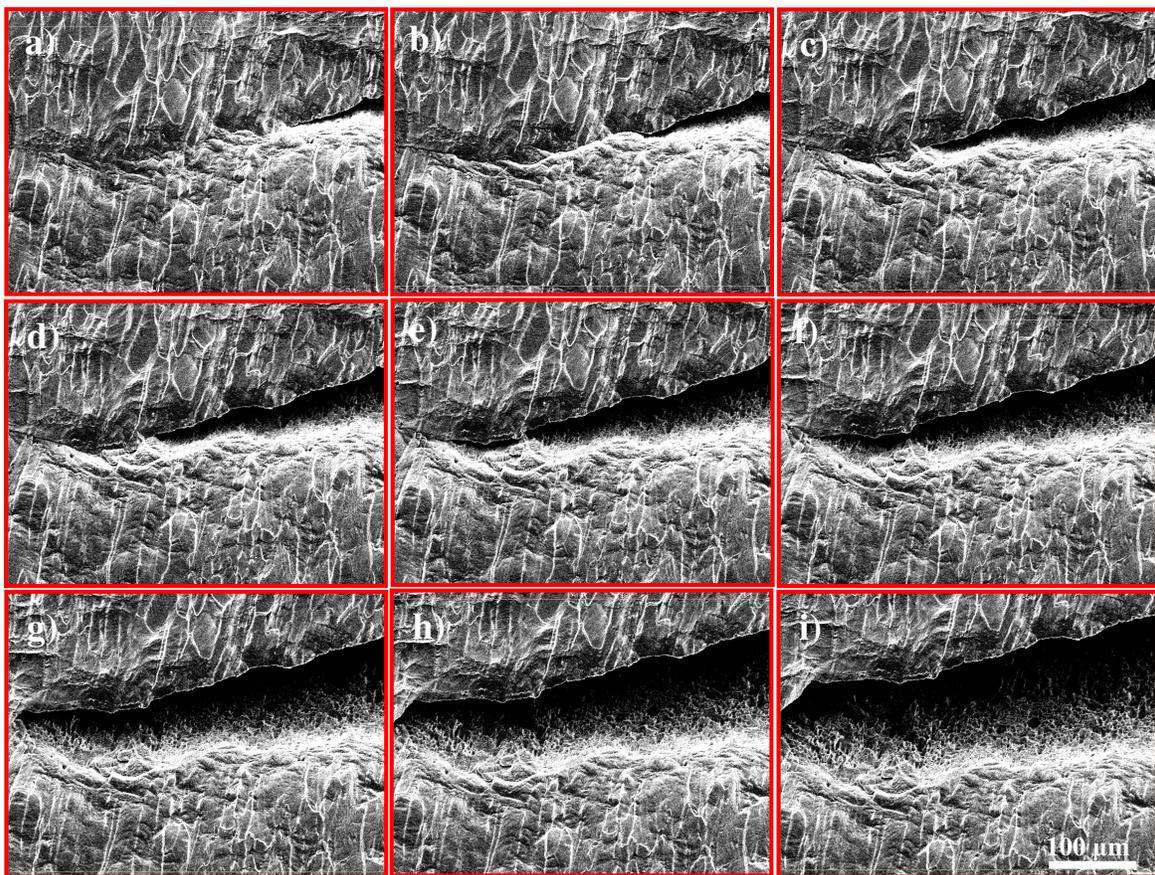


Figura 42. Crescimento de uma trinca em amostra de aço inoxidável AISI 316L. (Magnificação 300X).

Nos dois experimentos foi possível acompanhar o processo de formação da trinca corroborando o acerto no projeto do formato do corpo de prova para concentrar a deformação em uma região da amostra.

A partir das observações anteriormente descritas é mostrado o grande potencial das diversas instrumentações desenvolvidas, em especial do teste termomecânico *in-situ*, para o estudo de transformações de fase, mudanças microestruturais e de fenômenos de deformação e trincamento numa faixa de temperaturas desde ~25 °C até 1000 °C. Porém, todos estes possíveis estudos têm restrições interdependentes de taxa de deformação, temperatura de trabalho, magnificação, taxa de varredura do feixe e níveis de contraste e brilho da imagem, entre outros fatores.

#### **4.7. Deformação a Alta Temperatura *in-situ* no MEV de Ligas de Ni**

Ensaaios *in-situ* de deformação a alta temperatura no MEV das ligas de Ni ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 foram desenvolvidos para o estudo do fenômeno de FQD. Nesta parte do projeto foram utilizadas as amostras destas ligas com microestrutura na condição como soldada. Como antes mencionado, o acompanhamento do processo de deformação e fratura se concentrou na região crítica do *spot* de soldagem, onde se iniciam as falhas do material por FQD. Da mesma forma que no aço inoxidável austenítico AISI 316L, todo o processo de deformação foi acompanhado com uma taxa de varredura no MEV que permite observar as mudanças e movimentações da amostra com o tempo e, em momentos pré-determinados, o aumento de carga foi suspenso para permitir obter imagens com melhor resolução espacial. São estas imagens que serão mostradas a seguir para alguns dos testes realizados.

Na Figura 43 é apresentada a evolução da tensão e o alongamento durante o processo de deformação da liga ERNiCrFe-7 a 930°C, junto com uma seqüência de imagens obtidas nos patamares onde a carga foi mantida constante. A Figura 43.a corresponde à região de interesse sem deformação no início do ensaio e as setas indicam a direção de aplicação da carga externa na amostra.

Esta seqüência de imagens mostradas na Figura 43 permite acompanhar a evolução microestrutural resultante do processo de deformação, incluindo a formação de trincas intergranulares associadas ao fenômeno de FQD. Portanto, dada a estratégica escolha da região analisada (Figura 22) coincidindo com o setor do ponto de soldagem com maior probabilidade de início da FQD, o acompanhamento desta região permite avaliar diretamente a susceptibilidade do material à FQD para a temperatura na qual se realiza o ensaio. Neste caso a deformação  $\epsilon_{xx}$  mínima para o início do trincamento intergranular por FQD a 930 °C foi de 9,5 %, como ressaltado pelo círculo na Figura 43d. A deformação verdadeira ( $\epsilon$ ) foi determinada a partir da

variação do comprimento de três linhas  $L_1$ ,  $L_2$  e  $L_3$  traçadas digitalmente na imagem, usando como referência características da microestrutura visíveis em todas as imagens da seqüência (pontos a, b e c), como mostrado na Figura 44.

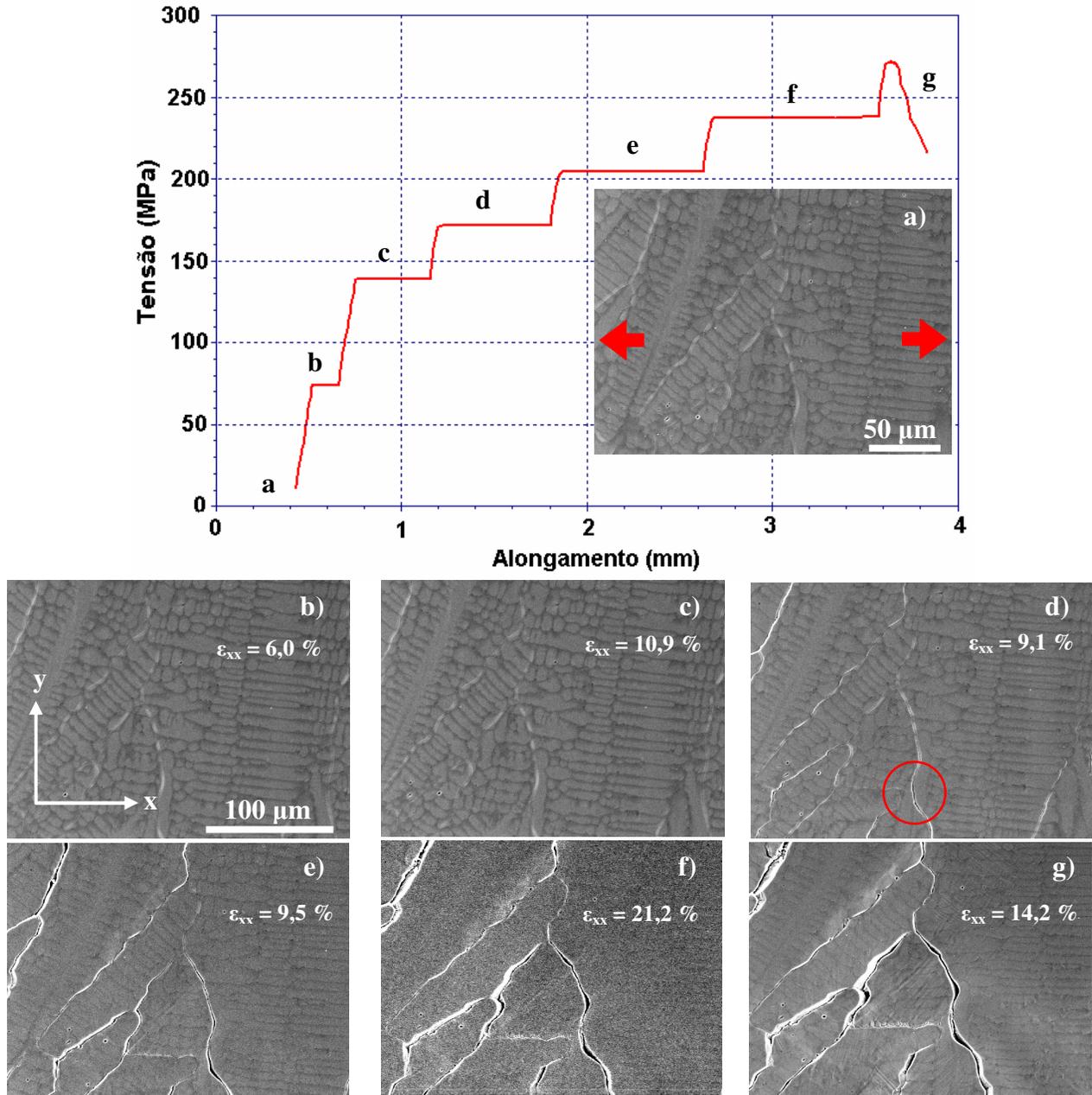


Figura 43. Deformação a 930 °C *in-situ* da liga de Ni ERNiCrFe-7. Evolução da tensão e alongamento com seqüência de imagens obtidas durante os patamares de carga constante indicados. Em a) imagem de amostra sem deformação e b) até g) com diferentes graus de deformação  $\epsilon_{xx}$ .

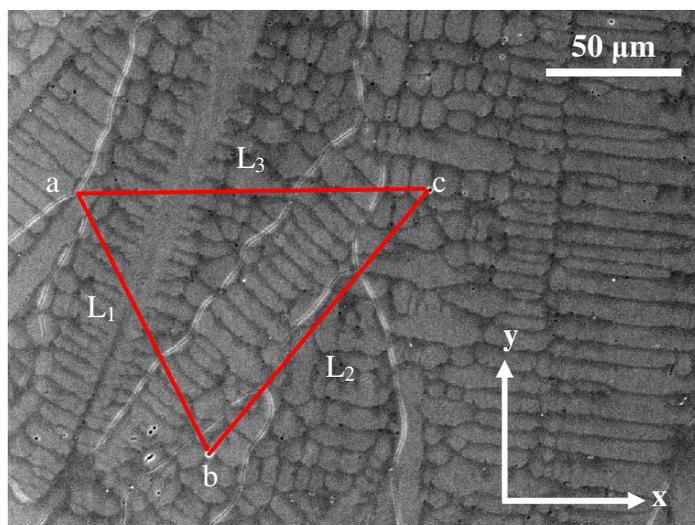


Figura 44. Procedimento de determinação da deformação verdadeira  $\epsilon_{xx}$  e  $\epsilon_{yy}$  utilizando a mudança do comprimento das linhas  $L_1$ ,  $L_2$  e  $L_3$ .

Como é de esperar, em uma amostra policristalina, a deformação na escala microscópica não é homogênea. Deste modo, tanto a direção da deformação como o módulo mudam significativamente de uma região da microestrutura para outra, tornando impossível determinar um único valor de deformação para a imagem. Não obstante permite determinar uma deformação média de uma região da amostra em uma direção particular. Para fazer isto utilizando o método das linhas apresentado na Figura 44, as linhas que apresentam uma componente com módulo elevado na direção na qual se pretende medir a deformação resultam em erros de medida menores. A Tabela 11 apresenta os resultados da determinação da deformação  $\epsilon_{xx}$  e  $\epsilon_{yy}$  em diversos estágios do processo de deformação da liga de Ni ERNiCrFe-7 a 930 °C (Figura 43). Nesta tabela, os pequenos comprimentos projetados nas direções x e y (celas marcadas em vermelho) não oferecem resultados confiáveis de deformação (celas marcadas em amarelo). Porém, comprimentos projetados maiores (marcados em azul) fornecem resultados com erro de medida menor (celas marcadas em verde) sendo esta a deformação reportada. Fica claro do estudo da Tabela 11 que as deformações não evoluem de uma forma monotônica durante o ensaio e, portanto, a determinação das deformações na escala microscópica é bem mais complexa que a normalmente reportada em ensaios de tração, como seria o caso do ensaio STF.

Tabela 11. Deformação  $\epsilon_{xx}$  e  $\epsilon_{yy}$  acumulada ao longo do ensaio termomecânico *in-situ*. Liga de Ni ERNiCrFe-7 deformada a 930 °C, como mostrado na Figura 43. Medida utilizando o método das três linhas.

Imagem	Linha	$L_x$	$L_y$	$\epsilon_{xx}$	$\epsilon_{yy}$
A	L <sub>1</sub>	146	287	-	-
	L <sub>2</sub>	242	290	-	-
	L <sub>3</sub>	388	3	-	-
B	L <sub>1</sub>	129	292	-12,4	1,7
	L <sub>2</sub>	257	289	6,0	-0,3
	L <sub>3</sub>	386	3	-0,5	0,0
C	L <sub>1</sub>	132	287	-10,1	0,0
	L <sub>2</sub>	270	283	10,9	-2,4
	L <sub>3</sub>	402	4	3,5	28,8
D	L <sub>1</sub>	132	273	-10,1	-5,0
	L <sub>2</sub>	265	280	9,1	-3,5
	L <sub>3</sub>	397	7	2,3	84,7
E	L <sub>1</sub>	152	282	4,0	-1,8
	L <sub>2</sub>	266	287	9,5	-1,0
	L <sub>3</sub>	418	5	7,4	51,1
F	L <sub>1</sub>	154	278	5,3	-3,2
	L <sub>2</sub>	299	286	21,2	-1,4
	L <sub>3</sub>	453	8	15,5	98,1
G	L <sub>1</sub>	155	273	6,0	-5,0
	L <sub>2</sub>	279	288	14,2	-0,7
	L <sub>3</sub>	434	15	11,2	160,9

Da mesma forma que foi feita a análise da deformação da liga ERNiCrFe-7 a 930 °C, apresentada na Figura 43, amostras desta mesma liga e da liga ERNiCr-3 testadas em diversas temperaturas foram analisadas para determinar a deformação  $\epsilon_{xx}$  mínima para o início do trincamento intergranular. A Figura 45 apresenta as imagens dos ensaios termomecânicos *in-situ* das ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 no instante do início do trincamento intergranular na área observada da região crítica. Junto com as imagens são fornecidos os dados das deformações resultantes nas direções x e y ( $\epsilon_{xx}$  e  $\epsilon_{yy}$ ) no momento do início do trincamento.

A diferença na qualidade das imagens se deve ao momento que foi identificado o início do trincamento. Nas imagens com menor resolução espacial o início do trincamento foi determinado durante o aumento da carga onde a velocidade de varredura era maior para permitir o seguimento da deformação; as de melhor qualidade coincidiram com o momento onde a deformação era suspensa para permitir obter imagens de melhor resolução espacial.

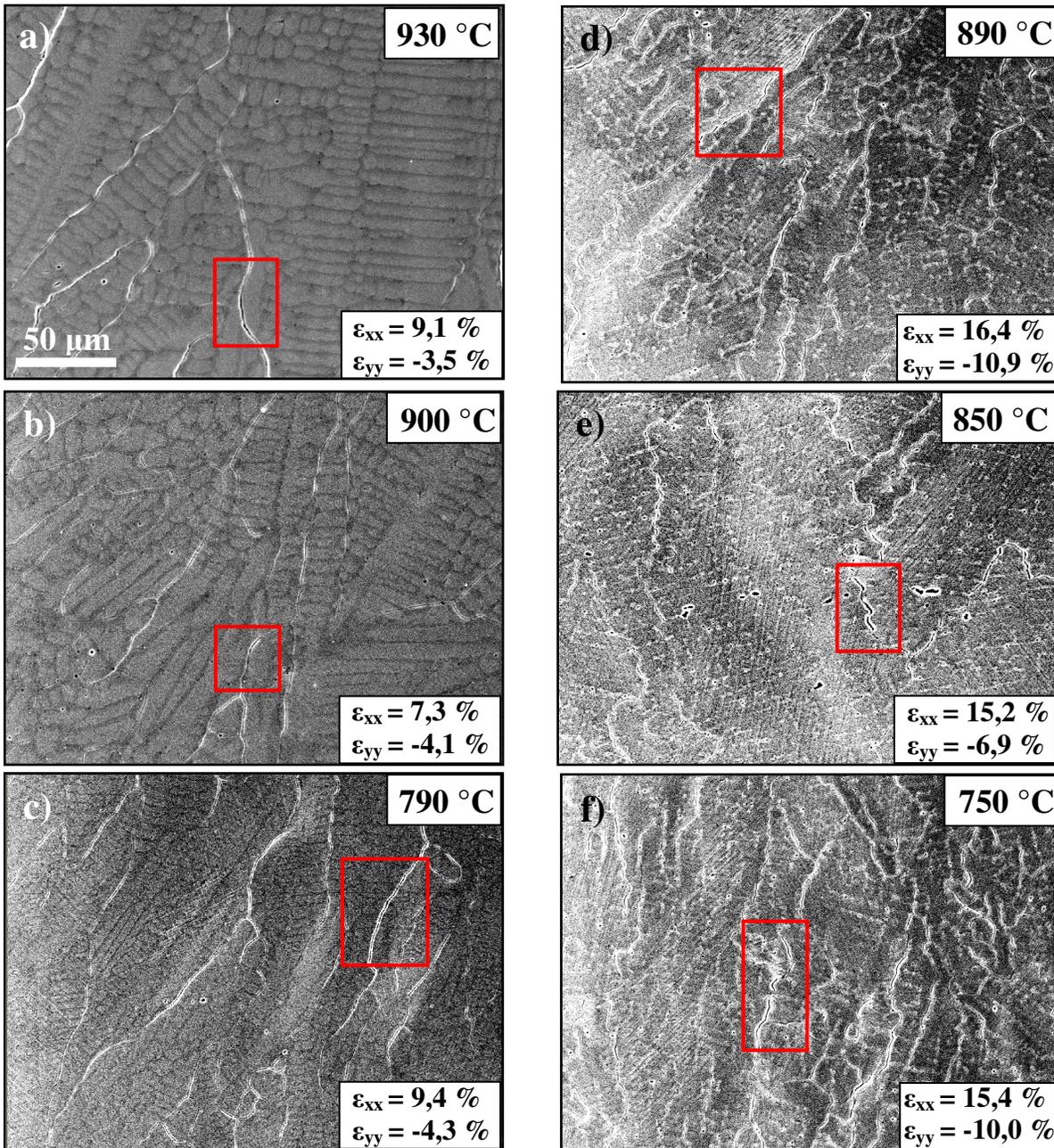


Figura 45. Imagens evidenciando o momento de início do trincamento a diferentes temperaturas, na liga ERNiCrFe-7 a) 930 °C, b) 900 °C e c) 790 °C; no ERNiCr-3 d) 890 °C, e) 850 °C e f) 750 °C. O quadro vermelho mostra o local do início do trincamento.

A Figura 46 apresenta a variação da deformação ( $\epsilon_{xx}$ ) para o início do trincamento com a temperatura (dados derivados da Figura 45) para cada uma das ligas estudadas. A partir da Figura 46 é possível identificar a deformação ( $\epsilon_{xx}$ ) menor para toda a faixa de temperaturas testadas, definido como o  $\epsilon_{Lim}$ , que no caso da liga ERNiCrFe-7 corresponde a  $\epsilon_{Lim} = 7,3 \%$  a 900 °C. Porém, no caso da liga ERNiCr-3  $\epsilon_{Lim}$  não está claramente definido devido ao pequeno número

de medidas disponíveis. De qualquer forma, um maior número de medidas cobrindo uma faixa maior de temperaturas será necessário para definir de forma absoluta o valor  $\epsilon_{Lim}$ .

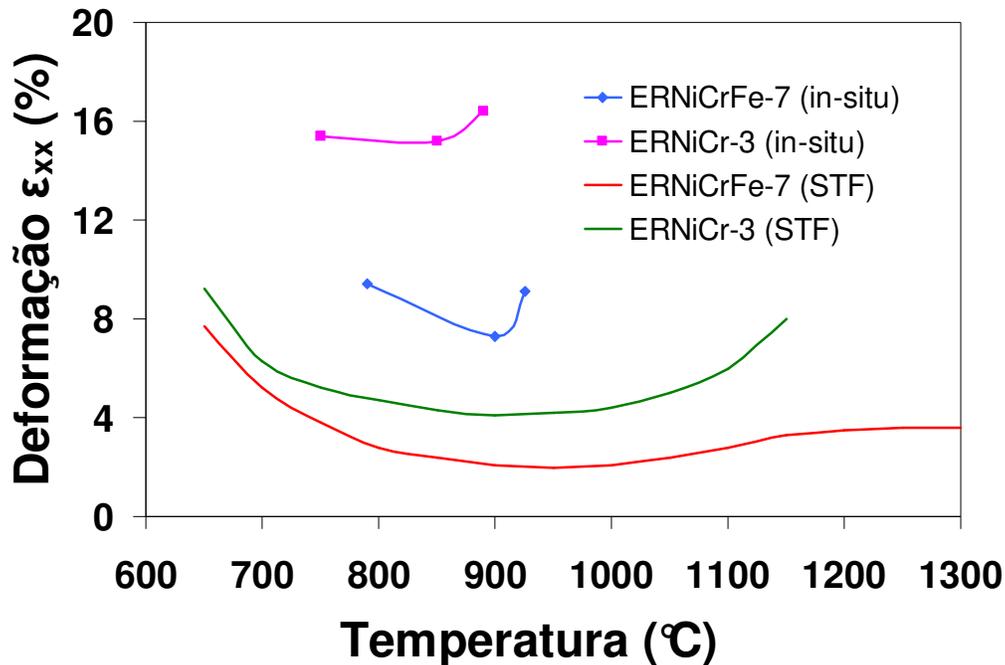


Figura 46. Deformação  $\epsilon_{xx}$  para o início da fratura das ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 em função da temperatura. Comparação dos resultados do teste termomecânico *in-situ* extraído da Figura 45 (*in-situ*) e do teste deformação-para-fratura extraídos de (Nissley, 2006) (STF).

Com os valores de  $\epsilon_{Lim}$ , determinados a partir dos resultados do ensaio termomecânico *in-situ* em varias temperaturas e apresentados na Figura 46, é possível realizar uma comparação dos resultados do teste STF baseado no simulador *Gleeble*® e o ensaio termomecânico *in-situ*. Esta comparação é apresentada na Tabela 12, onde deve ser ressaltado como o ensaio *in-situ* categoriza da mesma forma que o teste STF as duas ligas de Ni estudadas, com o teste *in-situ* mostrando a maior susceptibilidade da liga ERNiCrFe-7 à FQD do que a liga ERNiCr-3. Porém, há uma grande diferença entre os valores de  $\epsilon_{Lim}$  obtidos com cada um dos ensaios, que pode ser explicada por:

- A substancial diferença entre as deformações medidas por cada um dos ensaios é a escala de medida, onde para o teste STF a medida de  $\epsilon_{Lim}$  é macroscópica, enquanto no teste *in-situ* a  $\epsilon_{Lim}$  é determinada a nível microscópico.

- No teste STF, o valor de  $\epsilon_{Lim}$  é determinado a partir de amostras nas quais foram observadas trincas com a ajuda de um microscópio estereoscópico, enquanto para o teste *in-situ* o valor de  $\epsilon_{Lim}$  é determinado a partir da análise da imagem obtida no instante de início do trincamento intergranular, como observado no MEV, utilizando uma ampliação muito superior (500X) à utilizada no STF.

Tabela 12. Comparação entre os valores da deformação limite e temperatura obtidos a partir dos testes STF e *in-situ* para as ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3.

<b>Teste</b>	<b>Medida</b>	<b>ERNiCrFe-7</b>	<b>ERNiCr-3</b>
<b>STF</b>	$\epsilon_{Lim}$ [%]	2,0	4,0
	Temperatura [°C]	950	950
<i>in-situ</i>	$\epsilon_{Lim}$ [%]	7,3	15,2
	Temperatura [°C]	900	850

No caso do teste *in-situ*, que é orientado ao estudo e esclarecimento do fenômeno de FQD, existe um compromisso entre a detecção do início do trincamento em qualquer lugar da amostra e a resolução espacial da análise. A escolha da região crítica do ponto de soldagem favorece o aparecimento das primeiras trincas na região observada no teste *in-situ*, mas ainda é possível que o fenômeno de trincamento intergranular se inicie em outro lugar que não esteja no campo de visão do MEV no momento do ensaio. Porém, se o teste for suspenso no momento da aparição das primeiras trincas, seria possível verificar ainda dentro do MEV a presença de trincas em outras regiões da amostra.

De qualquer forma, uma comparação completa das duas técnicas requer um maior número de resultados do teste *in-situ* de forma que seja possível definir melhor a FTD. Espera-se que com os futuros avanços no desenvolvimento deste ensaio seja possível contar com um maior número de resultados que permitam uma melhor comparação dos testes STF e termomecânico *in-situ*.

Existe uma importante vantagem do teste termomecânico *in-situ* com relação ao teste STF, que é o fornecimento da deformação mínima para o início do trincamento para uma dada temperatura empregando um único corpo de prova, enquanto para o teste STF é necessário testar diversas amostras aplicando deformações diferentes para uma dada temperatura. Uma outra vantagem do teste *in-situ* é o tamanho reduzido do corpo de prova necessário, com o qual a avaliação de uma liga pode ser realizada com apenas algumas dezenas de gramas (3 gr/amostra).

Os resultados anteriormente apresentados mostram que o teste termomecânico *in-situ*, da mesma forma que o teste STF, consegue quantificar a susceptibilidade dos materiais ao FQD, porém, tanto o módulo como a escala do  $\epsilon_{Lim}$  reportado pelos dois ensaios são diferentes. Assim, caso pretenda-se utilizar os resultados da avaliação da susceptibilidade à FQD para controlar um problema de engenharia de fabricação, a escala macro dos resultados do teste STF deve fornecer resultados de mais fácil interpretação para as condições de produção e realização de cálculos de deformação macroscópicos utilizados no projeto de estruturas. Por outro lado, os resultados derivados do teste termomecânico *in-situ* fornecem informações valiosas para o esclarecimento do fenômeno de FQD que poderiam levar a uma solução mais consistente. Os resultados microscópicos e fenomenológicos fornecidos pelo teste termomecânico *in-situ* aliados à modelagem mecânica do processo de deformação dos materiais policristalinos poderá no futuro fornecer informações de grande valia para o melhoramento dos materiais estruturais e o esclarecimento do fenômeno de FQD e outros fenômenos de fratura.

#### **4.7.1. Estudo do Fenômeno de Escorregamento dos Contornos de Grão**

Como foi definido, há pouco, o teste termomecânico *in-situ* constitui uma nova ferramenta para o estudo fenomenológico da deformação e falha de materiais, sendo aqui feita uma primeira aproximação ao seu uso para revelar algumas informações que levem ao esclarecimento do fenômeno de FQD.

É importante lembrar que há diversas hipóteses sobre os fatores que controlam o fenômeno de FQD, as quais procedem das observações derivadas de testes como o Varestreint e o STF. Uma das mais amplamente aceitas teorias sobre o fenômeno de FQD se baseia no escorregamento dos contornos de grão do material sob condições de esforços a alta temperatura (Collins, 2003, Ramirez, 2002, Nissley, 2003, Ramirez, 2004), onde a maior susceptibilidade ao FQD da liga ERNiCrFe-7, frente à liga ERNiCr-3, é explicada pela diferente morfologia dos contornos de grão dos dois materiais. Na primeira liga os contornos são preponderantemente planos favorecendo o seu escorregamento em temperaturas elevadas, na segunda são ondulados agindo como obstáculos físicos ao escorregamento reduzindo a concentração de deformação nos pontos tripos e conseqüentemente, retardando o início do trincamento.

Evidências do fenômeno de escorregamento dos contornos de grão têm sido observadas em materiais que apresentam FQD (Ramirez, 2004). Porém, não há na literatura medidas quantitativas que permitam corroborar o papel preponderante do fenômeno de escorregamento dos contornos de grão na FQD das ligas de Ni ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3.

O acompanhamento dos ensaios termomecânicos *in-situ*, das duas ligas de Ni estudadas, tem revelado claramente a severa deformação das microestruturas; contudo, não é evidente a preponderância do escorregamento dos contornos de grão. No caso hipotético da deformação ocorrer exclusivamente por escorregamento entre grãos haverá translação relativa entre os grãos adjacentes, facilmente evidenciada quando linhas que cortam os contornos (geralmente riscos) são traçadas antes da deformação acontecer. Desta forma, quando o escorregamento do contorno ocorrer, o traço que corta o mesmo passa a ser descontínuo. A técnica dos traços ou riscos foi empregada no estudo da transformação de fase martensítica para determinar a natureza da deformação envolvida. A Figura 47 mostra esquematicamente a aplicação desta técnica para o estudo da transformação martensítica, onde em a e b é apresentada a microestrutura com o traço antes e depois da transformação, enquanto c e d são representações dos mecanismos de deformação por translação pura (que equivale ao escorregamento puro) e ou o mecanismo envolvido na transformação martensítica conhecido como deformação plana invariante (Petty, 1970).

No caso do uso da técnica dos traços, o escorregamento de grão puro seria evidenciado por um comportamento como o mostrado na Figura 47.c. Mesmo que a interpretação dos resultados do método de traçado de linhas seja relativamente simples, o uso desta técnica requer o traçado das linhas, que pode não ser tão trivial quando se estuda o fenômeno na escala micro. Estas linhas podem ser pequenos sulcos (riscos) traçados na superfície da amostra, porém, devem ser extremamente finos para não mascararem a microestrutura ao seu redor e especialmente não interferirem com o processo de deformação e trincamento. Estas linhas também podem ser traçadas utilizando deposição de material na superfície mediante fotolitografia ou litografia de elétrons, ou pela decomposição de gases organometálicos na superfície da amostra com o uso de microscópio iônico de varredura com feixe focado (*Focus Ion Beam* - FIB).

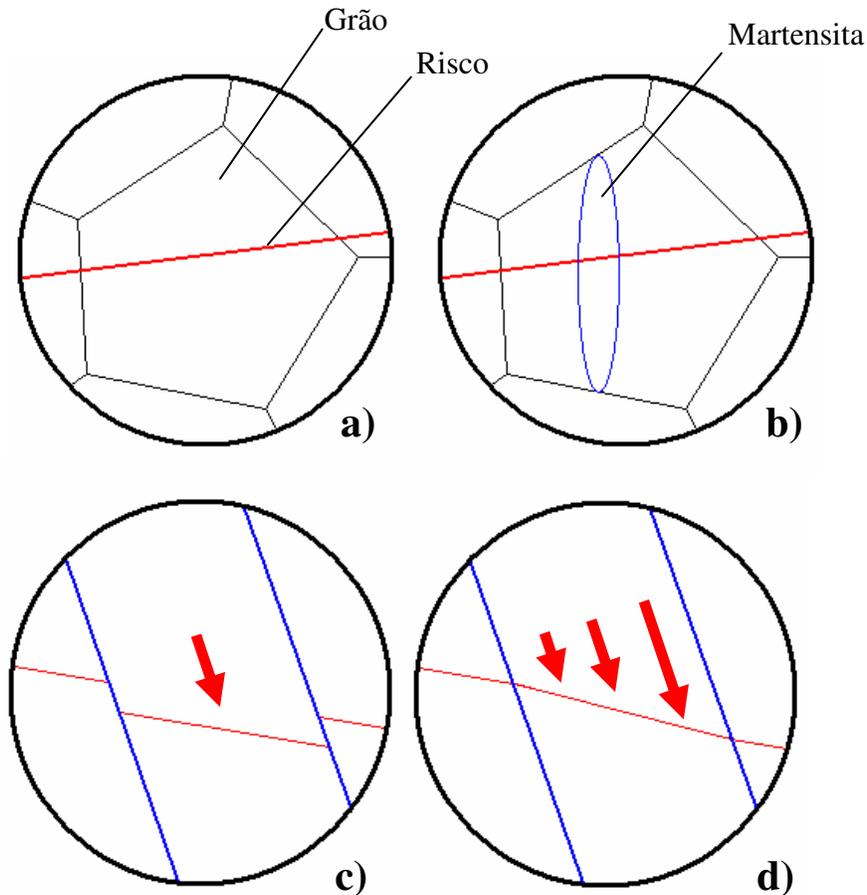


Figura 47. Natureza da deformação na transformação martensítica estudada por meio de riscos na amostra. a) Superfície da amostra com traço antes da transformação de fase martensítica, b) amostra depois da formação da agulha de martensita. O detalhe das mudanças no traço ao longo da interface é mostrada em c) para o mecanismo de deformação por translação e em d) para a deformação plana invariante.

O ensaio termomecânico *in-situ* permite o acompanhamento de todo o processo de deformação na escala microscópica desde que existam aspectos morfológicos microscópicos na superfície da amostra que permitam a sua clara identificação e acompanhamento ao longo do ensaio. Isto torna possível utilizar o deslocamento relativo entre estes pontos característicos em ambos os lados dos contornos, para quantificar a componente da deformação que corresponde ao escorregamento ao longo do contorno de grão. Mesmo assim, é claro que em um material policristalino tridimensional, como são os materiais estudados, o escorregamento de contornos de grãos puro não é possível, portanto, este sempre estará somado à deformação dentro dos grãos. Logo, é importante estabelecer metodologias que permitam quantificar e separar de algum modo

o escorregamento da deformação ao interior dos grãos. Um dos métodos que podem ser utilizados para este tipo de medidas é o mapeamento, contínuo ou semi-contínuo, das deformações na amostra mediante a utilização de métodos de correlação digital de imagens (*Digital Image Correlation* - DIC), o qual está em desenvolvimento pelo grupo de pesquisa e que será tratado na próxima seção.

Como alternativa ao mapeamento de deformações podem ser feitas medidas discretas de deformação nas imagens mediante o seguimento de alguns pontos, como mostrado na Figura 44. Raramente será possível contar com pontos característicos em ambos os lados do contorno de grão, que estejam alinhados e que possam ser utilizados para traçar digitalmente uma linha cortando o contorno, como representado pela linha vermelha na Figura 48.a. Como método alternativo podem ser utilizados quatro pontos, sendo dois a cada lado do contorno como mostrado na Figura 48.a, de modo a traçar um quadrilátero unindo estes pontos. Assim, após a deformação, as mudanças das posições relativas dos pontos e as mudanças das distancias entre eles fornecem informação quantitativa sobre a deformação de cada um dos grãos e o escorregamento entre estes, como mostrado na Figura 48.b.

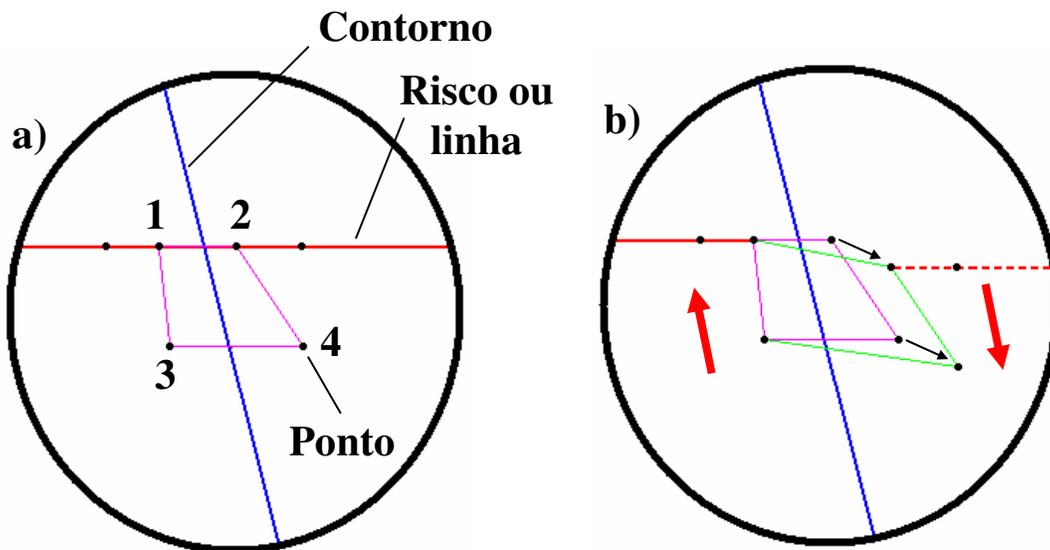


Figura 48. Pontos característicos na amostra (1, 2, 3, 4) para a determinação da deformação em cada um dos grãos perto do contorno e o escorregamento de um grão com relação ao outro ao longo do contorno. Representação esquemática a) antes da deformação e b) após o escorregamento ao longo do contorno somado à deformação do próprio grão do lado direito.

È possível identificar dois tipos de escorregamento, o escorregamento puro ( $E_p$ ) e o escorregamento por deformação ( $E_d$ ). O escorregamento puro é aqui definido como a translação relativa entre os grãos sem envolver mudanças de volume. Para sua quantificação foi considerado que o escorregamento depende da diferença entre as distâncias entre centros antes e depois da deformação como mostra a Figura 49.a.

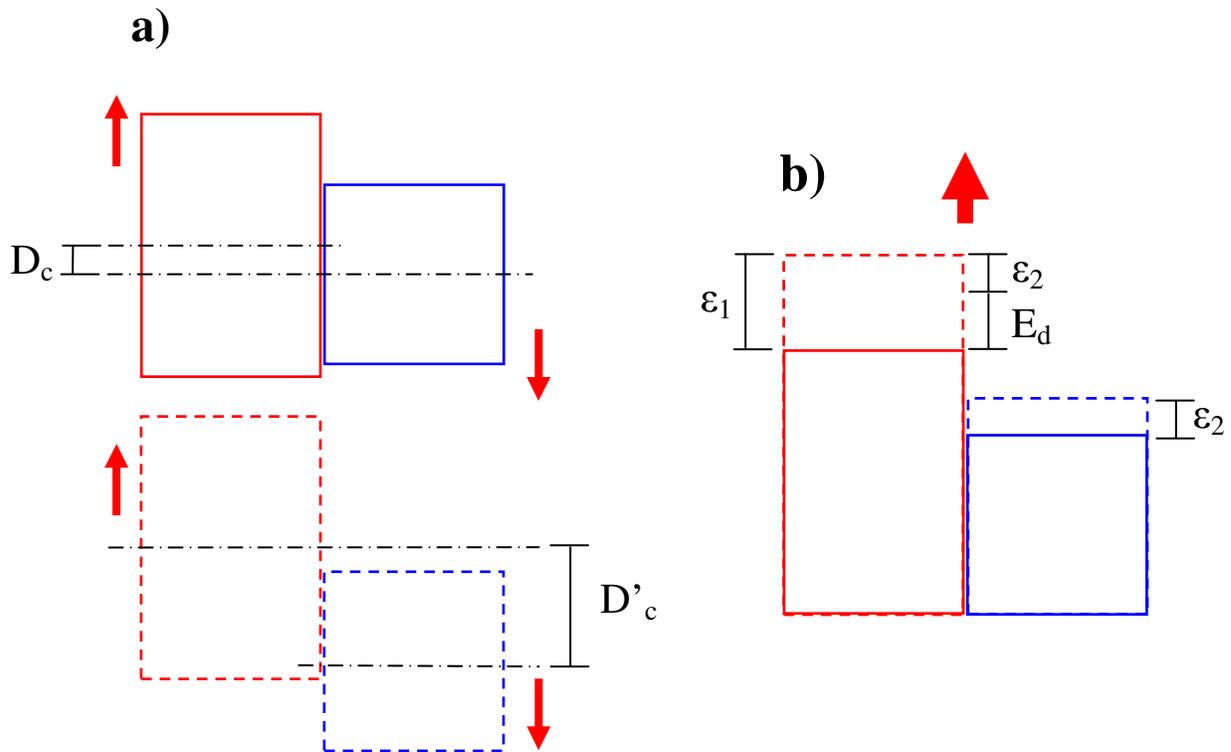


Figura 49. Esquemas explicativos do a) escorregamento puro ( $E_p$ ) e b) escorregamento por deformação ( $E_d$ ).

O escorregamento por deformação é um fenômeno inerente à deformação dos corpos. Quando dois grãos vizinhos estão sob carregamento estes não se deformam homogêaneamente devido às restrições que os outros grãos que o circundam impõem a estes. Também, durante a deformação, a estrutura deve ser considerada como contínua, o que explica que a deformação heterogênea seja compensada pelos grãos no interior. Agora, quando dois grãos são deformados na mesma direção, mas com níveis de deformação diferentes, a necessidade de manter a estrutura contínua leva à existência de um pequeno escorregamento que compense a diferença nas dimensões entre os grãos, como mostra a Figura 49.b. Essa diferença entre deformações é considerada como o escorregamento por deformação.

Agora, para quantificar o escorregamento foi desenvolvido, neste projeto, o método denominado do quadrilátero mostrado inicialmente na Figura 48. Para explicar como funciona este método será empregado o esquema mostrado na Figura 50, onde são definidos quatro pontos na matriz, dois de cada lado do contorno de grão (linha azul, eixo  $y'$ ), onde os pontos 1, 2, 3 e 4 correspondem ao sistema antes da deformação e os pontos 1', 2', 3' e 4' definem o sistema após a deformação. Por simplicidade o sistema de coordenadas é definido de forma que o contorno de grão seja paralelo ao eixo  $y'$  e a normal ao contorno corresponda ao eixo  $x'$ .

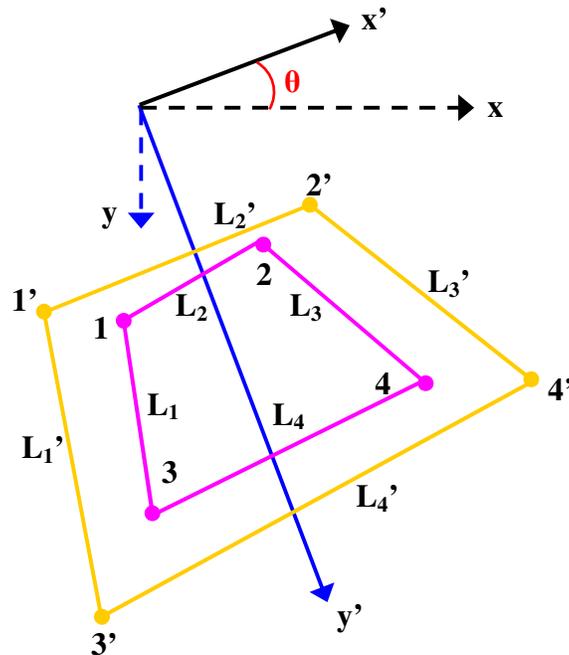


Figura 50. Esquema do método dos quadriláteros com deformação complexa da matriz e contorno de grão orientado em  $y'$  (linha azul). Sistema de coordenado cartesiano  $x$ - $y$ , sistema de coordenadas rotadas  $x'$ - $y'$  alinhado com o contorno de grão.

A partir destes quatro pontos são definidas as linhas  $L_1$  (unindo os pontos 1 e 3),  $L_2$  (unindo os pontos 1 e 2),  $L_3$  (unindo os pontos 2 e 4) e  $L_4$  (unindo os pontos 3 e 4) para o sistema sem deformação. Da mesma forma são definidas as linhas  $L_1'$ ,  $L_2'$ ,  $L_3'$  e  $L_4'$  no sistema deformado.

Em geral, o contorno de grão está inclinado  $\alpha^\circ$  com referência ao sistema de coordenadas  $(x, y)$  da imagem, logo se faz necessário definir um novo sistema  $(x', y')$  com  $y'$  paralelo ao contorno como mostra a Figura 50. Portanto, devem ser realizadas operações de transformação de sistema de referência de coordenadas por efeito da rotação. Para isto foram empregadas as coordenadas de cada um dos pontos que conformam o quadrilátero no sistema de coordenadas

x-y e foram transformados para o sistema de coordenadas x'-y' por meio da Equação 3. Com esta transformação as operações a seguir podem ser realizadas considerando que o contorno de grão é paralelo ao eixo y' do sistema de coordenadas x'-y'.

$$\begin{aligned}x' &= x.\cos\alpha - y.\text{sen}\alpha \\y' &= x.\text{sen}\alpha + y.\cos\alpha\end{aligned}\quad \text{Equação 3}$$

Para o cálculo do escorregamento puro primeiro é determinado o centro das linhas L<sub>1</sub> e L<sub>3</sub> antes e L'<sub>1</sub> e L'<sub>3</sub> após a deformação conforme a Equação 4.

$$\begin{aligned}C_{1y'} &= 1_{y'} + \frac{L_{1y'}}{2} & C'_{1y'} &= 1'_{y'} + \frac{L'_{1y'}}{2} \\C_{3y'} &= 2_{y'} + \frac{L_{3y'}}{2} & C'_{3y'} &= 2'_{y'} + \frac{L'_{3y'}}{2}\end{aligned}\quad \text{Equação 4}$$

1<sub>y'</sub>, 2<sub>y'</sub>: coordenada em y' dos pontos 1 e 2  
1'<sub>y'</sub>, 2'<sub>y'</sub>: coordenada em y' dos pontos 1' e 2'  
C<sub>1y'</sub>: coordenada em y' do centro de L<sub>1</sub>  
C<sub>3y'</sub>: coordenada em y' do centro de L<sub>3</sub>  
C'<sub>1y'</sub>: coordenada em y' do centro de L'<sub>1</sub>  
C'<sub>3y'</sub>: coordenada em y' do centro de L'<sub>3</sub>

Com estes valores é calculada a projeção na direção y' da distância entre os centros das linhas L<sub>1</sub> e L<sub>3</sub> antes e L'<sub>1</sub> e L'<sub>3</sub> depois da deformação.

$$\begin{aligned}D_{cy'} &= C_{3y'} - C_{1y'} \\D'_{cy'} &= C'_{3y'} - C'_{1y'}\end{aligned}\quad \text{Equação 5}$$

D<sub>cy'</sub>: distância inicial entre centros projetada na direção y'  
D'<sub>cy'</sub>: distância final entre centros projetada na direção y'

A diferença das distâncias entre os centros na direção y' das linhas antes e depois do escorregamento (Equação 6) corresponde então ao escorregamento puro entre ambos os grãos.

$$E_p = D'_{cy'} - D_{cy'} = (C_{3y'} - C_{1y'}) - (C'_{3y'} - C'_{1y'})\quad \text{Equação 6}$$

E<sub>p</sub>: escorregamento puro

O sinal deste resultado define quanto se deslocou a componente em y da linha L<sub>3y'</sub> com relação a L<sub>1y'</sub>. Assim se E<sub>p</sub>>0, o grão da direita (onde está localizada a linha três) escorregou para baixo em relação ao grão da esquerda, e se E<sub>p</sub><0, o grão da direita escorregou para acima em relação ao grão da esquerda.

Para quantificar o escorregamento por deformação são calculados os comprimentos das componentes em  $y'$  das linhas, com e sem deformação, como mostra a Equação 7, onde  $1_{y'}$ ,  $2_{y'}$ ,  $3_{y'}$ ,  $4_{y'}$  são as componentes em  $y'$  de cada ponto antes da deformação, da mesma forma que  $1'_{y'}$ ,  $2'_{y'}$ ,  $3'_{y'}$ ,  $4'_{y'}$  são as componentes em  $y'$  dos pontos na estrutura deformada.

$$\begin{aligned} L_{1y'} &= 1_{y'} - 3_{y'} \\ L_{3y'} &= 2_{y'} - 4_{y'} \\ L'_{1y'} &= 1'_{y'} - 2'_{y'} \\ L'_{3y'} &= 2'_{y'} - 4'_{y'} \end{aligned} \quad \text{Equação 7}$$

$L_{1y'}$ : Projeção do comprimento de  $L_1$  na direção  $y'$   
 $L_{3y'}$ : Projeção do comprimento de  $L_3$  na direção  $y'$   
 $L'_{1y'}$ : Projeção do comprimento de  $L_1'$  na direção  $y'$   
 $L'_{3y'}$ : Projeção do comprimento de  $L_1'$  na direção  $y'$

Logo, é calculada a deformação de cada linha como mostra a Equação 8.

$$\begin{aligned} \epsilon_{1y'} &= \frac{L'_{1y'} - L_{1y'}}{L_{1y'}} \\ \epsilon_{3y'} &= \frac{L'_{3y'} - L_{3y'}}{L_{3y'}} \end{aligned} \quad \text{Equação 8}$$

$\epsilon_{1y'}$ : deformação da projeção de  $L_1$  na direção  $y'$   
 $\epsilon_{3y'}$ : deformação da projeção de  $L_3$  na direção  $y'$

Assim a deformação relativa entre os grãos é calculada como:

$$\epsilon_R = \frac{1}{2} (\epsilon_{3y'} - \epsilon_{1y'}) \quad \text{Equação 9}$$

$\epsilon_R$ : deformação relativa entre os grãos

Finalmente, é calculado o escorregamento por deformação ao expressar a deformação relativa em unidades de comprimento ao multiplicar pelo comprimento médio inicial das linhas  $L_1$  e  $L_3$  como mostra a Equação 10.

$$E_d = \frac{1}{4} (\epsilon_{3y'} - \epsilon_{1y'}) (L_3 + L_1) \quad \text{Equação 10}$$

$E_d$ : escorregamento por deformação entre os grãos

A aplicação do método do quadrilátero nas imagens mostradas na Figura 51, geradas durante dois diferentes ensaios termomecânicos *in-situ* a alta temperatura na liga ERNiCr-3,

permitiu a determinação da deformação e escorregamento dos contornos de grão. Nesta figura os quadriláteros em violeta correspondem ao sistema sem deformação e em amarelo aos sistemas após a deformação. Deve-se notar que os pontos utilizados são fixados em características morfológicas na microestrutura da amostra que se conservam ao longo do ensaio termomecânico *in-situ*.

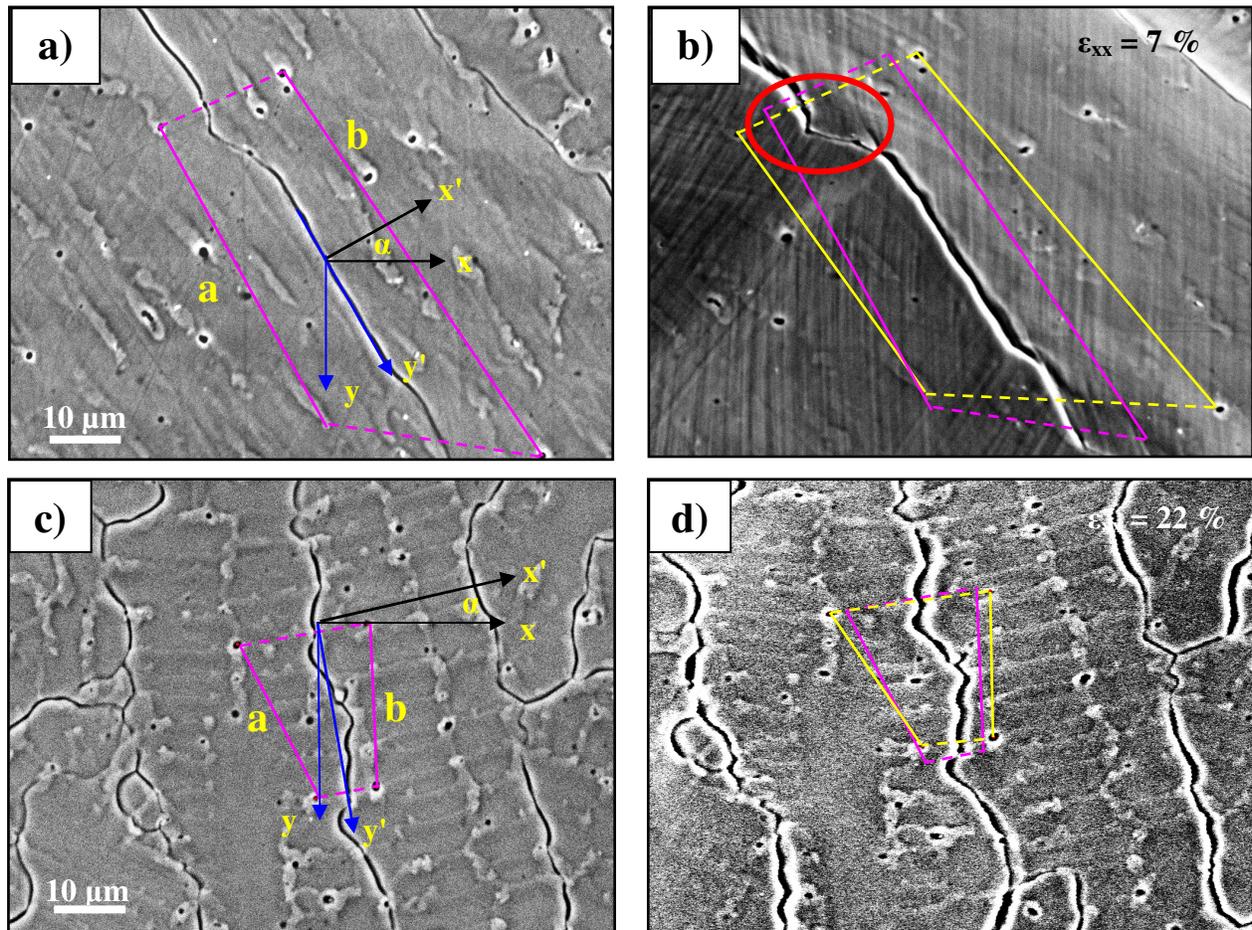


Figura 51. Imagens de duas amostras da liga ERNiCr-3 submetidas ao ensaio termomecânico *in-situ*. Teste de deformação a 957 °C, a) antes da deformação e b) após a deformação. Teste de deformação a 927 °C, c) antes da deformação e d) após a deformação. Os quadriláteros em violeta (no deformado) e amarelo (após deformação), foram desenhados considerando pontos de referência nas imagens.

Os resultados das medidas de escorregamento dos contornos de grão e da deformação na região anexa aos contornos das amostras da liga ERNiCr-3 apresentados na Figura 51 foram calculados utilizando o método do quadrilátero explicado acima. Os resultados destas medidas são apresentados na Tabela 13.

Tabela 13. Medidas de escorregamento dos contornos de grão e deformação na região anexa aos contornos apresentados nas imagens da Figura 51, correspondentes à liga ERNiCr-3.

Figura 51	Temperatura [°C]	Contorno	Ângulo $\alpha$	$E_d$ [ $\mu\text{m}$ ]	$E_p$ [ $\mu\text{m}$ ]	$\Delta_{x'}$ [ $\mu\text{m}$ ]		$\epsilon_{x'x'}$ [%]		$\Delta_{y'}$ [ $\mu\text{m}$ ]		$\epsilon_{y'y'}$ [%]	
						$L_2$	$L_4$	$L_2$	$L_4$	$L_1$	$L_3$	$L_1$	$L_3$
<b>a - b</b>	957	Plano	33°	0,93	3,44	10,51	10,25	63,0	44,6	-2,24	-0,93	-4,7	-1,4
<b>c - d</b>	927	Ondulado	13°	-0,18	0,74	4,13	1,55	22,3	18,5	-2,31	-2,56	-9,8	-11,4

Nota:  $E_d$  - Escorregamento do contorno de grão por deformação.

$E_p$  - Escorregamento puro do contorno de grão;

$\Delta_{x'}$  - alongamento na direção  $x'$  (normal ao contorno)

$\Delta_{y'}$  - alongamento na direção  $y'$  (paralelo ao contorno)

$\epsilon_{x'x'}$  - Deformação de engenharia na direção  $x'$  (normal ao contorno)

$\epsilon_{y'y'}$  - Deformação de engenharia na direção  $y'$  (paralelo ao contorno)

$L_1, L_2, L_3$  e  $L_4$  - Linhas segundo a Figura 50

Em primeiro lugar, cabe ressaltar que apesar das figuras corresponder a um mesmo tipo de material, a morfologia dos contornos é diferente. A Figura 51.a mostra um contorno pouco ondulado e inclinado a 33° em relação à direção da carga (eixo x), enquanto a Figura 51.c mostra um contorno bastante ondulado e inclinado 13° em relação à direção de aplicação da carga (eixo x) e adicionalmente tem um precipitado no contorno.

A observação das imagens revela indícios de escorregamento em ambos os contornos mostrados na Figura 51. No contorno da Figura 51.b, a zona mostrada no círculo vermelho contém uma saliência que antes da deformação aparece com o extremo redondo, mas depois este vira um canto agudo, gerado pela acumulação da deformação. Do outro lado na Figura 51.c o precipitado aparece no centro de uma borda plana, mas com a deformação severa que apresenta está região, esta partícula se mantém fixa no grão do lado direito, mas se desloca relativo ao grão do lado esquerdo.

O escorregamento de contornos de grão pode-se apresentar de duas componentes: escorregamento por deformação e escorregamento puro. Como anteriormente apresentado, o método de análise do quadrilátero permite separar os dois tipos de escorregamento e quantificar a deformação na região do contorno. O alongamento e a deformação da componente na direção  $x'$  das linhas  $L_2$  e  $L_4$ , normal ao contorno (alongamentos  $\Delta_{2x'}$  e  $\Delta_{4x'}$  com deformações  $\epsilon_{2x'x'}$  e  $\epsilon_{4x'x'}$ ), fornecem informação sobre a deformação perpendicular ao contorno. A diferença entre as deformações da projeção na direção  $x'$  das linhas  $L_2$  e  $L_4$  está relacionada com a heterogeneidade da deformação normal ao contorno na região adjacente ao contorno. Por outro lado, a diferença entre as deformações da projeção na direção  $y'$  das linhas  $L_1$  e  $L_3$ , paralelo ao contorno ( $\epsilon_{1y'y'}$  e

$\epsilon_{3y'y'}$ ), proporcionam informação sobre o escorregamento por deformação entre os dois grãos.

A Tabela 13 apresenta os resultados para o escorregamento por deformação ( $E_d$ ), escorregamento puro ( $E_p$ ), alongamento das linhas  $L_1$ ,  $L_2$ ,  $L_3$  e  $L_4$  na direção  $x'$  ( $\Delta_{x'}$ ) e  $y'$  ( $\Delta_{y'}$ ), e a deformação destas mesmas linhas na direção  $x'$  ( $\epsilon_{x'x'}$ ) e  $y'$  ( $\epsilon_{1y'y'}$ ). O escorregamento por deformação calculado e apresentado na Tabela 13 é pequeno nas duas amostras. Para, a amostra com o contorno tortuoso (Figura 51d) o escorregamento por deformação ( $E_d = -0,18 \mu\text{m}$ ) é confirmado pela diferença entre deformações ( $\epsilon_{1y'y'} - \epsilon_{3y'y'} = -1,6 \%$ ). Esta diferença é um pouco maior para a amostra com contorno plano (Figura 51b) ( $E_d = 0,93 \mu\text{m}$  e  $\epsilon_{1y'y'} - \epsilon_{3y'y'} = -3,3 \%$ ). Pode-se confirmar a presença de escorregamento por deformação para ambas as amostra da Figura 51.

Os resultados de escorregamento puro ( $E_p$ ) nos dois contornos de grão estudados são coerentes com os indícios visuais descritos anteriormente, sendo esperado, e confirmado, o maior escorregamento na amostra com contorno plano ( $E_p = 3,44 \mu\text{m}$ ) com relação ao contorno tortuoso ( $E_p = 0,74 \mu\text{m}$ ). Esta diferença quantitativa no escorregamento dos contornos analisados é atribuída tanto ao ângulo do contorno (pelo menos no plano da superfície da amostra) quanto à morfologia do próprio contorno. Como foi verificado experimentalmente, a deformação normal é máxima na direção  $x$ , que é a direção de aplicação da carga externa (horizontal na Figura 51), e a deformação cortante é máxima a  $45^\circ$  com a direção  $x$  (ver seção 4.7.2). Assim, a tensão cortante é máxima nos contornos que se aproximam deste ângulo de  $45^\circ$  com a direção de aplicação da carga (direção  $x$ ). Portanto o escorregamento destes contornos é mais provável quando comparados com contornos orientados em ângulos com a direção  $x$  perto de  $0^\circ$  ou  $90^\circ$ . Desta forma, foi aqui verificado experimentalmente e quantificado como o ângulo de inclinação e as características morfológicas do contorno têm influencia importante na sua resistência ao escorregamento, e portanto, na ductilidade em temperatura elevada, que claramente controla o fenômeno de FQD. Estes resultados vem a suportar hipóteses levantadas na literatura relacionada com o fenômeno de FQD, especialmente a que sugere que microestruturas com contornos ondulados ou tortuosos na temperatura de possível ocorrência de FQD são mais resistentes a este tipo de fratura que aquelas com contornos de grão mais lisos ou planos (Ramirez, 2004, Ramirez, 2004). Porém, serão necessários, no futuro, estudos quantitativos mais exaustivos sobre a susceptibilidade ao escorregamento de diversas microestruturas e em diversas temperaturas. Parte destes estudos deverá vir a ser realizada utilizando a metodologia aqui desenvolvida.

Para as ligas de níquel estudadas foi quantificada a susceptibilidade à FQD, obtendo-se uma melhor resistência à FQD da liga ERNiCr-3 quando comparada com a liga ERNiCrFe-7. Esta diferença na susceptibilidade à FQD foi associada em trabalhos anteriores às diferenças microestruturais, principalmente à morfologia dos contornos de grão (Ramirez, 2004, Nisley, 2004). Da mesma forma estudos anteriores e a caracterização microestrutural aqui desenvolvida demonstraram que os contornos de grão da estrutura bruta de fusão da liga ERNiCr-3 têm presença de contornos de grão migrados preponderantemente ondulados. No entanto, a liga ERNiCrFe-7 apresenta grande quantidade de contornos de grão migrados planos ou lisos. A partir das observações microestruturais e ensaios do tipo Vrestraint e deformação-para-fratura (STF) surgiu a teoria da queda de ductilidade devido ao escorregamento dos contornos de grão em temperatura elevada sob a presença de cargas elevadas (Ramirez, 2004). Esta teoria baseada em medidas quantitativas de susceptibilidade à FQD de diversos materiais e observações microestruturais qualitativas explica adequadamente a diferença na resistência à FQD entre a liga ERNiCr-3 e ERNiCrFe-7, assim como entre outros sistemas, mas até o momento não tinha sido apresentada evidência quantitativa que permitisse relacionar o escorregamento dos contornos com a susceptibilidade à FQD.

Portanto, os resultados aqui apresentados sustentam a hipótese do escorregamento dos contornos de grão como um fator preponderante na queda da ductilidade em alta temperatura das ligas de níquel ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 e abrem a possibilidade de estudos mais amplos neste mesmo tipo de ligas, além de propiciar o estudo de sistemas diferentes, especialmente de sistemas melhorados.

#### **4.7.2. Mapeamento das Deformações**

Com o intuito de obter informação quantitativa relevante a partir das imagens da amostra durante o teste de deformação está sendo desenvolvido em trabalho paralelo um procedimento para mapear a deformação da microestrutura ao longo do processo de deformação. Este processamento realizado no ambiente do programa MatLab® é baseado na correlação digital de imagens (DIC) e algoritmos de alinhamento e processamento de imagens junto com cálculos de plasticidade de materiais (Peternella, 2007). Portanto, o desenvolvimento deste método de calcular os mapas de deformação necessita de verificação experimental que vem sendo baseada em resultados experimentais do teste termomecânico *in-situ* apresentados e discutidos a seguir.

Na Figura 52 é apresentada a evolução da tensão e o alongamento durante o teste termomecânico *in-situ* realizado a 970°C da liga ERNiCrFe-7.

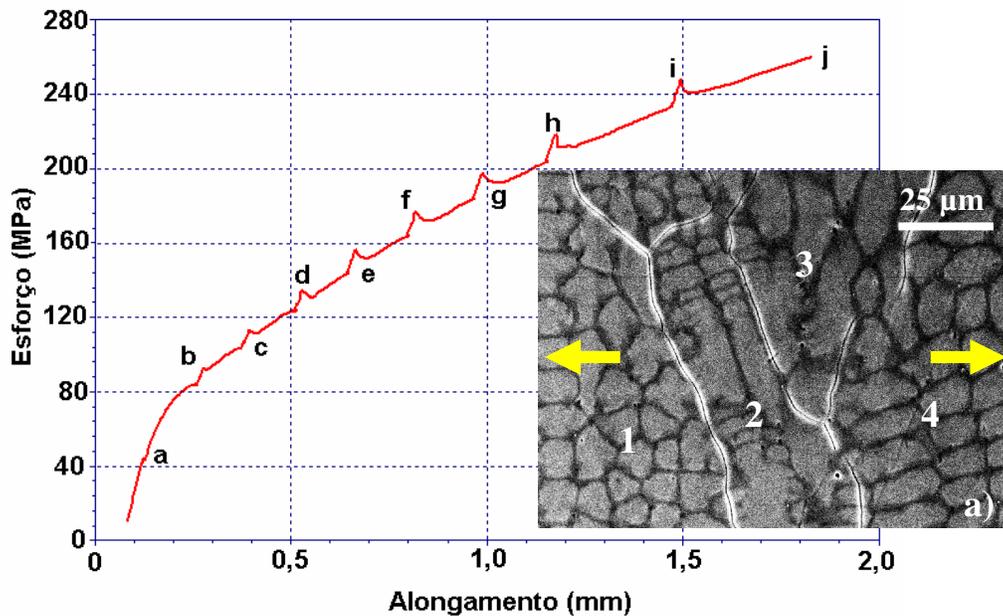


Figura 52. Deformação *in-situ* a 970 °C da liga de Ni ERNiCrFe-7. Evolução da tensão e alongamento e identificando os diferentes pontos onde foram obtidas as imagens usadas para o cálculo dos mapas de deformação.

Alem do acompanhamento *in-situ* de todo o processo de deformação, diversas imagens com foram obtidas ao longo do processo de deformação nos instantes marcados como a-j na curva tensão-alongamento. Na Figura 52 também é apresentada a imagem da região de interesse logo no início do processo de deformação, as setas nela indicam a direção de aplicação da carga externa e os números são utilizados para identificar alguns dos grãos cujo processo de deformação é acompanhado. A Figura 53 e Figura 54 mostram à esquerda as imagens da microestrutura durante as diferentes etapas do teste de deformação (de acordo com as letras marcadas na curva tensão-alongamento da Figura 52) com o mapa de deformação efetiva (fração) superposto e a direita o os mapas de deformação efetiva calculado segundo a Equação 11.

$$\bar{\epsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \sqrt{\epsilon_1^2 + \epsilon_2^2 + \epsilon_3^2} \quad \text{Equação 11}$$

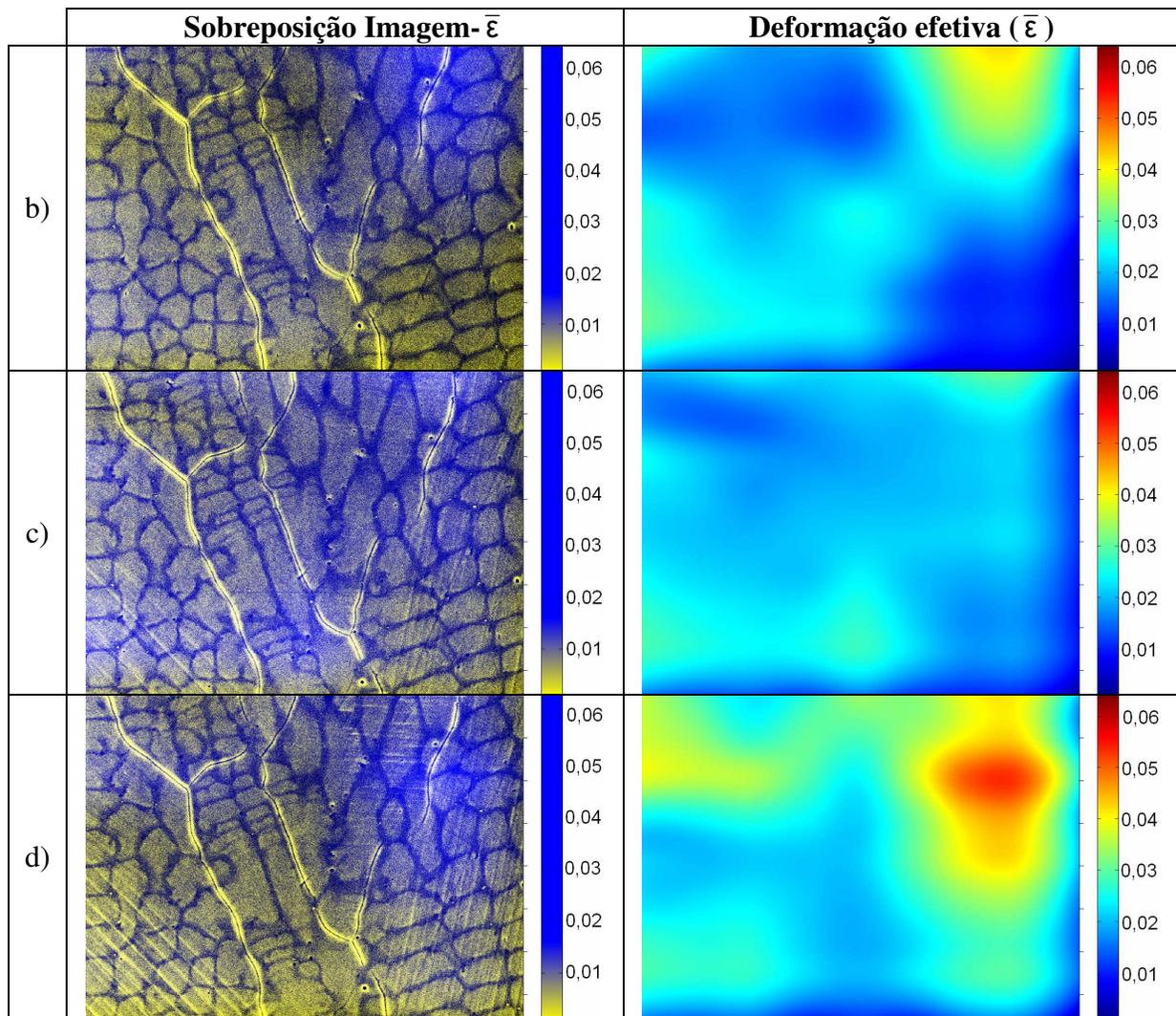


Figura 53. Evolução microestrutural e da deformação durante teste termomecânico *in-situ* a 970 °C da liga ERNiCrFe-7 nas condições apresentadas na Figura 52. Na coluna da esquerda é apresentada a sobreposição das micrografias com o mapa de deformação efetiva e na coluna da direita os mapas de deformação efetiva. Os valores de deformação são diferenciais entre as imagens e não acumulativos.

Os valores das deformações efetivas em fração apresentadas nas Figura 53 e Figura 54 são diferenciais de imagem para imagem e não acumulativos. Deve ser mencionado que o algoritmo implementado até a época destes cálculos não permite o calculo da deformação acumulada, mas no futuro isto será possível. A escala de cores para a deformação total é apresentada à direita de cada imagem ou mapa, onde a cor vermelha corresponde ao valor máximo de deformação enquanto o azul é o mínimo.

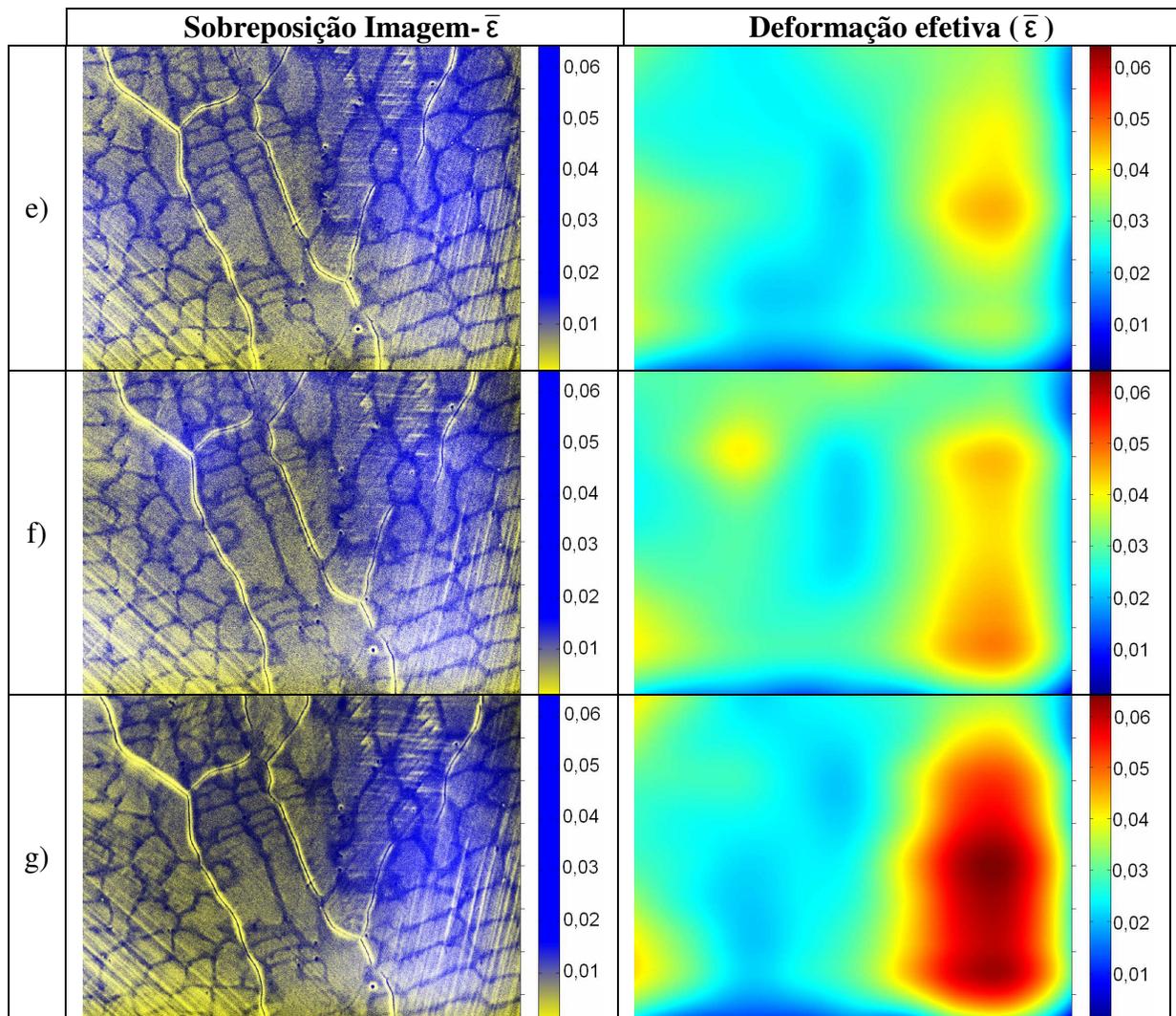


Figura 54. Evolução microestrutural e da deformação durante teste termomecânico in-situ a 970 °C da liga ERNiCrFe-7 nas condições apresentadas na Figura 52. Na coluna da esquerda é apresentada a sobreposição das micrografias com o mapa de deformação efetiva e na coluna da direita os mapas de deformação efetiva. Os valores de deformação são diferenciais entre as imagens e não acumulativos.

Nas Figura 55 e Figura 56 são apresentados para estas mesmas imagens os mapas de  $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$  e  $\gamma_{\max}$ , sendo evidente a preponderância da componente  $\epsilon_{xx}$ , que é a direção da carga externa.

Para este ensaio as zonas com maiores mudanças, de acordo com a Figura 52, correspondem aos grãos denominados 1, 3 e 4 nos quais a formação de bandas de deformação é notória. Segundo a teoria da deformação (Dieter, 1998) o máximo esforço cortante está a 45° da direção de aplicação do esforço normal. A carga externa é aplicada na horizontal (ver setas na Figura 52) e os valores obtidos do mapeamento revela uma deformação de tração  $\epsilon_{xx}$  (direção x

coincide com a horizontal) muito maior que a reportada por os mapas de deformação  $\epsilon_{yy}$ . Portanto, existe uma deformação normal preponderante na direção x resultando em máximo esforço cortante perto de  $45^\circ$  com a horizontal. Isto explica a orientação preferencial perto dos  $45^\circ$  com a horizontal das linhas que evidenciam as bandas de deformação dentro dos grãos, como no caso dos grãos 1 e 4. No caso do grão 4, a inclinação do sistema de deformação com relação à deformação normal preponderante é ligeiramente menos favorável que no caso do grão 1. Porém, com o avanço do teste, a deformação  $\epsilon_{xx}$  neste grão atinge valores de deformação progressiva de até 5,5%. Os mapas mostram como é nestes dois grãos onde ao longo de todo o ensaio se concentram as maiores deformações efetivas e também deformações cortantes máximas.

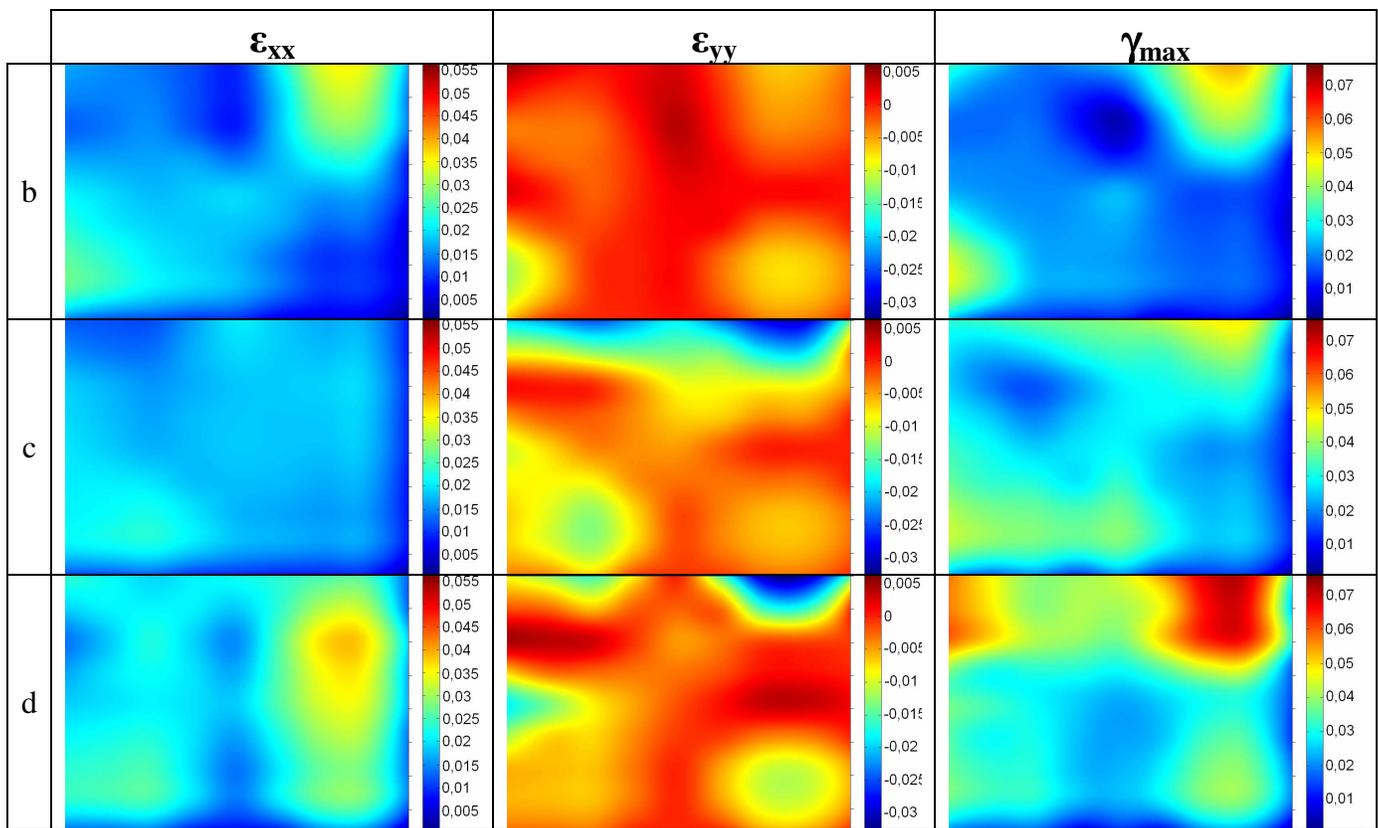


Figura 55. Mapas de deformação para  $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$  e  $\gamma_{max}$  com diferentes grãos de deformação durante o teste de deformação *in-situ* na liga ERNiCrFe-7 a  $970^\circ\text{C}$ . Pontos b, c e d do processo de deformação.

No caso do grão 3, na etapa d da deformação apresentados na Figura 53, é evidente o início do aparecimento das bandas de deformação. Este coincide com o aumento súbito da deformação nesta mesma região mostrado pelo mapa de deformação efetiva e cortante na mesma etapa. As bandas de deformação observadas no grão 3 apresentam orientação quase horizontal e portanto, a

ativação do sistema de deformação neste grão não tão eficiente e por isto a deformação deste grão somente ocorrem após os grãos 1 e 4 terem sido deformados severamente, causando o rearranjo das tensões no material, com o qual a deformação  $\epsilon_{yy}$  aumenta um pouco e portanto, a deformação cortante máxima na região do grão 3 aumenta e com isto o processo de deformação é nele iniciado.

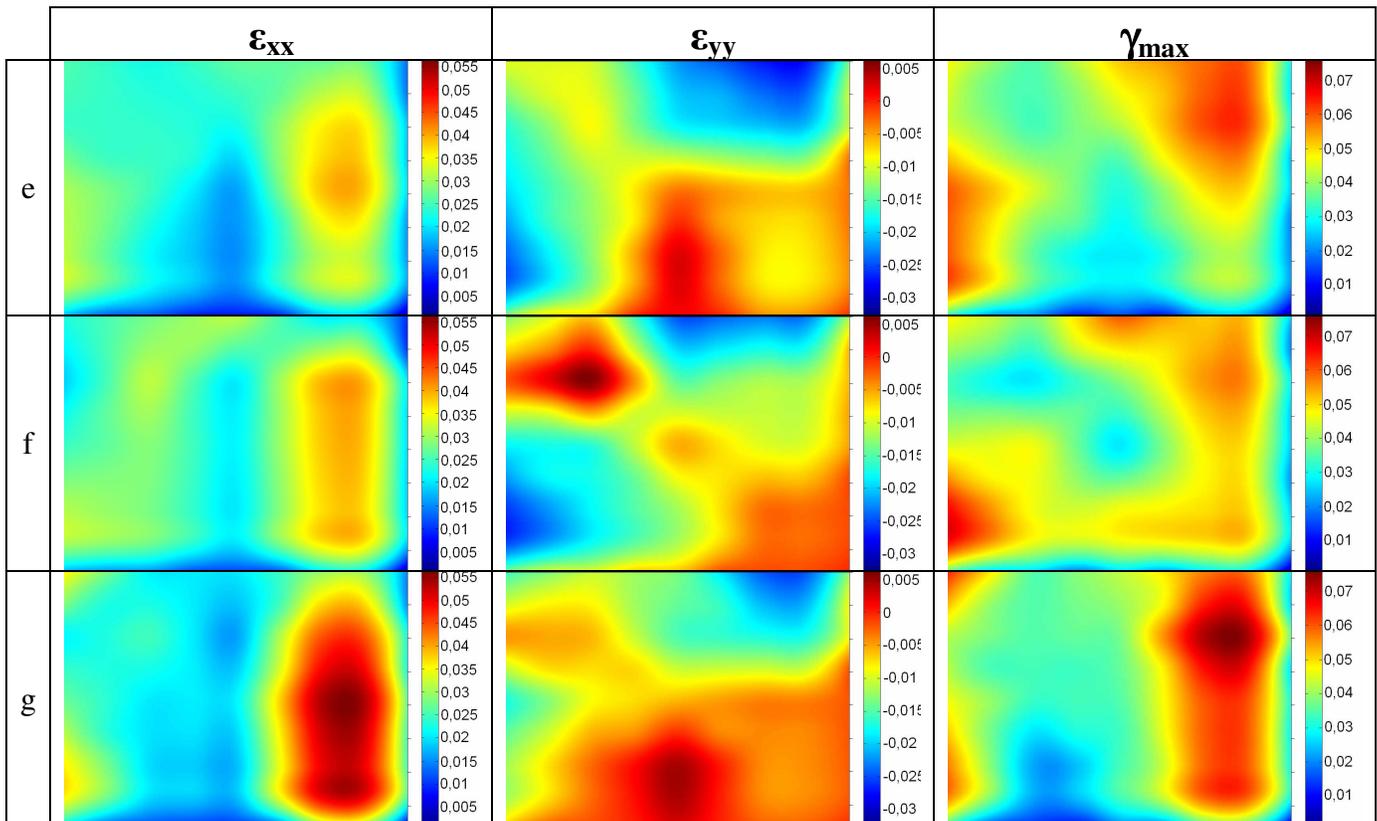


Figura 56. Mapas de deformação para  $\epsilon_{xx}$ ,  $\epsilon_{yy}$  e  $\gamma_{max}$  com diferentes grãos de deformação durante o teste de deformação *in-situ* na liga ERNiCrFe-7 a 970 °C. Etapas e, f e g do processo de deformação.

Por outro lado o grão 2, mesmo tendo um sistema de escorregamento a aproximadamente 45 ° da horizontal, a deformação não é extensa e somente se fez evidente na parte inferior do grão a partir das etapas e e f da deformação. Porém, neste caso a deformação já é revelada pelos mapas de deformação efetiva e a deformação cortante máxima na etapa c da deformação.

Cabe lembrar que o sistema de escorregamento para estes cristais com estrutura CFC é dado pelo plano de escorregamento {111} nas direções <110>. Portanto, são múltiplos os sistemas que podem ser ativados durante a deformação. Desta forma, as bandas de deformação observadas nas imagens correspondem ao sistema antes citado, mas a orientação do grão e a

direção da tensão de cisalhamento resultante sob o mesmo são as que determinam o momento da ativação de um sistema em particular.

A análise anterior mostra que os dados apresentados pelos mapas de deformação são qualitativamente corretos e razoáveis, mas como o programa e os algoritmos de mapeamento estão sendo desenvolvidos, se faz necessário verificar se os valores das deformações calculados representam a realidade. Para fazer esta comparação, diversos mapas foram comparados com medidas realizadas aplicando o conceito de deformação de engenharia e três pontos de referência facilmente identificáveis nas diversas etapas do processo de deformação a 970 °C da liga ERNiCrFe-7 (ver Figura 52), como apresentado na Figura 57.

É importante observar que os mapas de deformação apresentados nas Figura 53, Figura 54, e Figura 55 mostram a deformação diferencial entre as etapas consecutivas do processo de deformação a 970 °C da liga ERNiCrFe-7, enquanto que as medidas apresentadas na Tabela 14 da deformação de engenharia utilizando os três pontos de referencia nas imagens correspondem à deformação tanto à deformação diferencial como a acumulada em cada etapa do processo.

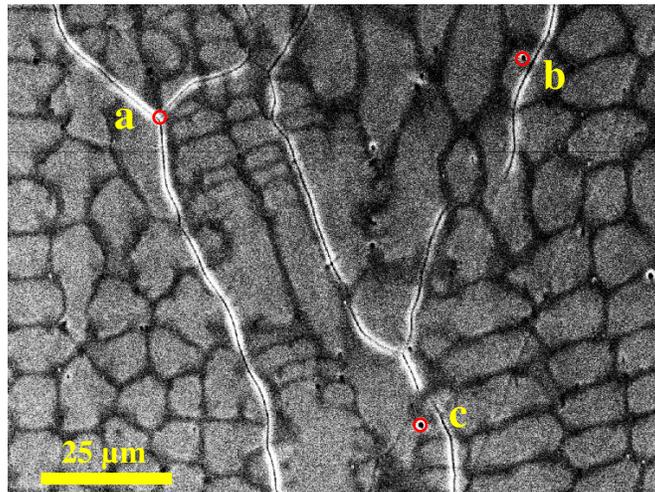


Figura 57. Medida da deformação de engenharia usando os pontos de referência a, b e c marcados em vermelho. Imagem do processo de deformação a 970 °C da liga ERNiCrFe-7.

Tanto a deformação determinada a partir do processo de mapeamento utilizando DIC, como a deformação verdadeira, medida utilizando os três pontos de referencia nas imagens, é heterogênea tanto em magnitude quanto em direção como pode ser observado nas Figura 55 e Figura 56. Mesmo assim, os dados apresentados na Tabela 14 vem a confirmar a validade dos

valores de deformação determinados utilizando o mapeamento. Os quadros ressaltados em amarelo, nesta tabela, são coerentes com os resultados mostrados nos mapas de deformação.

Tabela 14. Medidas de deformação entre imagens e deformação total pelo método de engenharia usando as retas  $L_1$ ,  $L_2$  e  $L_3$  formadas pelos pontos a-b, b-c e a-c respectivamente. As letras da b até a j na tabela correspondem às figuras na seqüência de deformação e os quadros em amarelo mostram os resultados mais coerentes para esta seqüência de deformação.

F	L	Diferencial		Acumulada	
		$\epsilon_{xx}$	$\epsilon_{yy}$	$\epsilon_{xx}$	$\epsilon_{yy}$
b	$L_1$	1,2	8,3	1,2	8,3
	$L_2$	-0,8	0,7	-0,8	0,7
	$L_3$	2,0	-0,8	2,0	-0,8
c	$L_1$	1,4	2,6	2,6	11,1
	$L_2$	4,2	0,0	3,3	0,7
	$L_3$	0,3	-0,6	2,3	-1,4
d	$L_1$	2,8	2,5	5,4	13,9
	$L_2$	6,5	-0,9	10,0	-0,2
	$L_3$	1,3	-1,7	3,6	-3,1
e	$L_1$	2,2	7,3	7,8	22,2
	$L_2$	4,5	0,7	15,0	0,5
	$L_3$	1,3	-0,9	5,0	-4,0
f	$L_1$	3,3	3,4	11,3	26,4
	$L_2$	5,8	-0,5	21,7	0,0
	$L_3$	2,2	-1,5	7,3	-5,4
g	$L_1$	3,0	1,1	14,7	27,8
	$L_2$	8,2	-0,9	31,7	-0,9
	$L_3$	0,6	-1,5	7,9	-6,8
h	$L_1$	3,1	5,4	18,2	34,7
	$L_2$	3,8	0,2	36,7	-0,7
	$L_3$	2,8	-1,2	10,9	-7,9
i	$L_1$	6,0	-1,0	25,3	33,3
	$L_2$	9,8	-1,7	50,0	-2,4
	$L_3$	4,2	-1,8	15,5	-9,6
j	$L_1$	7,9	6,3	35,2	41,7
	$L_2$	8,9	-0,7	63,3	-3,1
	$L_3$	7,4	-2,8	24,1	-12,2

Porém, não se deve esquecer que as duas técnicas fornecem resultados cuja interpretação é diferente. No caso das medidas utilizando linhas, conforme o comprimento das mesmas aumenta,

estas podem passar a abranger regiões onde as deformações podem ser completamente diferentes, mas o resultado final é a média de todas as deformações ao longo do seu comprimento. Do outro lado, o uso de linhas mais curtas permite o cálculo da deformação com melhor resolução espacial, mas o erro envolvido na medida é maior. O mesmo acontece com o processo de mapeamento de deformações, caso no qual a imagem deve ser dividida em regiões para a determinação da deformação, mas o número de regiões nas quais a imagem é dividida é ditado por um compromisso entre a resolução espacial do mapeamento e o erro da medida. Porém, no caso do mapeamento existe mais um fator complicador ao se tentar melhorar a resolução espacial do mapa, sendo este a possível falta de contraste na imagem dentro das regiões, com o qual o processamento das imagens para a determinação da deformação falha. Problema que pode ser reduzido com a marcação da amostra, como previamente apresentado.

Então, para encerrar a discussão em torno das grandezas das deformações obtidas através do processo de mapeamento, pode-se considerar que estas são adequadas e fornecem informação valiosíssima sobre a distribuição de deformações ao longo da superfície da amostra, permitindo entender melhor os fenômenos de deformação e trincamento. Porém, a medida manual da deformação de engenharia não pode ser totalmente descartada, pois é um complemento essencial para a interpretação dos resultados dos ensaios termomecânicos *in-situ*, já que pelas limitações próprias do procedimento DIC, se torna um desafio analisar imagens onde a deformação seja muito elevada, o que dificulta a determinação da deformação acumulada, o que não acontece com o método de medida manual.

## Capítulo 5

### Sumario

O presente estudo permitiu o desenvolvimento de instrumentação avançada para a realização de experimentos termomecânicos *in-situ*, envolvendo temperaturas elevadas, em microscópio eletrônico de varredura. As metodologias relacionadas com a interpretação dos resultados obtidos neste tipo de ensaios, que vem sendo desenvolvidas em trabalhos paralelos foram satisfatoriamente implementadas e testadas. O desenvolvimento desta instrumentação vem a ampliar o conhecimento técnico e científico da equipe do Laboratório de Microscopia Eletrônica do LNLS, que se agregam ao esforço contínuo pelo melhoramento da qualidade e impacto internacional da ciência desenvolvida neste centro, em especial na sua parceria com o Departamento de Materiais da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP.

A experiência adquirida na realização de experimentos *in-situ* no MEV e a nova instrumentação permitirão desenvolver diversos projetos de pesquisa inéditos em nível internacional envolvendo o estudo de transformações de fase e mecanismos de deformação e falha de materiais, entre outros.

Porém, o objeto imediato deste desenvolvimento é o estudo do fenômeno de fratura por queda de ductilidade de ligas de níquel. Portanto, foi desenvolvido ensaio termomecânico *in-situ* no microscópio eletrônico de varredura para o estudo do fenômeno de fratura por queda de ductilidade nas ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3, na faixa de temperaturas de 700 até 1000 °C. Como resultados foram obtidos dados relacionados com a resposta mecânica do material durante o ensaio em alta temperatura e novas informações sobre o processo de deformação e início das trincas como, por exemplo, os valores de deformação local nas regiões onde se iniciam as trincas, e o esclarecimento e inédita quantificação do processo de escorregamento de contornos de grão envolvido no processo de fratura por queda de ductilidade.

As imagens obtidas durante o acompanhamento do teste *in-situ* foram submetidas à análise para determinar a deformação e desta forma encontrar, para diversas temperaturas, a deformação mínima para o início da fratura por queda de ductilidade. Desta forma, o teste *in-situ* permitiu reproduzir resultados de medida de susceptibilidade ao trincamento por queda de ductilidade anteriormente obtidos utilizando o ensaio deformação-para-fratura (STF) que é baseado na utilização de simulador termomecânico tipo *Gleeble*®.

## Capítulo 6

### Conclusões

Durante as diferentes etapas neste estudo foram obtidas informações relacionadas tanto com o desenvolvimento da instrumentação e do ensaio termomecânico *in-situ*, quanto com a resposta das ligas estudadas às diferentes condições do ensaio. Assim, baseando-se nos resultados e discussão apresentados nas seções anteriores é possível formular as seguintes conclusões:

#### Desenvolvimento de Instrumentação

1. Foi desenvolvida e comissionada instrumentação dedicada para a realização de ensaios termomecânicos *in-situ* no microscópio eletrônico de varredura (MEV), a qual permite o acompanhamento em tempo real de processos de deformação por tração na faixa de temperatura entre 25 e 1000 °C.
2. Foi comissionado e testado no MEV, o detector de elétrons secundários desenvolvido no LNLS que permite a obtenção de imagens de amostras em alta temperatura (HT-SE), em condições de vácuo. A resolução das imagens obtidas com este detector utilizando 15 kV, medida na temperatura ambiente utilizando o método da borda, é de 12 nm.

#### Desenvolvimento de Ensaio Termomecânico *in-situ* para o Estudo do Fenômeno de Fratura por Queda de Ductilidade

3. Foi projetado e testado o formato de corpo de prova específico para realização de ensaio termomecânico *in-situ* para o estudo do fenômeno de fratura por queda de ductilidade. O formato com seção reduzida permitiu concentrar as deformações e as fraturas finais no lugar de interesse.

4. Foram desenvolvidos parâmetros mecânicos e térmicos específicos para a realização de ensaio termomecânico *in-situ* para o estudo do fenômeno de fratura por queda de ductilidade em ligas de Ni. A taxa de deformação escolhida foi de 0,06 mm/s.
5. Foi identificada a região da amostra, dentro do *spot* de soldagem formada por grãos alongados (colunares ou colunares dendríticos) distribuídos radialmente e com a maior concentração de contornos de grãos migrados, denominada banda crítica. Nesta banda, os grãos orientados perpendicularmente ao eixo de aplicação da carga externa definem uma sub-região com maior probabilidade de formação de trincas por FQD denominada zona crítica, na qual foram concentrados os estudos aqui apresentados.

Estudo do Fenômeno de Fratura por Queda de Ductilidade das Ligas de Níquel ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 Mediante a Utilização do Ensaio Termomecânico *in-situ*

6. As amostras para a realização do ensaio termomecânico *in-situ* produzidas utilizando as ligas de Ni apresentaram as mesmas características microestruturais reportadas em estudos prévios de fratura por queda de ductilidade dos mesmos materiais. Dentre as características microestruturais devem ser destacadas:
  - a. Liga ERNiCrFe-7: matriz austenítica contendo alguns poucos carbonitretos de titânio-cromo - (TiCr)(CN). Estrutura de solidificação predominantemente colunar, com contornos de grão migrados pouco ondulados.
  - b. Liga ERNiCr-3: matriz austenítica com grande quantidade de carbonitretos de titânio-nióbio -(NbTi)(CN) interdendríticos. Estrutura de solidificação predominantemente colunar-dendrítica, com contornos de grão migrados bastante ondulados.
7. Foram realizados ensaios de deformação *in-situ* a alta temperatura nas ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 entre 700 e 1000 °C. Como resultados foram obtidas curvas tensão-alongamento e fotografias e vídeos registrando a evolução da deformação e trincamento das microestruturas.

8. Foram realizadas medidas de deformação de engenharia em escala sub-micron utilizando metodologia manual de seguimento de pontos destacados e de correlação digital de imagens. Estas medidas mostraram a severa heterogeneidade em magnitude e direção da deformação ao longo da microestrutura. Heterogeneidade que depende principalmente da orientação dos grãos com relação às tensões cortantes resultantes em cada região da microestrutura.
9. Foi acompanhado o início das trincas intergranulares por queda de ductilidade em microestruturas brutas de soldagem nas ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3, permitindo determinar a deformação mínima para o início do trincamento por FQD para diversas temperaturas.
10. A partir de diversas medidas de deformação mínima para o início do trincamento por FQD em diferentes temperaturas foi possível determinar a deformação limite ( $\epsilon_{Lim}$ ) para o início do trincamento por FQD das ligas de Ni ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3 na faixa de temperatura avaliada (700 – 1000 °C). Desta forma, para a liga ERNiCrFe-7  $\epsilon_{Lim}$  foi de 7,3% a 900°, e para a liga ERNiCr-3 foi de 15,2 % a 850°. Estes valores de  $\epsilon_{Lim}$  são muito superiores aos medidos utilizando o teste deformação-para-fratura (STF).
11. O resultado da medida de susceptibilidade à FQD utilizando o ensaio termomecânico in-situ das ligas ERNiCrFe-7 e ERNiCr-3, confirmou os resultados reportados na literatura técnica e científica que mostram a maior resistência à FQD da liga ERNiCr-3 quando comparada com a liga ERNiCrFe-7.
12. De forma inédita, foram quantificados o escorregamento de contornos de grão puro e por deformação na liga ERNiCr-3 quando deformada a temperatura elevada, fornecendo informação quantitativa sobre o mecanismo envolvido na queda de ductilidade a alta temperatura. Resultado que vem a suportar a hipótese que relaciona diretamente o fenômeno de FQD como o escorregamento dos contornos de grão.

## Capítulo 7

### Sugestões para Próximos Trabalhos

Das dificuldades e observações surgidas nesta pesquisa são igualmente extraídas algumas sugestões para o melhoramento nos equipamentos, a preparação de amostra e desenvolvimento do ensaio em geral.

1. Em primeiro lugar, é necessário melhorar o sistema de controle de temperatura de forma que possa ser definida uma taxa de aquecimento e uma temperatura fixa, onde os parâmetros de controle (parâmetros PID) permitam definir a melhor forma de atingir temperatura programada. A medida da temperatura, de preferência, deveria ser feita na amostra, mas isto é quase impossível pelas diferentes barreiras isolante e o tamanho do corpo de prova onde a medida é permitida. Porém se mantida a medida na fonte de calor, o instrumento pode mudar de sistema por contato (termopar) para um sem contato (princípio de corpo negro), onde o ambiente não faz diferença nenhuma na medida e, aliás, permitiria controlar o nível de oxidação do cartucho aquecedor ao mudar o coeficiente de emissão.
2. A aquisição de um detector sensível de fase (PSD) de alta frequência permitiria aumentar a velocidade de varredura durante os testes a temperaturas superiores a 1000°C, de modo que a quantidade de quadros de vídeo com informação do ensaio aumente e a faixa útil do ensaio seja ampliada.
3. O melhoramento do sistema de vídeo e processamento no MEV permitiria obter os vídeos diretamente no computador do equipamento, o que facilitaria enormemente o trabalho durante o experimento, assim como abriria a possibilidade de obter as

imagens com a velocidade máxima de varredura e gravar o vídeo com a informação diretamente da placa de vídeo e não captada da tela sem perdas na resolução.

4. Além disso, um ponto essencial é aumentar o contraste nas imagens; uma técnica foi examinada neste projeto a fotolitografia, esta trouxe bons resultados, porém tem limitações pela forma como a amostra é preparada; outra alternativa é o depósito dos pontos por *focus ion beam* (FIB), mas o uso deste tipo de equipamentos é restrito; finalmente, outra alternativa é o depósito na superfície de nano-partículas de ouro distribuídas em todo o ponto de solda, mas o tamanho das partículas e sua resposta sob deformação ainda estariam por definir.
5. Igualmente, é possível o desenvolvimento de diferentes tipos de testes, tanto à temperatura ambiente como em elevadas temperaturas, considerando que os fatores de mais peso são o tempo de permanência a alta temperatura e a taxa de deformação, já que eles limitam o tipo de experiência que deseja-se implementar.
6. Importante seria poder num mesmo teste obter resultados tanto para quantificar a susceptibilidade ao FQD quanto para estudos do fenômeno, só que os primeiros requerem identificar o nível de deformação necessária para o início das trincas numa temperatura específica, o que poderia ser feito a baixas ampliações empregando grande parte do teste na localização do local de início do trincamento sem mudar a ampliação e sem seqüência de imagens; já para o estudo do fenômeno a ampliação tem que ser menor e o local sob observação tem que permanecer à vista para poder obter uma seqüência de imagens que permita calcular, medir e identificar a possível fonte das trincas. Em princípios, os testes poderiam ser independentes, porém se o tempo do ensaio fosse prolongado isto facilitaria o deslocamento a baixa ampliação em busca das trincas a baixa ampliação e voltar logo ao ponto inicial para fazer imagens com aumentos maiores.

## Referências Bibliográficas

1. Donachie, M. J., Donachie, S. J. Superalloys: A Technical Guide, ASM International, 2002.
2. Weite, Wu, Tsai, C. H. Metallurgical and Materials Transaction A 30 (1999) 417-425.
3. Lippold, J. C. in: Proceedings from Materials Solutions 2004 on Joining of Advanced and Specialty Materials Columbus, Ohio, USA, October 18–20, 2004, ASM International, 2005, 1-7.
4. Capobianco, T., Hanson, M. in: Proceeding of the 7th International Conference on Trends in Welding Reserch, Callaway Garden Resort, Pine Mountain, Georgia, USA, May 16-20, 2005, ASM International, 2006, 767-772.
5. Collins, M. G., Ramirez, A. J., Lippold, J. C. Welding Journal 83 (2) (2004) 39-49.
6. Ramirez, A. J., Lippold, J. C. Materials Science and Engineering A 380 (2004) 259-271.
7. Collins, M. G., Ramirez, A. J., Lippold, J. C. Welding Journal 82 (12) (2003) 348-354.
8. Collins, M. G., Lippold, J. C. Welding Journal 82 (10) (2003) 288-295.
9. Ramirez, A. J., Lippold, J. C. Internal Reserch Report, The Ohio State University, Columbus, OH, 2002, 1-35.
10. Collins, M. G., Lippold, J. C. in: Proceeding of the 6th International Trends in Welding Reserch Conference, Pine Mountain, Georgia, USA, April 15-19, 2002, ASM International, 2003, 586-590.
11. Nissley, N. E., Lippold, J. C. in: Proceeding of the 6th International Trends in Welding Reserch Conference, Pine Mountain, Georgia, USA, April 15-19, 2002, ASM International,

2003, 64-69.

12. Ramirez, A. J., Lippold, J. C. *Material Science and Engineering A* 380 (2004) 245-258.

13. Nissley, N.E., Lippold, J.C., *Welding Journal* 82 (12) (2004), 355–364.

14. Collins, M. G., Ramirez, A. J., Lippold, J. C. *Welding Journal* 82 (12) (2003) 348-354.

15. Ramirez, A. J., Sowards, J. W., Lippold, J. C. *Journal of Materials Processing Technology* 179 (1-2) (2006) 212-218.

16. Ramirez, A. J., Lippold, J. C. New insight into the mechanism of ductility dip cracking in Ni base weld metal, in: *Hot Cracking Phenomena in Welds*, Springer Berlin Heidelberg, Germany, 2005, 19-41.

17. Kazutoshi, N., Susumo, H., Naoshige, K., Shinji, K. in: *Proceeding from the 7th International Welding Symposium*, Kobe, Japan, November 20-22, 2001.

18. DuPont, J. N. *Welding Journal*, 78 (7) (1999) 253-263.

19. Dave, V. R., Cola, M. J., *Welding Journal*, 83 (1) (2004) 1-5.

20. Kikel, J. M., Parker, D. M. *Trends in Welding Research* (1998) 757–762.

21. Mandziej, S. T. Testing for Susceptibility to Hot Cracking on Gleeble Physical Simulator, in: *Hot Cracking Phenomena in Welds*, Springer Berlin Heidelberg, Germany, 2005, 347-376.

22. Ying, D., Chunqing, W., Mingyu, L. M., Han-Sur, B. *Journal of Material Science* 40 (2005) 1993-2001.

23. Nissley, N. E., *Intermediate Temperature Grain Boundary Embrittlement in Nickel-Base Weld Metals*, Ph.D. Dissertation, The Ohio State University, Columbus, OH, USA, 2006

24. Stach, E. A. *Microsc. Microanal.* 11 (2) (2005) 686.

25. Williams, D. B, Carter, C. B. *Transmission Electron Microscopy*, Plenum Press, 1996.

26. Goldstein, J. I. et all, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Plenum Press, 1992.

27. Reimer, L. *Scanning Electron Microscopy*, Springer-Verlag, Berlin, 1985.

28. LaVan, D. A., Sharpe, W. N. *Experimental Mechanics* 39 (3) (1999) 210-216.
29. Haque, M. A., Saif, M. T. *Experimental Mechanics* 42 (1) (2002) 123-128.
30. Kinaev, N. N., Cousens, D. R., Atrens, A. *Journal of Materials Science* 34 (1999) 4909-4920.
31. Zhang, X. P., Wang, C. H., Ye, L., Mai, W. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 25 (2) (2002) 141-150.
32. Zupan, M., Hayden, M. J., Boehlert, C. J., Hemker, K. J. *Experimental Mechanics* 41 (3) (2001) 242-247.
33. Tong, W., Tao, H., Jiang, X., Zhang, N., Marya, M. P., *Metallurgical and Materials Transactions A* 36 (2005) 2651-2669.
34. Berfield, T. A., Patel, J. K. *Experimental Mechanics*, 47 (2007) 51-62.
35. Lin, D., Chen, D. in: *Materials Research Society Symposium Proceedings Held in Boston, Massachusetts; USA, 29 Nov.-1 Dec. 1988*. 217-223. Materials Research Society, 1989, 33, 1989.
36. Hosseini, S. B., Temmel, C. *Metallurgical and Materials Transaction A*, Online First, (2007).
37. Andersson, H., Persson, C. *International Journal of Fatigue* 26 (2004) 211-219.
38. Franke, E. A., Wenzel, D. J., Davidson, D. L. *Review of Scientific Instruments* 62 (5) (1991) 1270-1279.
39. Vendroux, G., Knauss, W. G. *Experimental Mechanics* 38 (2) (1998) 86-92.
40. Liu, Y. L., Fischer, G. *Scripta Materialia* 36 (10) (1997) 1187-1194.
41. Kishimoto, S., Huimin, X., Shinya, N. *Optics and Laser in Engineering* 34 (2000) 1-14.
42. Xiao Xing, Z., Wells, L. G., Yaping J., Shearer, A. *Journal of Terramechanics* 32 (2) (1997) 73-82.
43. Wu, X., Cooper, C., Bowen, P. *Metallurgical and Materials Transaction A* 32 (2001) 1851-1860.
44. Peternella, F. G., Torres, E. A., Ramirez, A. J. Mapeamento de Micro-deformações Mediante

Análise de Imagens, Relatório Final Iniciação Científica PIBIC, Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, Campinas, SP, Brasil, 2007.

45. Kishimoto, S., Shinya, N. *Journal of Materials Science* 32 (1997) 3411-3417.
46. Lagattu, F., Bridier, F., Villechaise, P. *Materials Characterization* 56 (2006) 10-18.
47. Lyons, J. S., Liu, J., Sutton, M. A. *Experimental Mechanics* 36 (1) (1996) 64-70.
48. Lu, H., Cary, P. D. *Experimental Mechanics* 40 (4) (2000) 393-400.
49. Gregori, G., Kleebe, H. J. *Journal of Electron Microscopy* 51 (6) (2002) 347-352.
50. Erhart, H., Wang, R., Rapp, R. *Oxidation of Metals* 21 (1-2) (1984) 81-88.
51. Ramirez, A. J., Santos, R. G., Torres, E. A., Scorzato, C. R., Depósito de pedido de patente 0000220703897877 (2007).
52. Fielden, I. M., Rodenburg, J. M. *Materials Science Forum* 467-470 (2004) 1385-1388.
53. Tillack, D. J., Manning, J. M., J. R. Hensley. Heat Treating of Nickel and Nickel Alloys. In: *Heat Treating, ASM Handbook*, vol. 4, (1991) 2032-2043.
54. Petty, E. R. *Martensite: Fundamentals and Technology*, Longman, London, 1970.
55. Dieter, G. E. *Mechanical Metallurgy*, McGraw-Hill, London, 1988.