



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E INOVAÇÕES  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

sid.inpe.br/mtc-m21d/2022/03.14.23.30-TDI

**ESTUDO DOS PARÂMETROS DE SOLDAGEM A  
LASER DO Nb E Ti6Al4V COM POSTERIOR  
TRATAMENTO TERMOQUÍMICO VIA IMPLANTAÇÃO  
IÔNICA POR IMERSÃO EM PLASMA**

Rodrigo Andrade Paes

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Sergio Luiz Mineiro, e Rogério de Moraes Oliveira, aprovada em 07 de março de 2022.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34T/46GMN4B>>

INPE  
São José dos Campos  
2022

**PUBLICADO POR:**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE  
Coordenação de Ensino, Pesquisa e Extensão (COEPE)  
Divisão de Biblioteca (DIBIB)  
CEP 12.227-010  
São José dos Campos - SP - Brasil  
Tel.:(012) 3208-6923/7348  
E-mail: pubtc@inpe.br

**CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELLECTUAL DO INPE - CEPPII (PORTARIA Nº 176/2018/SEI-INPE):**

**Presidente:**

Dra. Marley Cavalcante de Lima Moscati - Coordenação-Geral de Ciências da Terra (CGCT)

**Membros:**

Dra. Ieda Del Arco Sanches - Conselho de Pós-Graduação (CPG)  
Dr. Evandro Marconi Rocco - Coordenação-Geral de Engenharia, Tecnologia e Ciência Espaciais (CGCE)  
Dr. Rafael Duarte Coelho dos Santos - Coordenação-Geral de Infraestrutura e Pesquisas Aplicadas (CGIP)  
Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

**BIBLIOTECA DIGITAL:**

Dr. Gerald Jean Francis Banon  
Clayton Martins Pereira - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

**REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:**

Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Divisão de Biblioteca (DIBIB)  
André Luis Dias Fernandes - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

**EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:**

Ivone Martins - Divisão de Biblioteca (DIBIB)  
André Luis Dias Fernandes - Divisão de Biblioteca (DIBIB)



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E INOVAÇÕES  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

sid.inpe.br/mtc-m21d/2022/03.14.23.30-TDI

**ESTUDO DOS PARÂMETROS DE SOLDAGEM A  
LASER DO Nb E Ti6Al4V COM POSTERIOR  
TRATAMENTO TERMOQUÍMICO VIA IMPLANTAÇÃO  
IÔNICA POR IMERSÃO EM PLASMA**

Rodrigo Andrade Paes

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Sergio Luiz Mineiro, e Rogério de Moraes Oliveira, aprovada em 07 de março de 2022.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34T/46GMN4B>>

INPE  
São José dos Campos  
2022

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

---

Paes, Rodrigo Andrade.

P138e      Estudo dos Parâmetros de Soldagem a Laser do Nb e Ti6Al4V com Posterior Tratamento Termoquímico via Implantação Iônica por Imersão em Plasma / Rodrigo Andrade Paes. – São José dos Campos : INPE, 2022.

xxxii + 213 p. ; (sid.inpe.br/mtc-m21d/2022/03.14.23.30-TDI)

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2022.

Orientadores : Drs. Sergio Luiz Mineiro, e Rogério de Moraes Oliveira.

1. Soldagem a laser. 2. Implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura. 3. Nióbio. 4. Liga Ti-6Al-4V. I.Título.

CDU 621.791.72:533.9

---



Esta obra foi licenciada sob uma Licença [Creative Commons Atribuição-NãoComercial 3.0 Não Adaptada](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).

This work is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 3.0 Unported License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).



MINISTÉRIO DA  
CIÊNCIA, TECNOLOGIA  
E INOVAÇÕES

## INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

DEFESA FINAL DE DISSERTAÇÃO DE RODRIGO ANDRADE PAES  
BANCA Nº 046, REG. 975705/2019.

No dia 07 de março de 2022, às 09h00, por teleconferência, o(a) aluno(a) mencionado(a) acima defendeu seu trabalho final (apresentação oral seguida de arguição) perante uma Banca Examinadora, cujos membros estão listados abaixo. O(A) aluno(a) foi **APROVADO(A)** pela Banca Examinadora, por unanimidade, em cumprimento ao requisito exigido para obtenção do Título de Mestre em Engenharia e Tecnologias Espaciais / Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores. O trabalho precisa da incorporação das correções sugeridas pela Banca e revisão final pelo(s) orientador(es).

**Novo título:** “Estudo dos Parâmetros de Soldagem a Laser do Nb e Ti6Al4V com Posterior Tratamento Termoquímico via Implantação Iônica por Imersão em Plasma”.

**Membros da Banca:**

Dr. Rogério de Moraes Oliveira – **Presidente** (INPE/ COPDT)

Dr. Sergio Luiz Mineiro - Orientador (INPE/ COPDT)

Dra. Carina Barros Mello - Membro Interno da Banca (INPE/ COPDT)

Dra. Aline Capella de Oliveira - Membro Externo da Banca (UNIFESP/ICT)



Documento assinado eletronicamente por **Sergio Luiz Mineiro, Pesquisador Titular**, em 28/03/2022, às 10:39 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Carina Barros Mello, Pesquisadora**, em 28/03/2022, às 10:41 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Aline capella de oliveira (E), Usuário Externo**, em 28/03/2022, às 11:40 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Rogério de Moraes Oliveira, Tecnologista**, em 29/03/2022, às 14:54 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <http://sei.mctic.gov.br/verifica.html>, informando o código verificador **9612828** e o código CRC **C0FEF7BC**.

---

---

**Referência:** Processo nº 01340.001556/2022-49

SEI nº 9612828

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço humildemente a Deus pelo dom do conhecimento e por sempre me sustentar diante das adversidades encontradas.

Agradeço imensamente à minha amada esposa, Susan, por seu apoio incondicional e imensa compreensão nos momentos de dificuldade em que estive ausente ou preocupado.

Sou grato também à minha mãe, Nyara, pela educação prévia proporcionada desde o início de minha vida, sempre me incentivando a avançar em meus estudos e em minha carreira profissional.

Aqui, agradeço especialmente aos meus orientadores, Drs. Rogério de Moraes Oliveira (INPE) e Sergio Luiz Mineiro (INPE), pela excelência em sua orientação. Saibam que os Srs. contribuíram significativamente em todas as etapas de desenvolvimento deste trabalho por meio do conhecimento compartilhado, dos questionamentos pertinentes, das críticas construtivas e das correções relevantes.

Igualmente importante destacar a contribuição de todos os professores da pós-graduação do curso de Engenharia e Tecnologia Espaciais do INPE em minha formação acadêmica.

Meus profundos agradecimentos aos Drs. Milton Sergio Fernandes de Lima e Rafael Humberto Mota de Siqueira, ambos do Laboratório Multiusuário de Desenvolvimento e Aplicações de Lasers e Óptica (DedALO) do IEAv, por todo o apoio técnico disponibilizado na execução dos procedimentos de soldagem.

Destaco ainda a contribuição dos Drs. Davi Neves (IEAv) e Antônio Jorge Abdalla (IEAv), por terem cedido gentilmente os materiais utilizados neste trabalho, bem como à Dr<sup>a</sup>. Valéria Serrano Faillace Oliveira Leite (IEAv) pelo incentivo e viabilização para realizar o curso de Mestrado.

Agradeço ao meu amigo Marcelo Domingues, técnico da Subdivisão de Mecânica do IEAv, por prontamente realizar a usinagem por descargas elétricas dos materiais recebidos e de seus respectivos cordões de solda.

Não poderia deixar de agradecer também ao M.e. Erasmo Morais (IEAv) pelo apoio técnico durante a execução dos ensaios de dureza instrumentada.

Obrigado à Téc. Carla Silva Bordim (IEAv) pela preparação química dos reagentes para ataque metalográfico.

Ressalto ainda a colaboração da Dr<sup>a</sup>. Maria Aparecida Miranda de Souza (IAE) nas análises de fluorescência de raios X nos materiais e do Dr. Gilmar Patrocínio Thim (ITA) pelas análises de difração de raios X nos cordões de solda tratados por 3IP-AT.

A todos, meus mais sinceros agradecimentos, porque sem vocês esta dissertação não teria sido possível.

## RESUMO

Este trabalho propõe metodologias para a soldagem autógena com *laser* Yb:fibra em chapas de nióbio metálico comercialmente puro e da liga Ti-6Al-4V, com 1,3 mm e 2,0 mm de espessura, respectivamente. Realizou-se para ambos o tratamento pós-soldagem de implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT). Gerou-se cartas de processamento na soldagem de cada material na faixa de aporte térmico entre 5 – 200 J/mm e equações para o dimensionamento geométrico dos respectivos cordões de solda. Investigou-se a influência do aporte térmico sobre a estrutura (macro e microscópica) da zona fundida (ZF), formação de fases cristalográficas, distribuição elementar nesta região e variação de microdureza Vickers. Após o tratamento 3IP-AT, realizou-se caracterizações semelhantes nos cordões de solda em ambos os materiais tratados, sendo os resultados obtidos comparados com os resultados prévios dos cordões de solda não-tratados. A investigação estrutural dos cordões de solda demonstrou que a soldagem a *laser* pode ocorrer por condução e/ou por penetração, dependendo do aporte  $A_t$  empregado, influenciando diretamente a geometria e a microestrutura da ZF. As análises por DRX identificaram a formação de fases de óxidos estáveis para ambos os materiais, além de evidenciarem o surgimento de tensões residuais de natureza trativa e compressiva. Além disso, as análises por EDS evidenciaram uma concentração significativa de átomos de O, indicando que a proteção gasosa durante a soldagem deve ser otimizada para mitigar a oxidação. Os ensaios de dureza Vickers identificaram um aumento significativo dos níveis de dureza na ZF e na zona termicamente afetada dos cordões de solda em ambos os materiais para todas as condições de aporte térmico investigadas. O tratamento 3IP-AT realizado se mostrou eficaz na formação das respectivas fases de nitretos estáveis de cada material, alterando significativamente a superfície dos cordões de solda e a distribuição de dureza Vickers ao longo das diferentes regiões dos cordões de solda analisados.

Palavras-chave: Soldagem a *laser*. Implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura. Nióbio. Liga Ti-6Al-4V.



# **STUDY OF Nb AND Ti6Al4V LASER BEAM WELDING PARAMETERS WITH SUBSEQUENT THERMOCHEMICAL TREATMENT VIA PLASMA- IMMERSION ION IMPLANTATION**

## **ABSTRACT**

This work proposes methodologies for autogenous welding with Yb: fiber laser on sheets of commercially pure metallic niobium and Ti-6Al-4V alloy, with 1,3 mm and 2,0 mm thickness, respectively. Furthermore, the post-welding treatment of high-temperature nitrogen plasma-immersion ion implantation (HT-PIII) was carried out for both materials. Thus, welding process windows were generated in the heat input range between 5 - 200 J/mm and equations proposed for geometric dimensioning of the respective weld beads. Later, the influence of heat input on the structure (macro and microscopic) of the fusion zone (FZ), formation of crystallographic phases, elementary distribution, and Vickers microhardness variation was investigated. After the HT-PIII treatment, similar characterizations were performed on the weld beads of both treated materials, and the results obtained were compared with the previous results of the untreated weld beads. Structural investigation of the weld beads showed that laser welding mode can occur by conduction and/or by deep penetration, depending on the heat input used, directly influencing the geometry and the microstructure of the resulting FZ. XRD analyses identified the formation of stable oxide phases for both materials, in addition to evidencing residual stresses of compressive and tensile nature. Additionally, EDS analyses indicated a significant concentration of O atoms, showing that gas shielding during welding should be optimized to mitigate oxidation. Vickers hardness tests identified a significant increase in hardness levels in the FZ and the heat-affected zone of the weld beads of both materials for all heat input conditions investigated. The HT-PIII treatment performed proved to be effective in the formation of the respective stable nitride phases of each material, significantly altering the surface of the weld beads and the Vickers hardness distribution along the diverse regions of the analyzed weld beads.

Keywords: Laser beam welding. High-temperature nitrogen plasma-immersion ion implantation. Niobium. Ti-6Al-4V alloy.



## LISTA DE FIGURAS

|   | <u>Pág.</u> |
|---|-------------|
| Figura 1.1 – Junção dissimilar soldada na tubeira do motor-foguete AJ10-137. 2  |             |
| Figura 1.2 – Demanda projetada de materiais para o setor aeroespacial..... 3  |             |
| Figura 2.1 – Interação da radiação eletromagnética transportada por um pulso <i>laser</i> com o campo elétrico da rede cristalina..... 8  |             |
| Figura 2.2 – Refletividade dos metais alumínio, ferro, níquel e titânio em função do comprimento de onda do feixe <i>laser</i> incidente. .... 10   |             |
| Figura 2.3 – Modos de polarização do feixe <i>laser</i> em relação ao plano de incidência perpendicular à superfície do metal refletor..... 11  |             |
| Figura 2.4 – Absorção do alumínio e do titânio em função dos modos de polarização e do ângulo de incidência do feixe <i>laser</i> incidente. .... 12                                      |             |
| Figura 2.5 – Variação da refletividade em função da temperatura para os metais alumínio, cobre e estanho. .... 13   |             |
| Figura 2.6 – Poça de fusão formada durante a soldagem a <i>laser</i> com metal de adição. .... 15   |             |
| Figura 2.7 – <i>Keyhole</i> e pluma de vapor gerada durante a soldagem autógena a <i>laser</i> com feixe incidindo transversalmente em relação à superfície. .... 17                      |             |
| Figura 2.8 – Cavidade de vapor formada na superfície de um aço após a incidência de um feixe <i>laser</i> e espalçamento de debris metálicos..... 18                                      |             |
| Figura 2.9 – Modo de soldagem por condução. .... 21   |             |
| Figura 2.10 – Modelo matemático dos mecanismos de fluxo de calor envolvidos no modo de soldagem por condução. .... 23   |             |
| Figura 2.11 – Modo de soldagem por penetração ( <i>keyhole</i> )..... 24  |             |
| Figura 2.12 – Macro e microestrutura do cordão de solda obtido a <i>laser</i> em regime de penetração ( <i>keyhole</i> ) para a liga Ti-6Al-4V..... 25                                    |             |
| Figura 2.13 – Nucleação e crescimento dos grãos no resfriamento e solidificação da poça de fusão durante a soldagem a <i>laser</i> da liga Ti-6Al-4V..... 26                              |             |
| Figura 2.14 – Formação morfológica dos grãos a partir da concentração de soluto e da taxa de superresfriamento constitucional na poça de fusão durante a soldagem a <i>laser</i> ..... 27 |             |
| Figura 2.15 – Sistema típico de implantação iônica por imersão em plasma... 30  |             |
| Figura 2.16 – Primeiro estágio da bainha de plasma..... 32  |             |
| Figura 2.17 – Segundo estágio da bainha de plasma..... 34   |             |

|   |    |
|---|----|
| Figura 2.18 – Terceiro estágio da bainha de plasma.....   | 36 |
| Figura 2.19 – Variação do potencial eletrostático entre o catodo e o plasma. .  | 37 |
| Figura 2.20 – Microestrutura da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente a 900°C para a difusão de nitrogênio.....   | 39 |
| Figura 2.21 – Trincamento frágil superficial das camadas compostas de nitretos e oxinitretos de nióbio. ....  | 43 |
| Figura 2.22 – Topologia da camada composta por nitretos de nióbio.....  | 44 |
| Figura 2.23 – Microestrutura do nióbio dopado com nitrogênio tratado a 900 °C. ....   | 45 |
| Figura 3.1 – Nióbio metálico, grau comercial (tipo 2), cedido pela CBMM.....  | 46 |
| Figura 3.2 – Liga de titânio Ti-6Al-4V, grau 5, cedido pelo IEAv.....   | 47 |
| Figura 3.3 – Arranjo do laboratório DedALO empregado na soldagem a <i>laser</i> .....   | 48 |
| Figura 3.4 – Arranjo do laboratório LABAP empregado nos tratamentos de implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT). ....                    | 49 |
| Figura 3.5 – Ciclos de aquecimento e implantação do tratamento 3IP-AT. ....   | 51 |
| Figura 3.6 – Metodologia do trabalho experimental.....  | 52 |
| Figura 3.7 – Arranjo das chapas fixadas sobre a mesa de trabalho para a soldagem a <i>laser</i> .....   | 60 |
| Figura 3.8 – Cordões de solda obtidos em chapas da liga Ti-6Al-4V para diferentes aportes térmicos. ....  | 61 |
| Figura 3.9 – Metodologia empregada no cálculo de área da zona fundida em um cordão de solda por meio do <i>software</i> ImageJ.....   | 64 |
| Figura 3.10 – Metodologia empregada na avaliação da distribuição de dureza Vickers ao longo da seção transversal de um cordão solda. ....   | 66 |
| Figura 3.11 – Metodologia empregada na avaliação dos níveis de dureza dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V em regiões com segregações de fases $\alpha'$ e/ou $\beta$ retida..... | 67 |
| Figura 3.12 – Metodologia empregada na avaliação da distribuição de dureza Vickers ao longo da espessura dos cordões de solda tratados por 3IP-AT. ....                             | 72 |
| Figura 4.1 – Espectro de difração de raios X do nióbio recebido.....  | 75 |
| Figura 4.2 – Espectro de difração de raios X da liga Ti-6Al-4V recebida.....  | 76 |
| Figura 4.3 – Microestrutura da liga Ti-6Al-4V recebida analisada por meio de microscopia óptica. ....   | 78 |

|   |     |
|---|-----|
| Figura 4.4 – Desenvolvimento da microestrutura lamelar típica Widmanstätten no resfriamento e na solidificação da liga Ti-6Al-4V.....                           | 79  |
| Figura 4.5 – Relação cristalográfica entre as fases $\alpha$ e $\beta$ na transformação alotrópica do titânio. ....   | 80  |
| Figura 4.6 – Modelo geométrico para estimar as frações percentuais volumétricas das fases $\alpha$ e $\beta$ na liga Ti-6Al-4V recebida. ....                   | 81  |
| Figura 4.7 – Microestrutura do nióbio recebido analisada por meio de microscopia óptica. ....   | 82  |
| Figura 4.8 – Microestrutura da liga Ti-6Al-4V recebida analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura. ....  | 83  |
| Figura 4.9 – Microestrutura do nióbio recebido analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura. ....  | 84  |
| Figura 4.10 – Áreas das seções transversais fundidas na soldagem autóloga a <i>laser</i> do nióbio e da liga Ti-6Al-4V em função do aporte térmico empregado. . | 88  |
| Figura 4.11 – Eficiências de fusão na soldagem a <i>laser</i> do nióbio e da liga Ti-6Al-4V em função do aporte térmico empregado. ....                         | 90  |
| Figura 4.12 – Mecanismos de absorção energética em modo de penetração ( <i>keyhole</i> ). ....  | 92  |
| Figura 4.13 – Carta de dimensionamento dos cordões de solda de nióbio e da liga Ti-6Al-4V em função do aporte térmico empregado.....                            | 93  |
| Figura 4.14 – Razões de aspecto dos cordões de solda de nióbio e da liga Ti-6Al-4V em função do aporte térmico empregado. ....                                  | 95  |
| Figura 4.15 – Espectroscopia por energia dispersiva analisada na zona fundida do cordão de solda de nióbio obtido a 75 J/mm. ....                               | 96  |
| Figura 4.16 – Espectro de difração de raios X do cordão de solda de nióbio. .   | 98  |
| Figura 4.17 – Diagrama de fases composicional dos óxidos estáveis de nióbio. ....   | 99  |
| Figura 4.18 – Espectros de difração obtidos para o nióbio recebido e soldado. ....  | 100 |
| Figura 4.19 – Espectroscopia por energia dispersiva analisada na zona fundida do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 25 J/mm. ....                       | 101 |
| Figura 4.20 – Espectro de difração de raios X do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V. ....  | 102 |
| Figura 4.21 – Diagrama de fases composicional dos óxidos estáveis de titânio. ....  | 103 |

|   |     |
|---|-----|
| Figura 4.22 – Diagrama de fases composicional dos óxidos estáveis de alumínio.<br>.....   | 104 |
| Figura 4.23 – Diagrama de fases composicional dos óxidos estáveis de vanádio.<br>.....  | 104 |
| Figura 4.24 – Espectros de difração obtidos para a liga Ti-6Al-4V recebida e soldada. ....  | 105 |
| Figura 4.25 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 5 J/mm. ....   | 107 |
| Figura 4.26 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 30 J/mm. ....  | 108 |
| Figura 4.27 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 65 J/mm. ....  | 109 |
| Figura 4.28 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 90 J/mm. ....  | 110 |
| Figura 4.29 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 20 J/mm. ....  | 111 |
| Figura 4.30 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 25 J/mm. ....  | 112 |
| Figura 4.31 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 70 J/mm. ....  | 113 |
| Figura 4.32 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda obtido a 20 J/mm para a liga Ti-6Al-4V. ....  | 114 |
| Figura 4.33 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda obtido a 20 J/mm para a liga Ti-6Al-4V. ....  | 115 |
| Figura 4.34 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda obtido a 90 J/mm para a liga Ti-6Al-4V. ....  | 116 |
| Figura 4.35 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda obtido a 90 J/mm para a liga Ti-6Al-4V. ....  | 117 |
| Figura 4.36 – Macrografia realizada na seção transversal dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V para diferentes aportes térmicos em modo de soldagem a <i>laser</i> por penetração ( <i>keyhole</i> ). .... | 118 |
| Figura 4.37 – Micrografia da seção transversal da zona fundida do cordão de solda obtido para o nióbio a 75 J/mm. ....  | 119 |
| Figura 4.38 – Microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 25 J/mm. ....  | 120 |

|  |     |
|--|-----|
| Figura 4.39 – Microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal do cordão de solda obtido a 25 J/mm para a liga Ti-6Al-4V. ....   | 121 |
| Figura 4.40 – Microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal do cordão de solda obtido a 25 J/mm para a liga Ti-6Al-4V. ....   | 122 |
| Figura 4.41 – Perfil de dureza Vickers dos cordões obtidos na soldagem a <i>laser</i> da liga Ti-6Al-4V para diferentes aportes térmicos. ....   | 123 |
| Figura 4.42 – Variação da dureza Vickers na zona fundida da liga Ti-6Al-4V após a soldagem sob o aporte térmico de 50 J/mm. ....   | 124 |
| Figura 4.43 – Perfil de dureza Vickers dos cordões obtidos na soldagem do nióbio para diferentes aportes térmicos. ....  | 125 |
| Figura 4.44 – Endurecimento por dispersão dos óxidos de nióbio precipitados na ZF do cordão de solda de nióbio. ....   | 127 |
| Figura 4.45 – Mapa de composições e espectro de energia dispersiva dos elementos presentes nas proximidades da camada implantada do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT. ....         | 128 |
| Figura 4.46 – EDS analisada na região da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT. ....  | 129 |
| Figura 4.47 – Espectro de energia dispersiva analisado linearmente ao longo da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT. ....                      | 131 |
| Figura 4.48 – Espectro de difração de raios X do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT. ....  | 132 |
| Figura 4.49 – Diagrama de fases composicional dos nitretos, oxinitretos e óxidos estáveis de nióbio. ....  | 133 |
| Figura 4.50 – Comparação entre os espectros de difração obtidos para o nióbio soldado e tratado por 3IP-AT. ....   | 134 |
| Figura 4.51 – Mapa de composições e espectro de energia dispersiva dos elementos presentes nas proximidades da camada implantada do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP-AT. .... | 136 |
| Figura 4.52 – EDS analisada na região da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda para a liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP-AT. ....  | 137 |
| Figura 4.53 – Espectro de energia dispersiva analisado linearmente ao longo da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT. ....              | 138 |
| Figura 4.54 – Espectro de difração de raios X do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT. ....  | 139 |

|  |     |
|--|-----|
| Figura 4.55 – Diagrama de fases composicional dos nitretos estáveis de titânio.<br>.....   | 140 |
| Figura 4.56 – Diagrama de fases composicional dos nitretos estáveis de alumínio.<br>.....  | 141 |
| Figura 4.57 – Diagrama de fases composicional dos nitretos estáveis de vanádio.<br>.....   | 141 |
| Figura 4.58 – Espectros de difração obtidos para a liga Ti-6Al-4V soldada e tratada por 3IP-AT.....  | 143 |
| Figura 4.59 – Micrografia da seção transversal do nióbio tratado por 3IP-AT.   | 145 |
| Figura 4.60 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT.....  | 147 |
| Figura 4.61 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT. ....   | 149 |
| Figura 4.62 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT. ....   | 150 |
| Figura 4.63 – Microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT. ....   | 152 |
| Figura 4.64 – Camada implantada de nitretos e oxinitretos estáveis de nióbio formada sobre a superfície do cordão de solda.....  | 153 |
| Figura 4.65 – Microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal da liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP-AT. ....  | 155 |
| Figura 4.66 – Microestrutura da zona fundida no cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT, analisada por MEV. ....  | 156 |
| Figura 4.67 – Microestrutura da camada implantada no cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT, analisada por MEV. ....   | 157 |
| Figura 4.68 – Perfis de dureza Vickers distribuída ao longo da espessura das chapas da liga Ti-6Al-4V soldadas a <i>laser</i> sob diferentes aportes térmicos e tratadas por 3IP-AT..... | 158 |
| Figura 4.69 – Perfis de dureza Vickers dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V obtidos para diferentes aportes térmicos e tratados por 3IP-AT.....  | 160 |
| Figura 4.70 – Perfis de dureza Vickers distribuída ao longo da espessura das chapas de nióbio soldadas a <i>laser</i> sob diferentes aportes térmicos e tratadas por 3IP-AT.....         | 162 |
| Figura 4.71 – Perfis de dureza Vickers dos cordões de solda de nióbio obtidos para diferentes aportes térmicos e tratados por 3IP-AT. ....   | 163 |

|   |     |
|---|-----|
| Figura 4.72 – Perfil de dureza instrumentada tomado linearmente a partir da superfície do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT. ....                  | 166 |
| Figura 4.73 – Perfil de dureza instrumentada tomado linearmente a partir da superfície da zona fundida do cordão de solda do nióbio tratado por 3IP-AT.               | 167 |
| Figura 4.74 – Perfil de dureza instrumentada tomado linearmente a partir da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda do nióbio tratado por 3IP-AT..... | 168 |





## LISTA DE TABELAS

|  | <u>Pág.</u> |
|--|-------------|
| Tabela 1.1 – Objetivos específicos de cada fase do trabalho experimental.....  | 4           |
| Tabela 2.1 – Intensidades e perfis da zona fundida obtidos para diferentes processos de soldagem. ....   | 20          |
| Tabela 3.1 – Parâmetros e condições de soldagem com <i>laser</i> Yb:fibra. ....  | 59          |
| Tabela 3.2 – Parâmetros empregados no tratamento 3IP-AT das amostras dos cordões de solda obtidos para cada material e aportes térmicos. ....                                  | 68          |
| Tabela 4.1 – Análises semiquantitativas por XRF realizadas nos materiais recebidos. ....   | 73          |
| Tabela 4.2 – Frações percentuais volumétricas das fases $\alpha$ e $\beta$ da liga Ti-6Al-4V recebida. ....  | 81          |
| Tabela 4.3 – Ensaio de dureza Vickers realizado para os materiais recebidos. ....  | 85          |
| Tabela 4.4 – Ensaio de dureza instrumentada realizado para os materiais recebidos. ....  | 86          |
| Tabela 4.5 – Faixas de dureza Vickers observada para os cordões de solda obtidos para a liga Ti-6Al-4V para diferentes aportes térmicos. ....                                  | 123         |
| Tabela 4.6 – Faixas de dureza Vickers observada para os cordões de solda obtidos para o nióbio para diferentes aportes térmicos. ....  | 126         |
| Tabela 4.7 – Faixas de dureza Vickers observada para os cordões de solda da liga Ti-6Al-4V obtidos para diferentes aportes térmicos e tratados por 3IP-AT. ....                | 161         |
| Tabela 4.8 – Faixas de dureza Vickers observada para os cordões de solda de nióbio obtidos para diferentes aportes térmicos e tratados por 3IP-AT. ....                        | 164         |
| Tabela 4.9 – Ensaio de dureza instrumentado realizados na camada implantada sobre a superfície da zona fundida dos cordões de solda para cada material tratado por 3IP-AT..... | 165         |



## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

|                 |   |
|-----------------|---|
| ASTM            | <i>American Society for Testing and Materials</i>                           |
| CBMM            | Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração                              |
| CCC             | Cúbica de Corpo Centrado  |
| CNC             | <i>Computer Numeric Control</i>   |
| CO <sub>2</sub> | <i>Laser de CO<sub>2</sub></i>  |
| CVD             | <i>Chemical Vapor Deposition</i>  |
| CW              | <i>Continuous Wave</i>  |
| DCTA            | Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial                           |
| DedALO          | Laboratório Multiusuário de Desenvolvimento e Aplicações de Lasers e Óptica |
| DRX             | Difração de Raios X   |
| EDM             | <i>Electro Discharge Machining</i>  |
| EDS             | Espectroscopia por Energia Dispersiva                                       |
| EFO             | Divisão de Fotônica do IEAv   |
| HC              | Hexagonal Compacta  |
| IAE             | Instituto de Aeronáutica e Espaço   |
| ICDD            | <i>International Centre for Diffraction Data</i>                            |
| IEAV            | Instituto de Estudos Avançados  |
| INPE            | Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais                                   |
| JCPDS           | <i>The Joint Committee on Powder Diffraction Standard</i>                   |
| LABAP           | Laboratório Associado de Plasma   |
| LABAS           | Laboratório Associado de Sensores e Materiais                               |
| LASER           | <i>Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation</i>              |
| LBW             | <i>Laser Beam Welding</i>   |
| LCMM            | Laboratório de Caracterização Mecânica de Materiais                         |
| LFDR            | Laboratório de Fluorescência e Difração de Raios-X                          |
| LMM             | Laboratório de Metalografia e Microscopia                                   |
| MEV             | Microscopia Eletrônica de Varredura   |
| MIG             | <i>Metal Inert Gas</i>  |
| MO              | Microscopia Óptica  |

|        |  |
|--------|--|
| Nd:YAG | <i>Neodymium-doped: Yttrium Aluminum Garnet</i>                  |
| PVD    | <i>Physical Vapor Deposition</i>                                 |
| TE     | Modo transversal-elétrico de propagação da onda eletromagnética  |
| TM     | Modo transversal-magnético de propagação da onda eletromagnética |
| XRD    | <i>X-ray Diffraction</i>   |
| XRF    | <i>Energy Dispersive X-ray Fluorescence</i>                      |
| Yb:YAG | <i>Ytterbium: Yttrium Aluminum Garnet</i>                        |
| ZF     | Zona Fundida   |
| ZPF    | Zona Parcialmente Fundida  |
| ZTA    | Zona Termicamente Afetada  |

## LISTA DE SÍMBOLOS

|                      |  |
|----------------------|--|
| $^{\circ}\text{C}$   | Grau Celsius   |
| $\varnothing$        | Potencial elétrico   |
| $\theta$             | Ângulo de incidência do feixe <i>laser</i>   |
| $\lambda$            | Comprimento de onda do fóton   |
| $\lambda_{\text{D}}$ | Comprimento de Debye   |
| $\rho$               | Massa específica   |
| $\epsilon_0$         | Permissividade elétrica do vácuo   |
| $\eta_{\text{t}}$    | Eficiência de transferência da energia térmica na soldagem autógena a <i>laser</i> |
| $\eta_{\text{f}}$    | Eficiência de fusão volumétrica da soldagem autógena a <i>laser</i>                |
| $\omega_{\text{pe}}$ | Frequência de plasma dos elétrons  |
| $\omega_{\text{pi}}$ | Frequência de plasma dos íons  |
| $a$                  | Difusividade térmica   |
| $\text{\AA}$         | Ângström   |
| $A$                  | Absortividade da energia irradiada pelo feixe <i>laser</i> incidente               |
| $A_{\text{t}}$       | Aporte térmico   |
| $A_{\text{zf}}$      | Área da seção transversal na zona fundida do cordão de solda                       |
| $c$                  | Velocidade da luz no vácuo   |
| $c_{\text{p}}$       | Calor específico à pressão constante   |
| $C_0$                | Concentração de soluto na poça de fusão  |
| $D$                  | Coefficiente de difusão de soluto na poça de fusão                                 |
| $e$                  | Carga do elétron   |
| $\vec{E}$            | Campo elétrico   |
| $E$                  | Energia do fóton   |
| $G$                  | Gradiente térmico na poça de fusão   |
| $h$                  | Constante de Planck  |
| $H_{\text{IT}}$      | Dureza instrumentada de indentação   |
| $H_{\text{V}}$       | Dureza Vickers   |
| $H_{\text{VIT}}$     | Dureza Vickers convertida  |

|                 |   |
|-----------------|---|
| $I_0$           | Intensidade do feixe <i>laser</i> incidente sobre a superfície metálica                     |
| $I_a$           | Intensidade do feixe <i>laser</i> incidente efetivamente absorvida pela superfície metálica |
| $\vec{j}_i$     | Fluxo de corrente de íons   |
| $\vec{j}_{iCL}$ | Fluxo de corrente de íons em condição de equilíbrio segundo a Lei de Child-Langmuir         |
| $L$             | Calor latente de fusão do metal   |
| $l_c$           | Largura da seção transversal do cordão de solda   |
| $p$             | Modo de polarização-p do feixe <i>laser</i>   |
| $p_a$           | Profundidade de absorção energética do feixe <i>laser</i> incidente                         |
| $k_0$           | Coeficiente de distribuição do soluto na poça de fusão                                      |
| $k_B$           | Constante de Boltzman   |
| $k$             | Condutividade térmica   |
| $m$             | Gradiente líquido do diagrama de fases no equilíbrio  |
| $M_e$           | Massa do elétron  |
| $M_i$           | Massa do íon  |
| $n$             | Índice de refração  |
| $n_0$           | Densidade do plasma   |
| $n_e$           | Densidade de elétrons no plasma   |
| $n_i$           | Densidade de íons no plasma   |
| $p_c$           | Profundidade da seção transversal do cordão de solda  |
| $P$             | Potência útil do feixe <i>laser</i>   |
| $Q_e$           | Fator de qualidade elétrico   |
| $R$             | Refletividade da energia irradiada pelo feixe <i>laser</i> incidente                        |
| $R$             | Velocidade de solidificação do metal líquido  |
| $r_a$           | Razão de aspecto da seção transversal do cordão de solda                                    |
| $s$             | Modo de polarização-s do feixe <i>laser</i>   |
| $S_{[t]}$       | Espessura instantânea da bainha de plasma   |
| $S_{CL}$        | Espessura da bainha matricial em condição de equilíbrio segundo a Lei de Child-Langmuir     |
| $S_{mi}$        | Espessura da bainha matricial de íons   |
| $t$             | Intervalo temporal  |

|          |   |
|----------|---|
| $t_f$    | Tempo de interação do feixe <i>laser</i> considerado no aquecimento do metal sólido até que este atinja sua temperatura de fusão        |
| $t_i$    | Tempo de interação do feixe <i>laser</i> com o campo elétrico atuante na rede cristalina metálica                                       |
| $t_v$    | Tempo de interação do feixe <i>laser</i> considerado no aquecimento do metal líquido até que este atinja sua temperatura de vaporização |
| $\tau_i$ | Intervalo temporal para movimentação dos íons   |
| $T_0$    | Temperatura ambiente  |
| $T_e$    | Temperatura de elétrons no plasma   |
| $T_f$    | Temperatura de fusão  |
| $T_v$    | Temperatura de vaporização  |
| $\nu$    | Frequência do fóton   |
| $v_B$    | Velocidade de Bohm  |
| $V$      | Velocidade de deslocamento do feixe <i>laser</i>  |
| $V_0$    | Potencial do <i>bias</i> aplicado   |
| $x_f$    | Profundidade da poça de fusão resultante da interação do feixe <i>laser</i> incidente após um dado tempo de interação                   |





## SUMÁRIO

|   | <u>Pág.</u> |
|---|-------------|
| 1 INTRODUÇÃO.....   | 1           |
| 1.1 Motivação.....  | 1           |
| 1.2 Objetivos geral e específicos.....  | 4           |
| 1.3 Escopo.....   | 5           |
| 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....  | 7           |
| 2.1 Soldagem a <i>laser</i> .....   | 7           |
| 2.1.1 Interação entre o feixe <i>laser</i> e os metais.....                                     | 7           |
| 2.1.1.1 Absorção.....   | 9           |
| 2.1.1.2 Condução.....   | 14          |
| 2.1.1.3 Fusão.....  | 14          |
| 2.1.1.4 Vaporização.....  | 16          |
| 2.1.1.5 Geração de plasma.....  | 18          |
| 2.1.2 Soldagem a <i>laser</i> .....   | 20          |
| 2.1.2.1 Soldagem por condução.....  | 21          |
| 2.1.2.2 Soldagem por penetração.....  | 23          |
| 2.1.2.3 Soldagem a <i>laser</i> da liga Ti-6Al-4V.....  | 25          |
| 2.1.2.4 Soldagem a <i>laser</i> do nióbio.....  | 28          |
| 2.2 Implantação iônica por imersão em plasma em alta temperatura (3IP-AT).....                  | 29          |
| 2.2.1 Implantação iônica por imersão em plasma (3IP).....                                       | 29          |
| 2.2.2 Dinâmica da bainha de plasma no processo 3IP.....   | 31          |
| 2.2.2.1 Primeiro estágio da bainha de plasma.....   | 31          |
| 2.2.2.2 Segundo estágio da bainha de plasma.....  | 32          |
| 2.2.2.3 Terceiro estágio da bainha de plasma.....   | 34          |
| 2.2.3 Implantação iônica por imersão em plasma em alta temperatura (3IP-AT).<br>.....           | 37          |
| 2.2.4 Formação de nitretos por meio do tratamento 3IP-AT.....                                   | 38          |
| 2.2.4.1 Formação de nitretos de titânio na liga Ti-6Al-4V por meio do<br>tratamento 3IP-AT..... | 39          |

|           |   |    |
|-----------|---|----|
| 2.2.4.2   | Formação de nitretos e oxinitretos no nióbio por meio do tratamento 3IP-AT .....                        | 41 |
| 3         | MATERIAIS E MÉTODOS .....   | 46 |
| 3.1       | Materiais recebidos .....   | 46 |
| 3.2       | Usinagem dos materiais recebidos por descargas elétricas .....  | 47 |
| 3.3       | <i>Laser Yb</i> : fibra utilizado na soldagem.....  | 47 |
| 3.4       | Sistema de implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT).....     | 49 |
| 3.5       | Metodologia do trabalho experimental.....   | 52 |
| 3.5.1     | Primeira fase: caracterização dos materiais recebidos.....  | 53 |
| 3.5.1.1   | Caracterizações cristalográfica e da composição química.....  | 53 |
| 3.5.1.1.1 | Fluorescência de raios X por dispersão em energia .....   | 54 |
| 3.5.1.1.2 | Difração de raios X.....  | 54 |
| 3.5.1.2   | Caracterização estrutural .....   | 54 |
| 3.5.1.2.1 | Metalografia .....  | 55 |
| 3.5.1.2.2 | Microscopia óptica.....   | 55 |
| 3.5.1.2.3 | Microscopia eletrônica de varredura.....  | 56 |
| 3.5.1.3   | Caracterização mecânica .....   | 56 |
| 3.5.1.3.1 | Ensaio de dureza Vickers .....  | 56 |
| 3.5.1.3.2 | Ensaio de dureza instrumentada .....  | 57 |
| 3.5.2     | Segunda fase: soldagem autógena por <i>laser Yb</i> :fibra .....  | 57 |
| 3.5.2.1   | Soldagem autógena por <i>laser Yb</i> :fibra .....  | 57 |
| 3.5.2.2   | Caracterização cristalográfica e da composição química .....  | 61 |
| 3.5.2.2.1 | Espectroscopia por energia dispersiva .....   | 62 |
| 3.5.2.2.2 | Difração de raios X.....  | 62 |
| 3.5.2.3   | Caracterização estrutural .....   | 62 |
| 3.5.2.3.1 | Macroscopia óptica .....  | 63 |
| 3.5.2.3.2 | Microscopias óptica e eletrônica de varredura.....  | 64 |
| 3.5.2.4   | Caracterização mecânica .....   | 65 |
| 3.5.2.4   | Ensaio de dureza Vickers.....   | 65 |
| 3.5.3     | Terceira fase: implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT)..... | 67 |

|   |     |
|---|-----|
| 3.5.3.1 Implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT) ..... | 68  |
| 3.5.3.2 Caracterização cristalográfica e da composição química .....                              | 69  |
| 3.5.3.2.1 Espectroscopia por energia dispersiva .....   | 69  |
| 3.5.3.2.2 Difração de raios X .....   | 70  |
| 3.5.3.3 Caracterização estrutural .....   | 70  |
| 3.5.3.3.1 Microscopias óptica e eletrônica de varredura .....                                     | 71  |
| 3.5.3.4 Caracterização mecânica .....   | 71  |
| 3.5.3.4.1 Ensaio de dureza Vickers .....  | 71  |
| 3.5.3.4.2 Ensaio de dureza instrumentada .....  | 72  |
| 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES .....   | 73  |
| 4.1 Primeira fase: caracterização dos materiais recebidos .....                                   | 73  |
| 4.1.1 Caracterização cristalográfica e da composição química .....                                | 73  |
| 4.1.1.1 Fluorescência de raios X por dispersão em energia .....                                   | 73  |
| 4.1.1.2 Difração de raios X .....   | 74  |
| 4.1.2 Caracterização estrutural .....   | 77  |
| 4.1.2.1 Microscopia óptica .....  | 77  |
| 4.1.2.2 Microscopia eletrônica de varredura .....   | 83  |
| 4.1.3 Caracterização mecânica .....   | 85  |
| 4.1.3.1 Ensaio de dureza Vickers .....  | 85  |
| 4.1.3.2 Ensaio de dureza instrumentada .....  | 86  |
| 4.2 Segunda fase: soldagem autógena por <i>laser</i> Yb:fibra .....                               | 88  |
| 4.2.1 Caracterização cristalográfica e da composição química .....                                | 96  |
| 4.2.1.1 Nióbio metálico .....   | 96  |
| 4.2.1.2 Liga Ti-6Al-4V .....  | 101 |
| 4.2.2 Caracterização estrutural .....   | 106 |
| 4.2.2.1 Macroscopia óptica .....  | 106 |
| 4.2.2.2 Microscopia óptica .....  | 113 |
| 4.2.2.3 Microscopia eletrônica de varredura .....   | 120 |
| 4.2.3 Caracterização mecânica .....   | 122 |
| 4.2.3.1 Ensaio de dureza Vickers .....  | 122 |

|   |     |
|---|-----|
| 4.3 Terceira fase: implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT).....                                       | 128 |
| 4.3.1 Caracterização cristalográfica e da composição química .....  | 128 |
| 4.3.1.1 Nióbio metálico.....  | 128 |
| 4.3.1.2 Liga Ti-6Al-4V .....  | 135 |
| 4.3.2 Caracterização estrutural .....   | 144 |
| 4.3.2.1 Microscopia óptica.....   | 144 |
| 4.3.2.2 Microscopia eletrônica de varredura.....  | 151 |
| 4.3.3 Caracterização mecânica .....   | 158 |
| 4.3.3.1 Ensaio de dureza Vickers.....   | 158 |
| 4.3.3.2 Ensaio de dureza instrumentada .....  | 165 |
| 5 CONCLUSÃO .....   | 169 |
| 5.1 Sumário conclusivo .....  | 170 |
| 5.2 Segunda fase: soldagem autógena por <i>laser</i> Yb:fibra .....   | 170 |
| 5.3 Terceira fase: implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT).....                                       | 173 |
| 6 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS .....  | 179 |
| 6.1 Ensaio de tração nos metais de base e corpos de prova soldados a <i>laser</i> , ambos tratados por 3IP-AT .....                               | 179 |
| 6.2 Resistência à corrosão e/ou oxidação dos metais de base e cordões de solda autógenos obtidos a <i>laser</i> , ambos tratados por 3IP-AT ..... | 179 |
| 6.3 Resistência à fadiga e/ou fluência dos metais de base e cordões de solda autógenos obtidos a <i>laser</i> , ambos tratados por 3IP-AT .....   | 179 |
| 6.4 Fator de qualidade elétrico (Qe) de cordões de solda autógenos de nióbio obtidos a <i>laser</i> e tratados por 3IP-AT .....                   | 180 |
| 6.5 Soldagem autógena a <i>laser</i> dissimilar entre a liga Ti-6Al-4V e o nióbio e tratamento 3IP-AT dos cordões de solda dissimilares.....      | 180 |
| REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....  | 181 |
| APÊNDICE A: DADOS METODOLÓGICOS .....   | 192 |
| A.1 Equipamentos utilizados no trabalho experimental .....  | 192 |
| APÊNDICE B: TABELAS DE DADOS CRISTALOGRAFICOS.....  | 197 |
| B.1 Primeira fase: caracterização dos materiais recebidos .....   | 197 |

|   |     |
|---|-----|
| B.2 Segunda fase: soldagem autógena por <i>laser</i> Yb:fibra.....  | 199 |
| B.3 Terceira fase: implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT)..... | 201 |
| APÊNDICE C: TABELAS DE ENERGIAS DE FORMAÇÃO DAS FASES DE ÓXIDOS, NITRETOS E OXINITRETOS ESTÁVEIS.....       | 204 |
| C.1 Segunda fase: soldagem autógena por <i>laser</i> Yb:fibra .....   | 204 |
| C.2 Terceira fase: implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT)..... | 206 |



# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 Motivação

Os materiais de uso aeroespacial devem ser capazes de suportar cargas termomecânicas elevadas em regimes de operação severos, atuando diretamente sob temperaturas elevadas. É o caso, por exemplo, de peças e componentes que operam em sistemas de propulsão baseados em motores de combustão supersônica e nas estruturas de veículos de reentrada atmosférica (WIE et al., 2004).

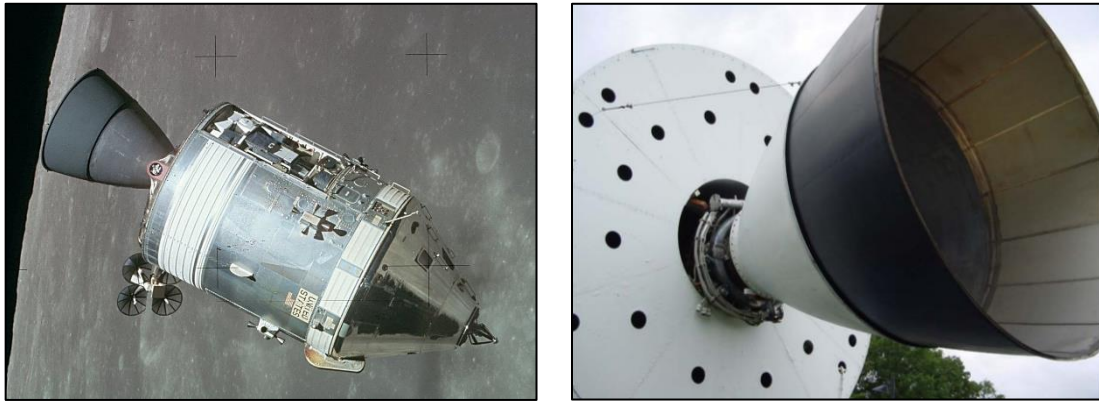
Nestas aplicações, são tipicamente empregadas junções baseadas em processos de soldagem por fusão de alta energia (soldagem a *laser* e por feixe de elétrons) e no estado sólido (*Friction Stir Welding* – FSW). Estes processos viabilizam a montagem estrutural de peças e componentes a partir de requisitos de engenharia criteriosos, tolerâncias dimensionais estreitas e elevado desempenho termomecânico em serviço pretendido (FREEMAN, 2012).

Neste contexto, os metais refratários e suas ligas se destacam como candidatos promissores para aplicações aeroespaciais sujeitas a regimes severos sob temperaturas elevadas, pois apresentam elevado ponto de fusão e condutividade térmica compatíveis com a dissipação de calor requerida (WADSWORTH; NIEH; STEPHENS, 1988). Dentre os metais refratários, o nióbio se destaca, sendo o mais leve, com uma massa específica (8,75 g/cm<sup>3</sup>) próxima à do níquel (8,90 g/cm<sup>3</sup>) e dos aços estruturais (7,75 – 8,05 g/cm<sup>3</sup>) (PRASAD; WANHILL, 2017).

Além disso, o nióbio e suas ligas possuem excelentes propriedades termomecânicas (por exemplo, resistência à fluência), sendo considerados metais versáteis, pois exibem excelentes trabalhabilidade e soldabilidade, boa ductilidade à temperatura ambiente, baixa temperatura de transição dúctil-frágil e resistência à corrosão para temperaturas máximas de 500°C (nióbio puro) e 1100°C (ligas de nióbio com revestimentos) (PRASAD; WANHILL, 2017). Destaca-se aqui a liga de nióbio C-103 (Nb-10%Hf-1%Ti), a qual foi utilizada no

sistema de propulsão líquida das espaçonaves do programa espacial norte-americano Apollo. No motor-foguete AJ10-137, por exemplo, realizou-se uma junção dissimilar soldada, possibilitando a união de uma tubeira em liga de nióbio C-103 e seu cone de extensão em liga de titânio Ti-6Al-4V, objetivando a otimização do desempenho estrutural, conforme observado na Figura 1.1 (HALCHAK; CANNON; BROWN, 2016).

Figura 1.1 – Junção dissimilar soldada na tubeira do motor-foguete AJ10-137.



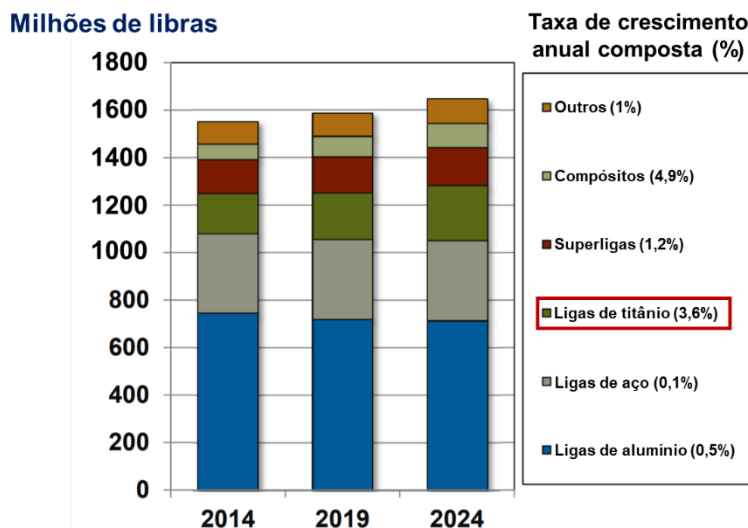
Fonte: Adaptado de Halchak, Cannon e Brown (2016).

O titânio e suas ligas comerciais também são candidatos promissores para a substituição dos aços estruturais e ligas de alumínio em aplicações aeroespaciais, devido à combinação de propriedades únicas, tais como sua elevada resistência específica, resistência à corrosão e ampla faixa de temperaturas de operação (HENRIQUES et al., 2005).

Estima-se que o mercado aeroespacial das ligas de titânio possua uma demanda de crescimento projetada até 2024 com taxa de crescimento anual composta em torno de 3,6%, superando a tendência de utilização de outros metais e aproximando-se ao dos compósitos, conforme observado na Figura 1.2 (ZIIM, 2014).



Figura 1.2 – Demanda projetada de materiais para o setor aeroespacial.



Fonte: Adaptado de Ziim (2014).

Neste cenário, a liga Ti-6Al-4V é extremamente relevante, correspondendo a cerca de 45% da produção total das ligas de titânio disponíveis (HENRIQUES et al., 2005), além de ter sido extensivamente estudada e empregada, inclusive na soldagem a *laser* de estruturas aeroespaciais (LIMA et al., 2015).

Portanto, considera-se importante para o setor aeroespacial o desenvolvimento de processos de soldagem que viabilizem a montagem estrutural de peças e componentes para aplicações sob regimes de operação extremos em temperaturas elevadas, sendo a soldagem a *laser* do nióbio e do titânio (bem como suas ligas) de particular interesse.

No entanto, após soldados, sabe-se que estes materiais devem ser posteriormente submetidos a tratamentos térmicos e/ou termoquímicos, além de serem devidamente protegidos com revestimentos protetores e/ou ablativos, para que possam então ser empregados nas condições de operação pretendidas. Tais tratamentos objetivam melhorar as propriedades mecânicas e o desempenho em serviço das junções soldadas, bem como os revestimentos propostos buscam atuar como barreira protetora e/ou escudo térmico, sendo tipicamente formados por processos de natureza química (CVD – *Chemical Vapor Deposition*) ou física (PVD – *Physical Vapor Deposition*) (FARHA, 2013),

com destaque para os processos assistidos por plasmas, tais como a implantação iônica por imersão em plasma (3IP).

## 1.2 Objetivos geral e específicos

O objetivo geral deste trabalho experimental foi realizar um estudo dos parâmetros de soldagem autógena com *laser* Yb:fibra do nióbio e da liga de titânio Ti-6Al-4V, bem como de seu tratamento termoquímico posterior via implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT), investigando a influência destes processos nos materiais e em suas propriedades para cada fase do trabalho experimental.

Para atingir o objetivo geral, foram propostos objetivos específicos para as três fases do trabalho experimental, conforme apresentado a seguir na Tabela 1.1.

Tabela 1.1 – Objetivos específicos de cada fase do trabalho experimental.

|  |
|--|
| <b>1ª fase: Caracterização dos materiais recebidos</b>   |
| <ul style="list-style-type: none"><li>• Conhecer as propriedades de interesse dos materiais recebidos.</li></ul>   |
| <b>2ª fase: Soldagem autógena por <i>laser</i> Yb:fibra</b>  |
| <ul style="list-style-type: none"><li>• Gerar, para os materiais recebidos, cartas de processamento na soldagem autógena com <i>laser</i> Yb:fibra, baseando-se no efeito do aporte térmico empregado sobre o processamento e características dimensionais dos cordões de solda resultantes.</li><li>• Avaliar a influência da soldagem a <i>laser</i> sobre a degradação das propriedades de interesse dos cordões de solda obtidos para cada material.</li></ul> |
| <b>3ª fase: Implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT)</b>  |
| <ul style="list-style-type: none"><li>• Propor uma metodologia para o tratamento termoquímico posterior via implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT) dos cordões de solda obtidos para cada material.</li><li>• Avaliar a influência do tratamento 3IP-AT sobre a modificação das propriedades de interesse dos cordões de solda tratados.</li></ul>  |

Fonte: Produção do autor.

### 1.3 Escopo

O presente trabalho está estruturado em sete Capítulos, cujo conteúdo é apresentado a seguir:

O Capítulo 1, intitulado INTRODUÇÃO, tem como objetivo introduzir os assuntos relacionados à dissertação e ao trabalho experimental desenvolvidos. Nele, destacam-se: a motivação e os objetivos geral e específicos.

O Capítulo 2, intitulado FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA, aborda os conhecimentos teóricos e práticos relevantes para a compreensão dos conceitos científicos abordados nesta dissertação e empregados durante o desenvolvimento do trabalho experimental. Assim, são apresentados alguns fundamentos teóricos acerca da interação do feixe *laser* com os metais, da soldagem a *laser*, da física de plasmas, da implantação iônica por imersão em plasma, considerando-se a influência destes processos sobre a composição, estrutura e propriedades do nióbio e da liga Ti-6Al-4V.

O Capítulo 3, intitulado MATERIAIS E MÉTODOS, apresenta os materiais recebidos e detalha a metodologia empregada nos processamentos e caracterizações realizados nas três fases deste estudo experimental.

O Capítulo 4, intitulado RESULTADOS E DISCUSSÕES, se destina à apresentação e discussão detalhada dos respectivos resultados obtidos nas três fases do trabalho experimental.

O Capítulo 5, intitulado CONCLUSÃO, apresenta as principais conclusões e considerações desenvolvidas a partir dos resultados experimentais obtidos nas três fases do trabalho experimental, além de fornecer um sumário conclusivo.

O Capítulo 6, intitulado SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS, apresenta possíveis trabalhos que podem ser desenvolvidos a partir do presente trabalho.

O Capítulo de REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS lista as obras consultadas e citadas neste trabalho.

Além disso, são fornecidos três Apêndices, estruturados da seguinte maneira:

O APÊNDICE A: DADOS METODOLÓGICOS apresenta as Figuras dos equipamentos utilizados no trabalho experimental.

O APÊNDICE B: TABELAS DE DADOS CRISTALOGRÁFICOS apresenta as Tabelas com os resultados dos dados cristalográficos obtidos nas análises de difração de raios X nas três fases do trabalho experimental.

O APÊNDICE C: TABELAS DE ENERGIAS DE FORMAÇÃO DAS FASES DE ÓXIDOS, NITRETOS E OXINITRETOS ESTÁVEIS apresenta as Tabelas com as energias de formação das fases cristalográficas de referência de óxidos, nitretos e oxinitretos estáveis, obtidas na plataforma Materials Project e citadas na segunda e terceira fases do trabalho experimental.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1 Soldagem a *laser*

#### 2.1.1 Interação entre o feixe *laser* e os metais

O feixe *laser* é uma fonte de luz monocromática, colimada e de alta coerência espacial e temporal, constituída por fótons com comprimentos de onda ( $\lambda$ ), frequências ( $\nu$ ) e energias ( $E$ ) de valores discretos (RENK, 2017).

Estas grandezas estão relacionadas entre si através da relação de Planck-Einstein dada pela Equação 2.1:

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} \quad (2.1)$$

Onde:

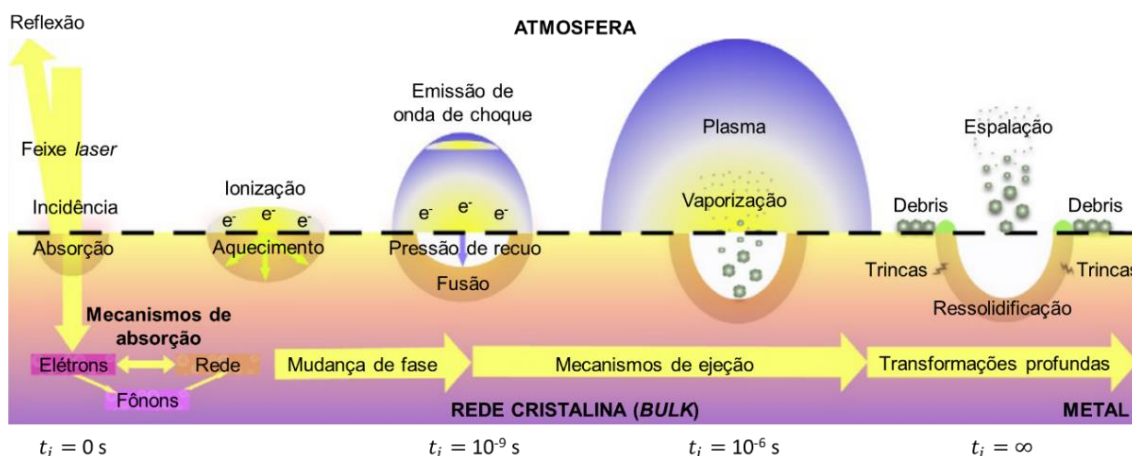
- a)  $h$  é a constante de Planck ( $h = 6,62607015 \times 10^{-34}$  J.s);
- b)  $c$  é a velocidade da luz no vácuo ( $c = 299792458$  m.s<sup>-1</sup>).

A elevada densidade energética do feixe *laser* pode ser utilizada para o processamento dos metais, modificando sua composição, estrutura e/ou propriedades (ION, 2005).

O processamento dos metais ocorre devido à interação da radiação eletromagnética transportada pelo feixe *laser* com o campo elétrico contido em sua rede cristalina, resultando em fenômenos físicos distintos (SPARKES; STEEN, 2018).

Na Figura 2.1, são ilustrados esquematicamente alguns fenômenos físicos oriundos da interação entre a radiação eletromagnética transportada por um único pulso *laser* e o campo elétrico contido na rede cristalina metálica, após transcorrido um dado tempo de interação ( $t_i$ ) com a superfície do metal.

Figura 2.1 – Interação da radiação eletromagnética transportada por um pulso *laser* com o campo elétrico da rede cristalina.



Fonte: Adaptado de Sparkes e Steen (2018).

Analisando-se a Figura 2.1, observa-se que a partir da interação da radiação eletromagnética transportada por um único pulso *laser* com a rede cristalina do metal, são promovidas vibrações em sua estrutura atômica, as quais estão associadas às nuvens eletrônicas e ligações fônicas (SPARKES; STEEN, 2018).

Assim, a energia transportada pelo feixe *laser* incidente é absorvida pelo metal por meio de interações elétron-fóton características, um fenômeno que ocorre para valores de  $t_i$  da ordem de  $10^{-15}$  s (femtosssegundos) (LI; GUAN, 2020).

A absorção energética pelo metal resulta de transições eletrônicas discretas em sua rede cristalina, desde que os níveis de energia quantizados envolvidos nas transições (sejam níveis eletrônicos, atômicos ou moleculares) apresentem uma diferença de  $E$  equivalente à energia dos fótons incidentes (BLACKBURN, 2012).

Pode ocorrer ainda a geração de plasma, considerando-se valores de  $t_i$  da ordem de  $10^{-12}$  s (picossegundos). Este fenômeno é geralmente acompanhado pela emissão de ondas de choque, as quais ocorrem para valores de  $t_i$  da ordem de  $10^{-9}$  s (nanossegundos) (LI; GUAN, 2020).

Para valores de  $t_i$  inferiores a  $10^{-12}$  s, poderão ocorrer simultaneamente os fenômenos de vaporização metálica e formação de plasma, bem como a fusão

e a espalação de partículas líquidas denominadas debris, as quais são posteriormente ressolidificadas sobre a superfície metálica (SPARKES; STEEN, 2018).

### 2.1.1.1 Absorção

Uma vez que os metais são opacos, o fenômeno da absorção do feixe *laser* por estes pode ser simplificado em termos das frações da radiação eletromagnética absorvida e refletida (BERGSTRÖM, 2008). Assim, tem-se que a Equação 2.2:

$$A + R = 1 \quad (2.2)$$

Onde:

- a) A é a absorvidade;
- b) R é a refletividade.

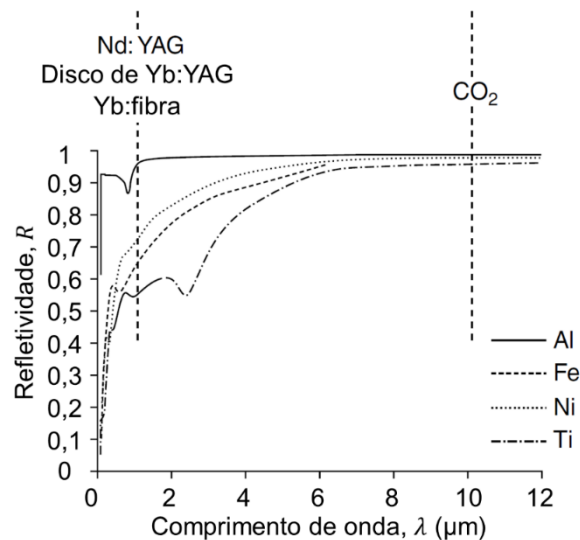
Portanto, se o metal apresentar  $A = 1$  e  $R = 0$ , considera-se que toda a energia irradiada pelo feixe *laser* incidente será absorvida. Inversamente, se o metal apresentar  $A = 0$  e  $R = 1$ , toda a energia irradiada pelo feixe *laser* será refletida. Caso A e R assumam valores decimais, parte da energia irradiada pelo feixe *laser* será refletida e o restante desta será absorvida (BLACKBURN, 2012).

A absorção do feixe *laser* incidente depende de sua natureza física (propriedades espectrais e direcionais) e das propriedades físico-químicas do metal com o qual o interage (BERGSTRÖM, 2008).

Assim, dependendo da natureza espectral (comprimento de onda e modo de polarização) e direcional (ângulo de incidência) do feixe *laser*, bem como das propriedades físico-químicas do metal, os fenômenos de absorção e reflexão podem variar significativamente (BLACKBURN, 2012).

No gráfico da Figura 2.2, é apresentada a variação da refletividade R dos metais alumínio (Al), ferro (Fe), níquel (Ni) e titânio (Ti) ao longo da faixa de  $\lambda$  de 0 – 12  $\mu\text{m}$ , abrangendo diferentes *lasers* comerciais utilizados no processamento metálico, tais como os *lasers* de Nd:YAG, disco de Yb:YAG, Yb:fibra (ambos com  $\lambda \sim 1,06 \mu\text{m}$ ) e de CO<sub>2</sub> ( $\lambda = 10,6 \mu\text{m}$ ).

Figura 2.2 – Refletividade dos metais alumínio, ferro, níquel e titânio em função do comprimento de onda do feixe *laser* incidente.



Nota: O feixe *laser* incidente apresenta um ângulo de incidência normal ( $\theta = 90^\circ$ ) à superfície do metal, a qual se encontra à temperatura ambiente.

Fonte: Adaptado de Rumble (2021).

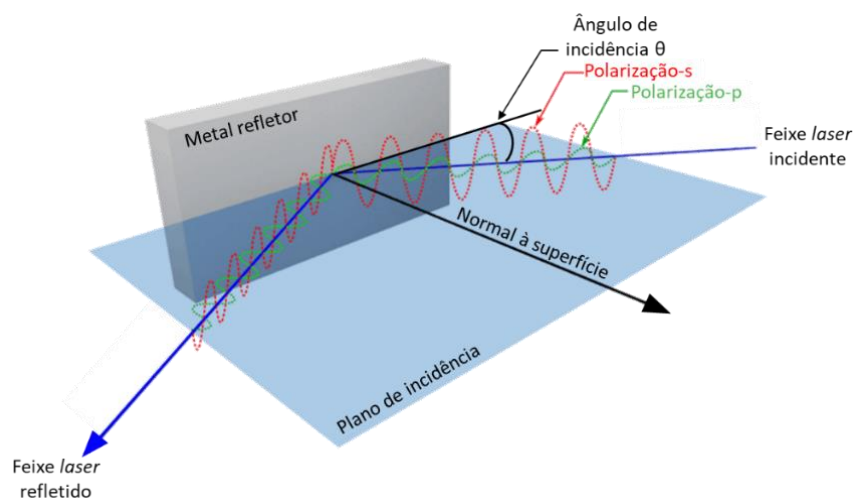
A polarização do feixe *laser* e o ângulo de incidência ( $\theta$ ) formado entre a direção de propagação deste e a superfície metálica também influenciam na absorção energética (SATO et al., 1996).

O modo de polarização é definido pela direção do campo elétrico do feixe *laser* incidente em relação ao plano de incidência no qual este se propaga, sendo este perpendicular à superfície do metal refletor (BERGSTRÖM, 2008).

Na Figura 2.3, apresenta-se esquematicamente o sistema de coordenadas que indica os modos de polarização p e s do feixe *laser* em relação ao plano de incidência perpendicular à superfície do metal refletor.



Figura 2.3 – Modos de polarização do feixe *laser* em relação ao plano de incidência perpendicular à superfície do metal refletor.



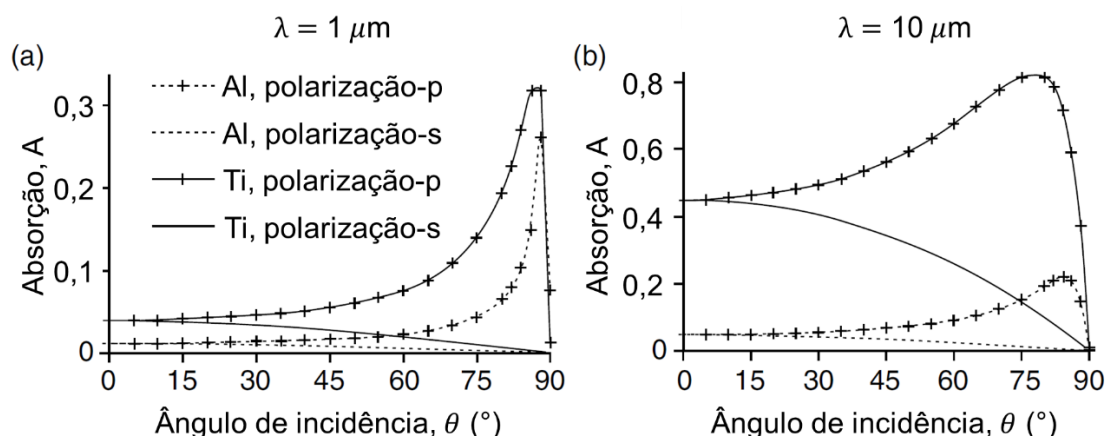
Fonte: Adaptado de Performative Design (2022).

O modo de polarização-p, também denominado modo transversal-magnético (TM), ocorre quando a componente vetorial do campo elétrico é paralela ao plano de incidência, ou seja, com o vetor campo elétrico orientado ao longo deste (GOLDSTEIN, 2010).

Por outro lado, o modo de polarização-s, também denominado modo transversal-elétrico (TE), ocorre quando a componente do campo elétrico é perpendicular ao plano de incidência, isto é, com o vetor campo elétrico normal a este (GOLDSTEIN, 2010).

Nos gráficos a) e b) da Figura 2.4, relaciona-se para o titânio (Ti) e o alumínio (Al) suas respectivas absorções energéticas de feixes *laser* incidentes com modos de polarização p e s e ângulos  $\theta$  distintos.

Figura 2.4 – Absorção do alumínio e do titânio em função dos modos de polarização e do ângulo de incidência do feixe *laser* incidente.



Nota: Nos gráficos (a) e (b), os comprimentos  $\lambda$  do feixe *laser* incidente são, respectivamente, 1  $\mu\text{m}$  e 10  $\mu\text{m}$ .

Fonte: Adaptado de Rumble (2021).

Analisando-se os gráficos da Figura 2.4, observa-se que a máxima absorção da energia do feixe *laser* incidente ocorre para o modo de polarização-p em um dado ângulo  $\theta$ , denominado ângulo Brewster, o qual depende do  $\lambda$  do feixe *laser* e das propriedades físico-químicas do metal com o qual este interage (RUMBLE, 2021).

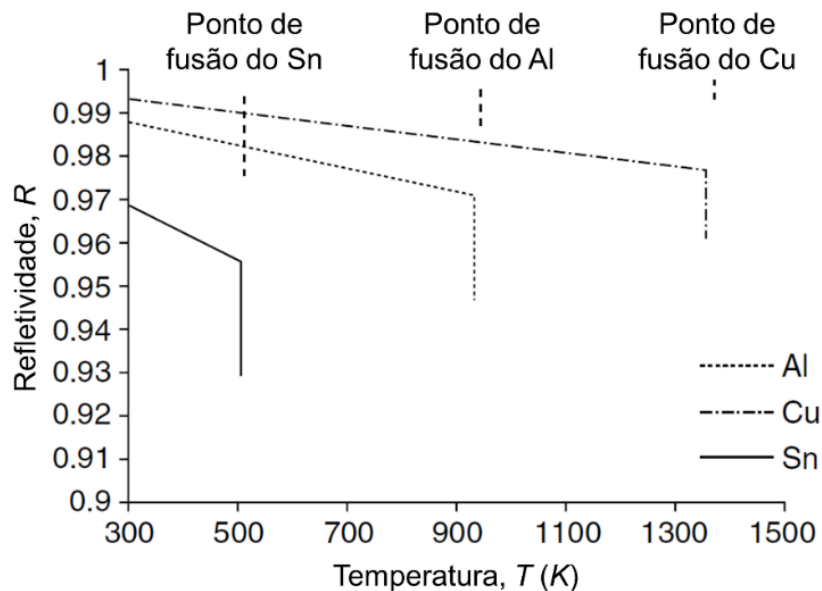
Além disso, observa-se na Figura 2.4 que para cada metal, há uma dependência de  $A$  em relação ao  $\lambda$  do feixe *laser* incidente. Para o titânio, o valor máximo de  $A$  é de aproximadamente 0,8 para o ângulo Brewster e um  $\lambda$  do feixe *laser* incidente de 10  $\mu\text{m}$ .

Sabe-se ainda que valor de  $A$  varia em função do tempo  $t_i$  do feixe *laser* com o metal e da temperatura atingida na região considerada (BERGSTRÖM, 2008).

Ao interagir com o metal, o feixe *laser* incidente eleva gradualmente a temperatura do substrato, aumentando progressivamente o valor de  $A$  (ou, inversamente, reduzindo progressivamente o valor de  $R$ ) (KAPLAN, 2009).

A variação de  $R$  em função da temperatura atingida na superfície metálica é apresentada no gráfico da Figura 2.5 a seguir para os metais alumínio (Al), cobre (Cu) e estanho (Sn).

Figura 2.5 – Variação da refletividade em função da temperatura para os metais alumínio, cobre e estanho.



Nota: No gráfico, o comprimento  $\lambda$  do feixe *laser* incidente foi de  $10,6 \mu\text{m}$  para um ângulo de incidência normal ( $\theta = 90^\circ$ ) à superfície.

Fonte: Adaptado de Brückner, Schäfer e Uhlenbusch (1989, 1991).

Conforme observado no gráfico da Figura 2.5, quando a temperatura de fusão ( $T_f$ ) é atingida na superfície metálica, o valor de  $A$  aumenta significativamente.

Finalmente, destaca-se que o feixe *laser* incidente pode ser modelado matematicamente como uma fonte térmica superficial, a qual possibilita uma dada profundidade de absorção ( $p_a$ ) da energia irradiada do feixe *laser* incidente no metal, tendo sua intensidade ( $I_0$ ) reduzida a  $1/e^2$ , conforme a Equação 2.3 proposta por Duley (1999).

$$p_a = \frac{\lambda}{4 \pi n} \quad (2.3)$$

Onde:

a)  $n$  é o índice de refração, sendo um valor superior a 1 para os metais.

### 2.1.1.2 Condução

Segundo Blackburn (2012), se  $I_0$  do feixe *laser* incidente for inferior a  $\sim 10^4 \text{ W.cm}^{-2}$  para a maioria dos materiais metálicos, a energia térmica efetivamente absorvida pela superfície metálica não será suficiente para que a temperatura local seja elevada acima da  $T_f$  do metal.

Conseqüentemente, não ocorrerá a formação de fases líquidas e a fração da energia térmica absorvida será transferida no metal exclusivamente por condução. A taxa de difusão da energia térmica absorvida pelo metal é dada por sua difusividade térmica ( $a$ ), conforme a Equação 2.4 proposta por Bird, Stewart e Lightfoot (1960):

$$a = \frac{k}{\rho c_p} \quad [\text{m}^2.\text{s}^{-1}] \quad (2.4)$$

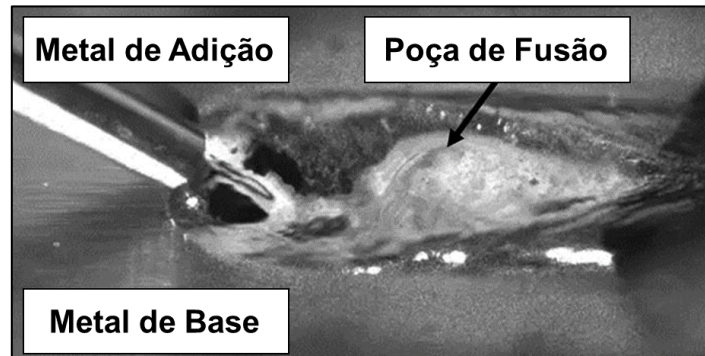
Onde:

- a)  $k$  é a condutividade térmica [ $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ];
- b)  $\rho$  é a massa específica [ $\text{kg.m}^{-3}$ ];
- c)  $c_p$  é o calor específico à pressão constante [ $\text{J. K}^{-1}.\text{kg}^{-1}$ ].

### 2.1.1.3 Fusão

Quando  $I_0$  do feixe *laser* incidente for superior a  $\sim 10^4 \text{ W.cm}^{-2}$ , ocorrerá a fusão na superfície metálica, com a formação de uma poça de metal líquido denominada poça de fusão, conforme exemplificado na Figura 2.6 (BLACKBURN, 2012).

Figura 2.6 – Poça de fusão formada durante a soldagem a *laser* com metal de adição.



Fonte: Adaptado de Schultz e Woizeschke (2018).

Analisando-se a Figura 2.6, observa-se que, durante a fusão, a superfície metálica, inicialmente à temperatura ambiente ( $T_0$ ), tem sua temperatura localizada elevada acima de  $T_f$  do metal após um dado tempo de aquecimento ( $t_f$ ), o qual pode ser estimado pela Equação 2.5 proposta por Cohen (1967):

$$t_f = \frac{\pi k^2 T_f^2}{4 a I_a^2} \quad [s] \quad (2.5)$$

Onde:

- a)  $T_f$  é a temperatura de fusão do metal [K];
- b)  $I_a$  é a intensidade do feixe *laser* incidente efetivamente absorvida pela superfície metálica, sendo uma fração de  $I_0$  [ $W.m^{-2}$ ].

A profundidade ( $x_f$ ) da poça de fusão em função do tempo  $t_i$  do feixe *laser* incidente com a superfície metálica pode ser aproximada pela Equação 2.6, supondo que a condutividade térmica e a difusividade térmica das fases sólida e líquida são idênticas (COHEN, 1967).

$$x_f = \frac{0,16 I_a (t_i - t_f)}{\rho L} \quad [m] \quad (2.6)$$

Onde:

- a)  $L$  é o calor latente de fusão do metal [ $J.kg^{-1}$ ].

#### 2.1.1.4 Vaporização

Dependendo da intensidade  $I_0$  do feixe *laser* incidente e de  $t_i$  deste com a superfície metálica, pode ocorrer a vaporização e a formação de plasma (READY, 1997).

Na vaporização, a superfície metálica, inicialmente à  $T_0$ , tem sua temperatura local elevada acima da temperatura de vaporização ( $T_v$ ) do metal após um intervalo ( $t_v$ ), o qual pode ser estimado pela Equação 2.7 proposta por Ready (1997).

$$t_v = \frac{\pi k \rho c_p (T_v - T_0)^2}{4 I_a^2} \quad [\text{s}] \quad (2.7)$$

Onde:

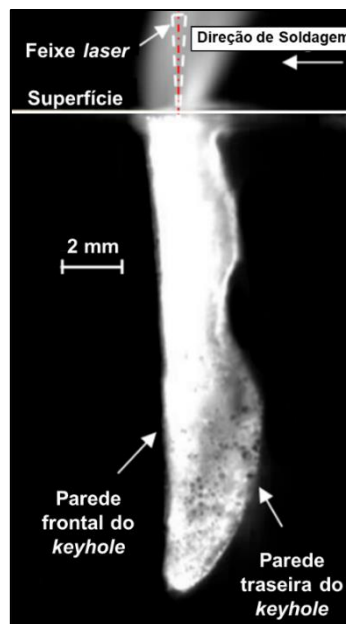
- a)  $T_v$  é a temperatura de vaporização do metal [K].

O fenômeno de vaporização pode ocorrer, por exemplo, na soldagem a *laser*, para  $I_0$  da ordem de  $10^4 \text{ W.cm}^{-2}$ , desde que a interação  $t_i$  com a superfície metálica seja suficiente para promover o aumento de temperatura necessário (HIRANO; FABBRO; MULLER, 2011).

Por outro lado, na soldagem a *laser*, são tipicamente empregadas  $I_0$  superiores a  $10^6 \text{ W.cm}^{-2}$ , de modo a possibilitar que o modo de transferência de energia térmica para o metal seja governado majoritariamente pela penetração do feixe *laser* através da poça de fusão, ao invés de ser governado por condução térmica (BLACKBURN, 2012).

Quando isto ocorre, forma-se, junto à poça de fusão, uma cavidade de vapor denominada *keyhole*, resultante da pressão de vapor de recuo, a qual empurra o metal líquido para a região periférica ao redor da área com a qual o feixe *laser* interage, conforme exemplificado na Figura 2.7 (KAPLAN, 2009).

Figura 2.7 – *Keyhole* e pluma de vapor gerada durante a soldagem autógena a *laser* com feixe incidindo transversalmente em relação à superfície.



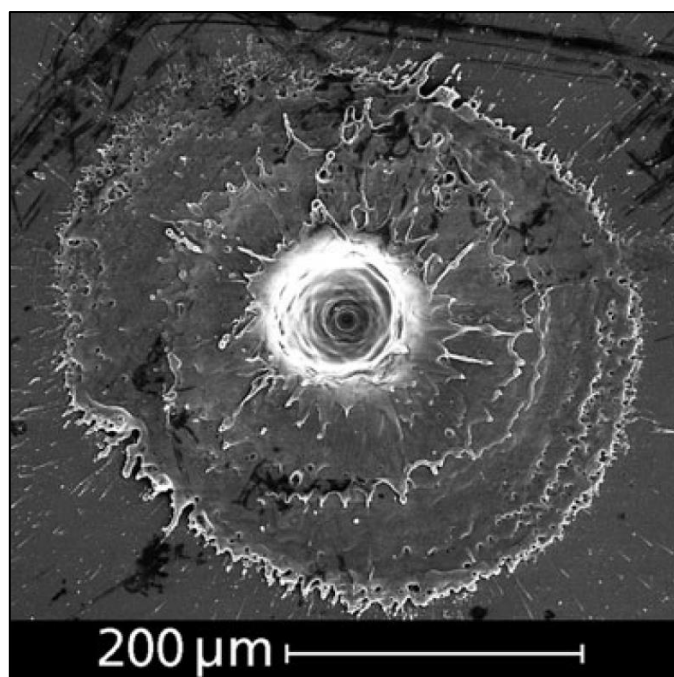
Fonte: Adaptado de Zhang et al. (2018).

Aqui, destaca-se que a vaporização não ocorre exclusivamente por sublimação. Dependendo do tempo  $t_i$  do feixe *laser* com a superfície metálica, pode haver inclusive a formação de fases líquidas transientes (KAPLAN, 2009).

Conseqüentemente, algumas partículas metálicas são ablacionadas sob a forma de gotículas de metal líquido ejetadas devido ao impacto da pressão de vapor de recuo, sendo posteriormente resfriadas e ressolidificadas ao entrarem em contato com a superfície metálica (KAPLAN, 2009).

De modo a ilustrar a espalção de debris metálicos, na Figura 2.8 apresenta-se a morfologia de uma cavidade de vapor resultante da penetração de um feixe *laser* sobre a superfície de um aço.

Figura 2.8 – Cavidade de vapor formada na superfície de um aço após a incidência de um feixe *laser* e espalação de debris metálicos.



Fonte: Noll (2012).

Analisando-se a Figura 2.8, observa-se que a incidência do feixe *laser* resultou na vaporização metálica a partir da superfície, gerando uma cavidade de vapor (*keyhole*) a partir do metal ablaçionado. Além disso, evidencia-se o efeito da pressão de vapor de recuo sobre a espalação metálica, ocorrida em direção às regiões periféricas ao redor da posição central de incidência (NOLL, 2012).

#### 2.1.1.5 Geração de plasma

Considera-se que o vapor metálico é essencialmente constituído por átomos e moléculas. Quando o feixe *laser* incide sobre a superfície metálica ocorre a dessorção das moléculas adsorvidas, as quais são desintegradas, fragmentadas e/ou dissociadas. Consequentemente, estes espécimes atômicos e moleculares são ionizados a partir da energia óptica do feixe *laser* incidente e térmica irradiada, gerando o plasma (PANNE, 2004).



O plasma gerado consiste em uma pluma de gás ionizado e elétrons livres, o qual absorve a energia óptica do feixe *laser* por meio de um mecanismo físico denominado absorção de *bremstrahlung* inverso. Esta absorção aumenta exponencialmente em função do quadrado do  $\lambda$  do feixe *laser* incidente (DOWDEN, 2009).

Para um feixe *laser* cujo  $\lambda$  é de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$ , o acoplamento do feixe sobre o metal e o respectivo aumento da absorptividade são favorecidos majoritariamente pelas múltiplas reflexões e absorções de Fresnel nas paredes do *keyhole* formado. Consequentemente, a energia térmica é transferida para a poça de fusão e demais fases sólidas através das interfaces com o *keyhole* (BLACKBURN, 2012).

No entanto, para um feixe *laser* cujo  $\lambda$  é de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$ , além das múltiplas reflexões e absorções de Fresnel, ocorre também a absorção da energia óptica por *bremstrahlung* inverso (BLACKBURN, 2012).

Na absorção por *bremstrahlung* inverso, os fótons do feixe *laser* incidente interagem com os elétrons livres e demais íons presentes na pluma de plasma. Consequentemente, a energia óptica transportada pelos fótons é transferida aos elétrons livres e íons, acelerando-os estocasticamente, resultando em sucessivas colisões inelásticas entre os espécimes acelerados e demais átomos e moléculas presentes nas fases sólidas e líquidas envolvidas, transferindo energia térmica para o metal (KAPLAN, 2009).

A formação de uma pluma de plasma densa acima da superfície metálica pode ser deletéria à estabilidade do *keyhole* e à profundidade de penetração deste no metal (BLACKBURN, 2012).

Assim, o plasma gerado pode realizar uma absorção excessiva da energia óptica por *bremstrahlung* inverso, resultando em perdas de energia e reduzindo a eficiência de transferência energética durante a interação (PANNE, 2004).

Além disso, também pode ocorrer a desfocalização do feixe *laser* incidente, em decorrência do gradiente de densidade eletrônica na pluma de plasma gerada,


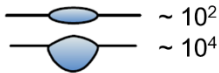
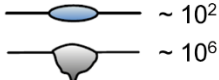
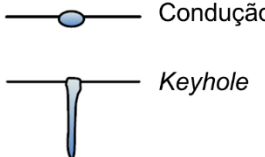
resultando no espalhamento luminoso dos fótons ao interagir com o plasma, acentuando as perdas energéticas (BLACKBURN, 2012).

### 2.1.2 Soldagem a *laser*

O feixe *laser* é considerado uma fonte térmica de alta intensidade. Um feixe *laser* com elevada intensidade pode ser focalizado em um pequeno diâmetro focal, incidindo sobre superfícies metálicas e transferindo uma grande quantidade de energia térmica localizada, suficiente para soldar os materiais (STEEN; MAZUMDER, 2010).

Na Tabela 2.1, compara-se a intensidade e o respectivo perfil da zona fundida (ZF) obtido para diferentes processos de soldagem.

Tabela 2.1 – Intensidades e perfis da zona fundida obtidos para diferentes processos de soldagem.

| Processo de soldagem              | Intensidade (W/cm <sup>2</sup> ) | Perfil da zona fundida   |
|-----------------------------------|----------------------------------|--|
| Eletrodo revestido                | $5 \times 10^2 - 10^4$           |  |
| MIG                               | $5 \times 10^2 - 10^4$           |  |
| Plasma                            | $5 \times 10^2 - 10^6$           |  |
| <i>Laser</i> ou feixe de elétrons | $10^6 - 10^8$                    |  |

Fonte: Adaptado de Steen e Mazumder (2010).

Analisando-se a Tabela 2.1, observa-se que a soldagem a *laser* é considerada um processo de alta energia, assim como a soldagem por feixe de elétrons. Em ambos os casos, as intensidades típicas variam na faixa de  $10^6$  a  $10^8$  W.cm<sup>-2</sup> (STEEN; MAZUMDER, 2010).

Além disso, no processo de soldagem a *laser*, a posição focal do feixe *laser* em relação à superfície metálica exerce uma influência significativa na distribuição

da energia térmica transferida e no respectivo perfil da ZF resultante. Logo, diferentes perfis geométricos da ZF podem ser formados (LAWRENCE, 2018).

Quando o feixe *laser* incide fora de foco em relação à superfície metálica, a soldagem pode operar no modo por condução, devido à redução da intensidade. Por outro lado, caso o feixe *laser* incida em foco na superfície metálica, maior será a intensidade e a soldagem ocorrerá em modo por penetração, também denominado *keyhole* (LAWRENCE, 2018).

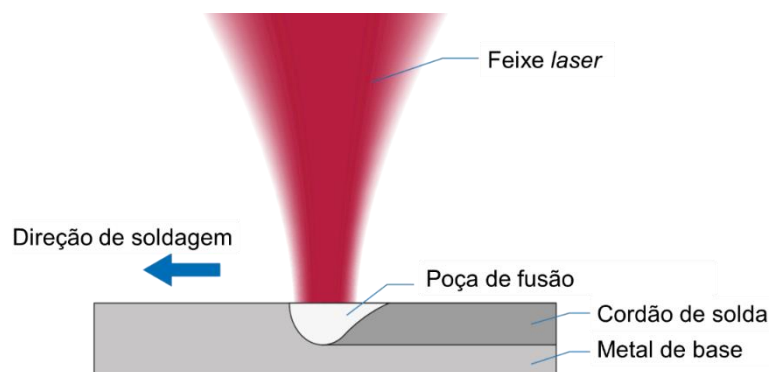
Destaca-se que, além da posição focal, a intensidade e o tempo  $t_i$  do feixe *laser* com a superfície metálica são parâmetros fundamentais, pois determinam o aporte térmico e o modo de soldagem predominante (STEEN; MAZUMDER, 2010).

### 2.1.2.1 Soldagem por condução

O modo de soldagem por condução é caracterizado, exclusivamente, pela formação de fases líquidas e sólidas, no qual a energia de soldagem transferida ao metal é governada, majoritariamente, por condução térmica (ION, 2005). Neste regime de soldagem, as intensidades típicas do feixe *laser* são da ordem de  $10^4 - 10^6 \text{ W.cm}^{-2}$  (BLACKBURN, 2012).

Na Figura 2.9, representa-se esquematicamente o modo de soldagem por condução.

Figura 2.9 – Modo de soldagem por condução.



Fonte: Adaptado de Laserline (2022).

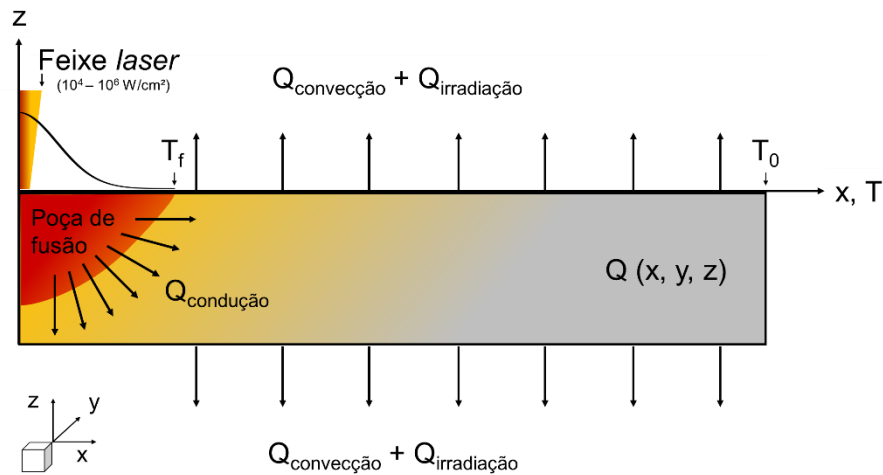
Analisando-se a Figura 2.9, observa-se que, inicialmente, a energia óptica do feixe *laser* incidente é absorvida através da superfície metálica, sendo convertida em energia térmica por meio das interações elétron-fóton que ocorrem na rede cristalina metálica, estando associadas às nuvens eletrônicas e ligações fônicas (SPARKES; STEEN, 2018).

Em seguida, considera-se que a energia térmica é transferida através da superfície metálica por condução, sendo distribuída tridimensionalmente pelo metal. Consequentemente, ocorre o aumento da temperatura localizada das fases sólidas até que seja atingida sua  $T_f$  (STEEN; MAZUMDER, 2010).

Neste instante, é formada uma poça de fusão hemisférica, na qual as fases líquidas se deslocam simultaneamente com o feixe *laser* na direção de soldagem. Durante o resfriamento da poça de fusão, ocorre a solidificação das fases líquidas, resultando na formação do cordão de solda longitudinal (ION, 2005).

Embora este regime de soldagem seja majoritariamente governado por condução, também estão envolvidos os mecanismos de fluxo de calor por convecção e irradiação, conforme o modelo matemático proposto por Jacques e El Ouafi (2017) e adaptado na Figura 2.10.

Figura 2.10 – Modelo matemático dos mecanismos de fluxo de calor envolvidos no modo de soldagem por condução.



Fonte: Adaptado de Jacques e El Ouafi (2017).

Além disso, no modo de soldagem por condução, a extensão da ZTA é relativamente maior do que no modo de soldagem por penetração (*keyhole*), conforme será discutido posteriormente (BLACKBURN, 2012).

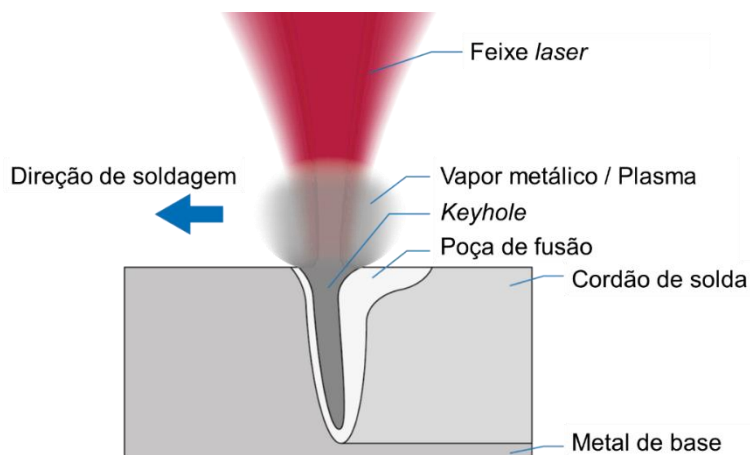
Por outro lado, o modo de soldagem por condução é considerado como sendo mais estável do que o modo de soldagem por penetração. Isto ocorre pois, durante o processo, a temperatura máxima na poça de fusão não excede a  $T_v$ . Logo, não são formadas cavidades de vapor, resultando em cordões de solda com poucos defeitos geométricos (ION, 2005).

### 2.1.2.2 Soldagem por penetração

O modo de soldagem por penetração é caracterizado pela formação de uma cavidade de vapor envolta por uma poça de fusão assimétrica. Esta cavidade é também designada *keyhole* (ION, 2005).

Na Figura 2.11, representa-se esquematicamente o modo de soldagem por penetração.

Figura 2.11 – Modo de soldagem por penetração (*keyhole*).



Fonte: Adaptado de Laserline (2022).

No regime de soldagem por penetração, as intensidades típicas do feixe *laser* são superiores a  $10^6 \text{ W.cm}^{-2}$ . Assim, o *keyhole* é gerado quando o feixe *laser* de alta intensidade incide na superfície metálica (BLACKBURN, 2012).

Inicialmente, o *keyhole* tem sua estabilidade mantida pela pressão de vapor de recuo atuante, configurando um regime termodinâmico de equilíbrio estacionário (LEE et al., 2002).

Em seguida, inicia-se a vaporização metálica e parte do vapor é ejetado do *keyhole*. Deste modo, o volume metálico é localmente reduzido, não sendo possível manter a pressão de vapor constante. Consequentemente, o *keyhole* tende à instabilidade, podendo colapsar subitamente (DUCHARME, KAPADIA, DOWDEN, 1993).

Porém, à medida em que o *keyhole* é deslocado simultaneamente com o feixe *laser* na direção de soldagem, a poça de fusão assimétrica que o envolve permite o fluxo constante de metal líquido entre as regiões traseira e dianteira. Assim, o volume metálico e a pressão de vapor de recuo são mantidos, configurando um regime termodinâmico de quasi-equilíbrio estacionário (LEE et al., 2002).

Segundo Svenungsson, Choquet e Kaplan (2015), o feixe *laser* é capaz de penetrar continuamente no interior da cavidade gerada. Isto ocorre devido às

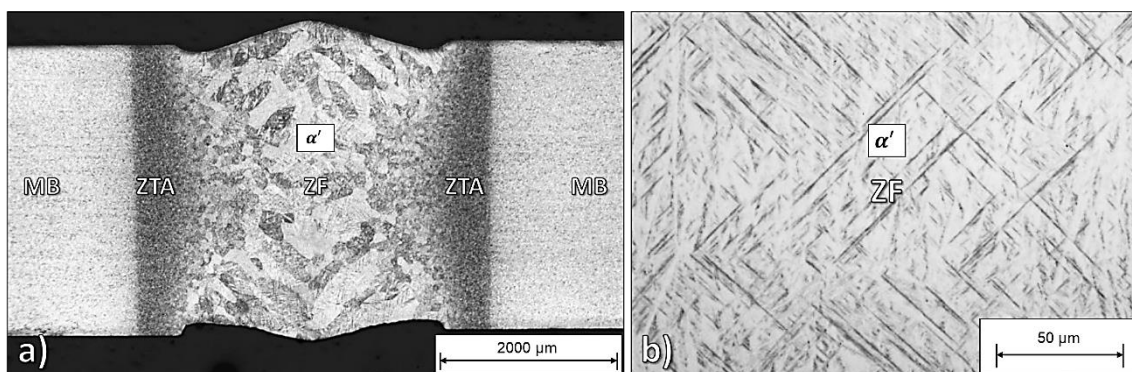
múltiplas reflexões do feixe *laser* nas paredes do *keyhole*, seguida pela absorção de Fresnel, resultando em um aumento exponencial da absorção energética pelo metal.

Assim, a parte inferior do *keyhole* é capaz de absorver maior quantidade de energia do que a parte superior. Além disso, quanto maiores forem a intensidade, a taxa de vaporização metálica e a pressão de recuo, maior será a estabilidade termodinâmica do *keyhole*, o qual tende a permanecer aberto em toda sua extensão por mais tempo (SVENUNGSSON; CHOQUET; KAPLAN, 2012).

### 2.1.2.3 Soldagem a *laser* da liga Ti-6Al-4V

Segundo Bu et al. (2021), a microestrutura resultante na ZF dos cordões de solda obtidos a *laser* em regime de penetração (*keyhole*) para a liga Ti-6Al-4V é majoritariamente constituída pela fase acicular martensítica  $\alpha'$ , exibindo maclas, ripas e/ou agulhas martensíticas, conforme apresentado na Figura 2.12.

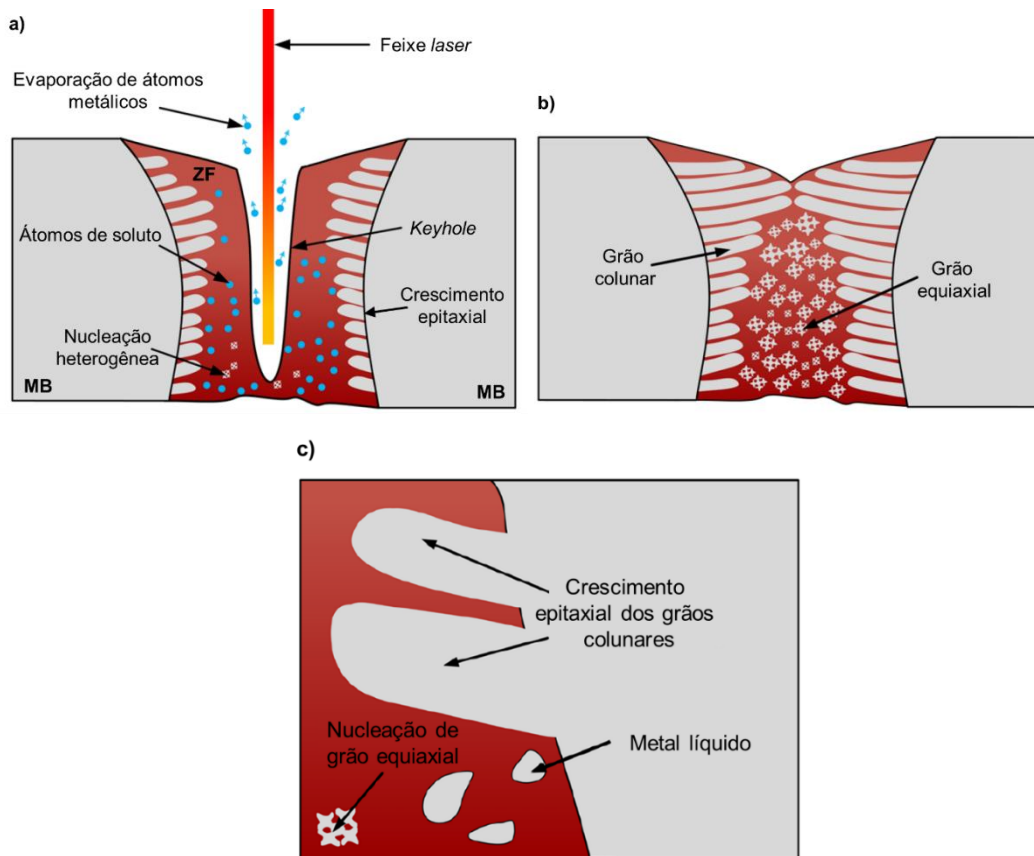
Figura 2.12 – Macro e microestrutura do cordão de solda obtido a *laser* em regime de penetração (*keyhole*) para a liga Ti-6Al-4V.



Fonte: Adaptado de Kabir (2011).

Além disso, a formação morfológica da ZF ressolidificada é essencialmente dominada pelos mecanismos de nucleação heterogênea de grãos equiaxiais a partir de heterogeneidades introduzidas na poça de fusão, bem como pelo crescimento epitaxial de grãos colunares a partir da interface com o MB não fundido, conforme representado esquematicamente na Figura 2.13 (BU et al., 2021).

Figura 2.13 – Nucleação e crescimento dos grãos no resfriamento e solidificação da poça de fusão durante a soldagem a *laser* da liga Ti-6Al-4V.



Fonte: Adaptado de Bu et al. (2020).

Conseqüentemente, a ZF apresenta uma microestrutura com grãos equiaxiais localizados majoritariamente na região central da linha de fusão, bem como grãos colunares que crescem epitaxialmente a partir da interface com o MB, orientados em direção à região central, inversamente ao sentido do fluxo de calor durante o resfriamento e a solidificação, conforme observado nos detalhes b) e c) da Figura 2.13.

Destaca-se que os mecanismos citados acima e ilustrados na Figura 2.13 para a formação morfológica dos grãos dependem do superresfriamento constitucional das fases líquidas na poça de fusão, o qual pode ser estimado a partir da Equação 2.8 proposta por Bu et. al (2021).



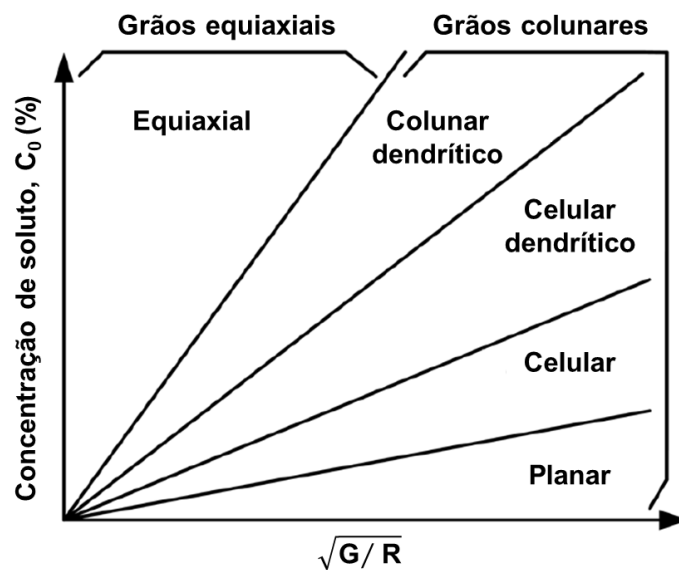
$$\frac{G}{R} \leq \frac{m C_0}{D} \left( \frac{1 - k_0}{k_0} \right) \quad (2.8)$$

Onde:

- a) G é o gradiente térmico na poça de fusão;
- b) R é a velocidade de solidificação do metal líquido;
- c) C<sub>0</sub> é a concentração de soluto na poça de fusão;
- d) m é o gradiente líquido do diagrama de fases no equilíbrio;
- e) D é o coeficiente de difusão do soluto na poça de fusão;
- f) k<sub>0</sub> é o coeficiente de distribuição do soluto na poça de fusão.

A partir das grandezas físicas apresentadas na Equação 2.8, entende-se que a formação morfológica da ZF ressolidificada resultante depende, majoritariamente, do gradiente térmico (G) e da velocidade de solidificação (R) da poça de fusão, bem como da concentração de soluto (C<sub>0</sub>) existente, conforme representado esquematicamente no gráfico da Figura 2.14.

Figura 2.14 – Formação morfológica dos grãos a partir da concentração de soluto e da taxa de superresfriamento constitucional na poça de fusão durante a soldagem a *laser*.



Fonte: Adaptado de Bu et al. (2021).

Analisando-se o gráfico da Figura 2.14, infere-se que, na região central da linha de fusão, a formação heterogênea de grãos equiaxiais observada na Figura 2.13 pode ser explicada pelo menor grau de superresfriamento constitucional da poça de fusão. Isto ocorre devido à menor razão  $\sqrt{G/R}$  resultante, ou seja, quando há maiores velocidades de solidificação associadas a menores gradientes térmicos localizados.

Além disso, a partir do gráfico da Figura 2.14, compreende-se que o crescimento epitaxial dos grãos colunares observado na Figura 2.12 e esquematizado na Figura 2.13 pode ser explicado pelo maior grau de superresfriamento constitucional nas extremidades da poça de fusão com o MB. Isto também ocorre devido à maior razão  $\sqrt{G/R}$  observada, isto é, quando há menores velocidades de solidificação associadas a maiores gradientes térmicos localizados.

#### **2.1.2.4 Soldagem a *laser* do nióbio**

Torkamany et al. (2014) estudaram previamente a soldagem a *laser* dissimilar entre o nióbio e a liga Ti-6Al-4V, utilizando-se um *laser* Nd:YAG operando em modo pulsado.

Segundo os autores, os cordões de solda dissimilares resultantes apresentaram ZF com seções transversais assimétricas, devido às diferentes propriedades físico-químicas entre o nióbio e a liga Ti-6Al-4V. Além disso, ao serem realizados ensaios de tração uniaxiais, as juntas dissimilares fraturaram próximo à interface com o nióbio, exibindo, portanto, uma resistência à tração semelhante ao nióbio.

Oliveira et al. (2017) realizaram a soldagem a *laser* de chapas de nióbio com 3 mm de espessura, utilizando-se um *laser* Yb:fibra operando em modo contínuo. Assim, foram geradas cartas de dimensionamento de profundidade e largura dos cordões de solda obtidos para uma dada faixa de aporte térmico (isto é, considerando-se as potências do *laser* e velocidades de soldagem empregadas).

De acordo com os pesquisadores, os cordões de solda obtidos apresentaram microestruturas com grãos equiaxiais e colunares, exibindo defeitos

significativos, tais como poros com diâmetros de ordem submilimétrica, conectados entre si e alinhados próximos à região central da linha de fusão. Além disso, análises de difração de raios X (DRX) realizadas nos cordões de solda confirmaram a presença da fase estável de óxido de nióbio NbO, oriunda da soldagem a *laser*.

Siqueira et al. (2020) investigaram a soldabilidade entre o nióbio e a liga Ti-6Al-4V, utilizando-se um *laser* Yb:fibra operando em modo contínuo, obtendo cordões de solda isentos de defeitos, com microconstituintes com durezas Vickers variando na faixa de 130 – 180 HV<sub>0,05</sub>.

## **2.2 Implantação iônica por imersão em plasma em alta temperatura (3IP-AT)**

### **2.2.1 Implantação iônica por imersão em plasma (3IP)**

A implantação iônica por imersão em plasma (3IP) foi inicialmente desenvolvida em 1987 por John Conrad e seus colegas da Universidade de Winsconsin, objetivando o tratamento superficial de aços por meio da formação de camadas de nitretos metálicos imediatamente abaixo de sua superfície.

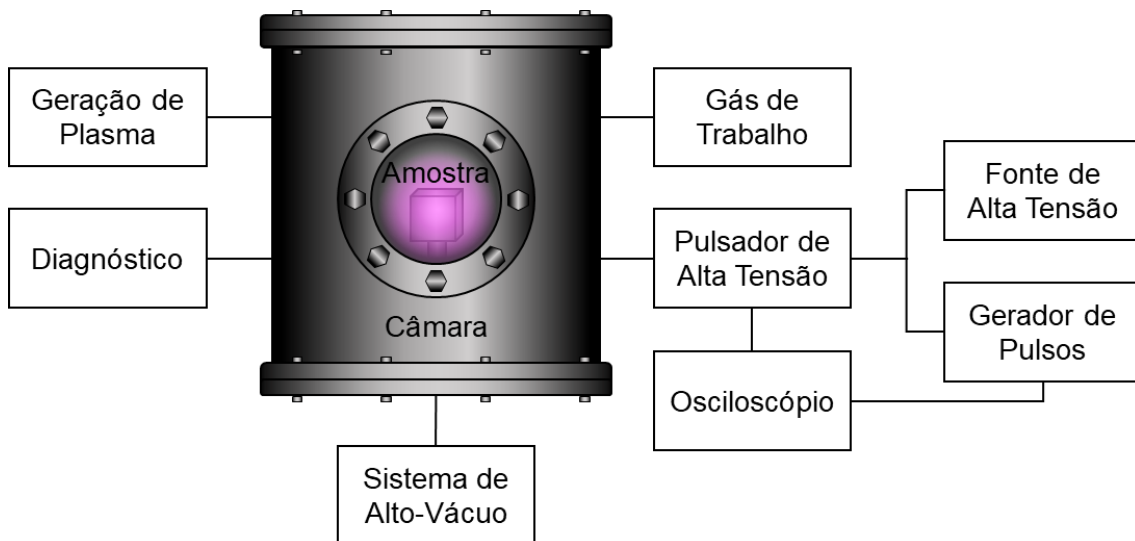
Conseqüentemente, o tratamento 3IP realizado pelos pesquisadores possibilitava o aumento da dureza superficial e a melhora das propriedades tribológicas dos aços tratados, entre outras melhorias (CONRAD et al., 1987).

O princípio do tratamento 3IP consiste na imersão direta em plasma de uma peça de trabalho condutora, promovendo sua polarização negativa (*bias*) por meio da aplicação de uma alta tensão negativa e pulsada, da ordem de unidades de kV. Conseqüentemente, íons positivos do plasma são acelerados em direção à superfície da peça de trabalho, implantando-os através da estrutura cristalina.

Um sistema 3IP genérico é esquematizado na Figura 2.15, sendo constituído por:

- a) Uma câmara metálica de processamento com porta-amostras;
- b) Um sistema de vácuo com bombas e válvulas;
- c) Uma fonte geradora de plasma;
- d) Um sistema de polarização negativa do substrato (*bias*);
- e) Um sistema de energização elétrica para a fonte geradora de plasma e do *bias*;
- f) Um sistema de fornecimento de gases de trabalho com válvulas;
- g) Ferramentas de diagnóstico, tais como sondas de Langmuir para medição da densidade do plasma, instrumentos para medição da pressão de vácuo, entre outros.

Figura 2.15 – Sistema típico de implantação iônica por imersão em plasma.



Fonte: Produção do autor.

No sistema 3IP, a tensão do *bias* é conectada ao substrato, podendo ser do tipo DC negativa ou emitida por pulsos temporais. Em aplicações metalúrgicas, o plasma é tipicamente gerado a partir de técnicas associadas às descargas de filamentos aquecidos ou de radiofrequências.

Em relação às vantagens do sistema 3IP, destaca-se que este permite:

- a) Implantar tridimensionalmente íons de alta energia em peças com geometrias complexas, não apresentando linha de visada;

- b) Implantar íons nas camadas internas do material, sem que haja a formação de filmes finos. Logo, são eliminados os problemas de delaminação e variações dimensionais;
- c) Modificar a superfície do material por meio da implantação iônica, alterando suas propriedades mecânicas e tribológicas, bem como sua resistência à corrosão, por exemplo.

### **2.2.2 Dinâmica da bainha de plasma no processo 3IP**

No processo 3IP, a peça de trabalho, sendo condutora, exerce o papel de um eletrodo de alta tensão (catodo). Assim, quando o *bias* é aplicado ao catodo, a bainha de plasma é gerada, resultando em uma dinâmica caracterizada por três estágios temporais:

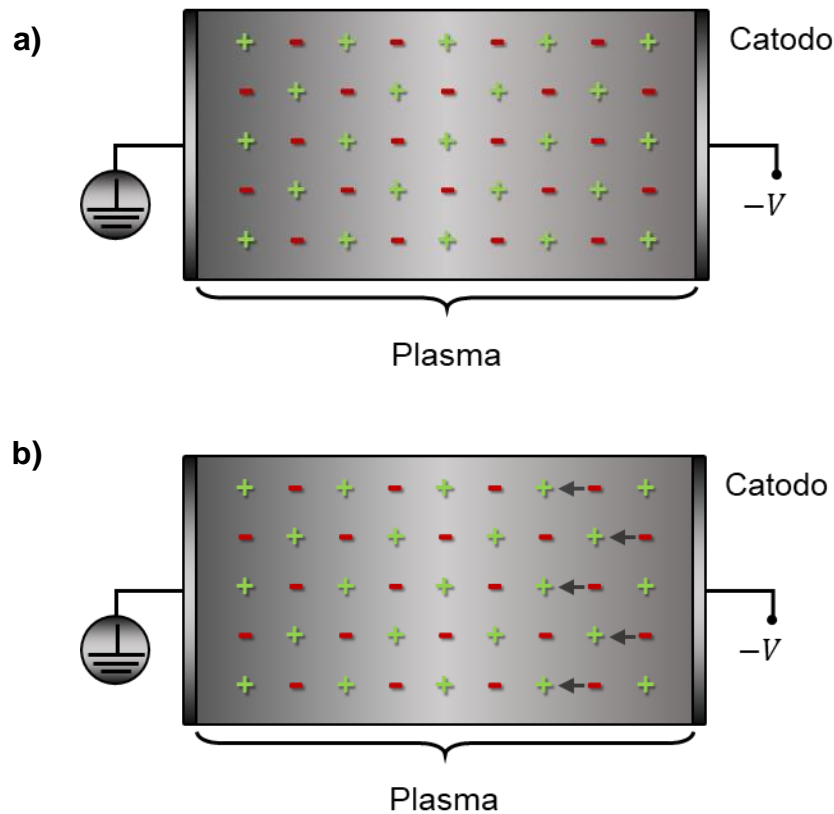
- a) 1º estágio: Aplicação do *bias* e repulsão dos elétrons;
- b) 2º estágio: Geração de uma matriz de íons e início da implantação iônica;
- c) 3º estágio: Expansão da bainha de plasma até o regime estacionário.

#### **2.2.2.1 Primeiro estágio da bainha de plasma**

No instante temporal inicial ( $t = 0$ ), o *bias* é aplicado ao substrato, de modo que os elétrons, sob influência do campo elétrico atuante, são repelidos das extremidades da peça de trabalho em uma escala temporal inversa à frequência de plasma dos elétrons ( $\omega_{pe}$ ), sendo este intervalo tipicamente da ordem de nanossegundos (KONDYURIN; BILEK, 2014).

O primeiro estágio de formação da bainha de plasma é representado esquematicamente na Figura 2.16.

Figura 2.16 – Primeiro estágio da bainha de plasma.



Fonte: Produção do autor.

Sabe-se que a frequência  $\omega_{pe}$  é dada pela Equação 2.9 segundo Tonks e Langmuir (1929):

$$\omega_{pe} = \sqrt{\frac{n_e e^2}{\epsilon_0 M_e}} \quad (2.9)$$

Onde:

- a)  $n_e$  é a densidade de elétrons no plasma [ $m^{-3}$ ];
- b)  $e$  é carga do elétron [C];
- c)  $\epsilon_0$  é a permissividade elétrica do vácuo [ $C^2 \cdot N^{-1} \cdot m^{-2}$ ];
- d)  $M_e$  é a massa do elétron [kg].

### 2.2.2.2 Segundo estágio da bainha de plasma

Em decorrência da repulsão dos elétrons, no intervalo temporal ( $t$ ) transcorrido, é gerada uma carga espacial de íons nas proximidades do catodo. Esta região

corresponde à bainha responsável por blindar eletrostaticamente o restante do plasma quase neutro em relação ao catodo.

A blindagem eletrostática é resultante da elevada inércia dos íons, evitando que estes se movam em escalas temporais típicas da movimentação dos elétrons (CHEN, 2016).

Por esta razão, a bainha formada é denominada bainha matricial de íons, uma vez que estes são capazes de manter uma matriz associada às suas respectivas posições no plasma quase neutro, antes de ocorrer a movimentação dos elétrons (CONRAD et al., 1987).

A bainha matricial de íons apresenta uma geometria tridimensional semelhante ao catodo, exibindo uma espessura ( $S_{mi}$ ) inicial significativamente menor do que suas dimensões, com extensão de ordem micrométrica, sendo dada pela Equação 2.10 segundo Conrad et al. (2014):

$$S_{mi} = \sqrt{\frac{2 \epsilon_0 V_0}{e n_0}} \quad (2.10)$$

Onde:

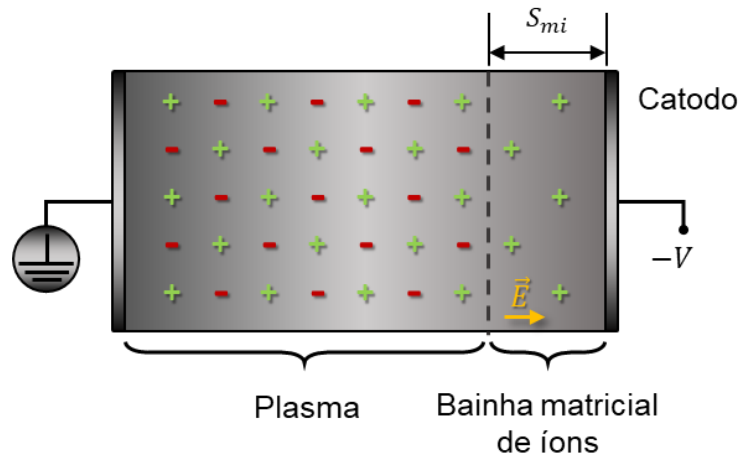
- a)  $V_0$  é o potencial do *bias* aplicado [ $J.C^{-1}$ ];
- b)  $n_0$  é a densidade do plasma [ $m^{-3}$ ].

Considera-se que a espessura  $S_{mi}$  da bainha matricial de íons é tipicamente da ordem de algumas unidades de  $\lambda_d$  (CLEMMOW; DOUGHERTY, 1969).

Em decorrência da reduzida espessura  $S_{mi}$  da bainha matricial de íons, é gerado um forte campo elétrico ( $\vec{E}$ ) através desta. Como resultado, os íons presentes na bainha matricial são acelerados em direção ao catodo (KONDYURIN; BILEK, 2014).

O segundo estágio de formação da bainha de plasma é representado esquematicamente na Figura 2.17.

Figura 2.17 – Segundo estágio da bainha de plasma.



Fonte: Produção do autor.

O intervalo temporal ( $\tau_i$ ) para a movimentação dos íons, tipicamente da ordem de microssegundos, é inversamente proporcional à frequência de plasma dos íons ( $\omega_{pi}$ ), a qual é dada pela Equação 2.11 segundo Tonks e Langmuir (1929):

$$\omega_{pi} = \sqrt{\frac{n_i e^2}{\epsilon_0 M_i}} \quad (2.11)$$

Onde:

- a)  $n_i$  é a densidade de íons no plasma [ $m^{-3}$ ];
- b)  $M_i$  é a massa do íon [kg].

Quando há a ausência de colisões, os íons adquirem energia cinética igual ao potencial eletroestático por meio do qual os íons recaem em direção ao catodo de alta tensão. Em seguida, os íons são implantados através da superfície condutora, com energias limítrofes associadas à sua carga multiplicada pela tensão do *bias* aplicado (KONDYURIN; BILEK, 2014).

### 2.2.2.3 Terceiro estágio da bainha de plasma

À medida em que os íons são acelerados e implantados no catodo de alta tensão, sua densidade  $n_i$  na bainha matricial é reduzida. Logo, a bainha matricial tende a se expandir, de modo a conter carga positiva suficiente para sustentar o



*bias* aplicado em relação ao plasma. Este processo persiste até que ocorra a formação de um perfil de densidade estacionário, o qual deve ser compatível com a aceleração dos íons na bainha matricial (KONDYURIN; BILEK, 2014).

O regime estacionário ocorre quando o fluxo de corrente de íons ( $\vec{j}_i$ ) que adentram na bainha matricial é igual à corrente limitada de cargas espaciais que flui através dela. Consequentemente, a bainha matricial de íons atinge uma condição de equilíbrio conforme a Lei de Child-Langmuir (CHILD, 1911).

Para um catodo de alta tensão com geometria planar, a espessura da bainha matricial em regime estacionário de acordo com a Lei de Child-Langmuir ( $S_{CL}$ ) é dada pela Equação 2.12 segundo Kondyurin e Bilek (2014):

$$S_{CL} = \frac{2}{3} \sqrt{\epsilon_0} \left( \frac{2e}{M_i} \right)^{1/4} \frac{V_0^{3/4}}{\sqrt{e n_0 v_B}} \quad (2.12)$$

Onde:

a)  $v_B$  é a velocidade de Bohm [ $m \cdot s^{-1}$ ].

A velocidade  $v_B$  é a componente da velocidade, normal à interface bainha-plasma, na qual os íons são inseridos na bainha matricial. Em um plasma não-flutuante, esta velocidade é dada pela Equação 2.13 segundo Bohm (1949):

$$v_B = \sqrt{\frac{k_B T_e}{M_i}} \quad (2.13)$$

Onde:

a)  $T_e$  é a temperatura de elétrons no plasma [eV];

b)  $k_B$  é a constante de Boltzman.

Além disso, no regime estacionário, os íons são implantados no catodo conforme o fluxo de corrente de íons ( $\vec{j}_{iCL}$ ) aproximado pela Equação 2.14, considerando-se a expansão da bainha matricial de íons segundo a lei de Child-Langmuir (SCHEUER; SHAMIM; CONRAD, 1990):

$$\vec{j}_{iCL} = \frac{4}{9} \epsilon_0 \left( \frac{2e}{M_i} \right) \frac{1}{2} \frac{V^{3/2}}{S_{CL}^2} \quad (2.14)$$

Por outro lado, o fluxo  $\vec{j}_{iCL}$  é mais bem descrito como sendo dependente da espessura instantânea da bainha matricial de íons ( $\frac{S_{mi}}{dt}$ ) e da velocidade característica com a qual os íons atravessam a interface bainha-plasma, conforme estabelecido na Equação 2.15 (SCHEUER; SHAMIM; CONRAD, 1990):

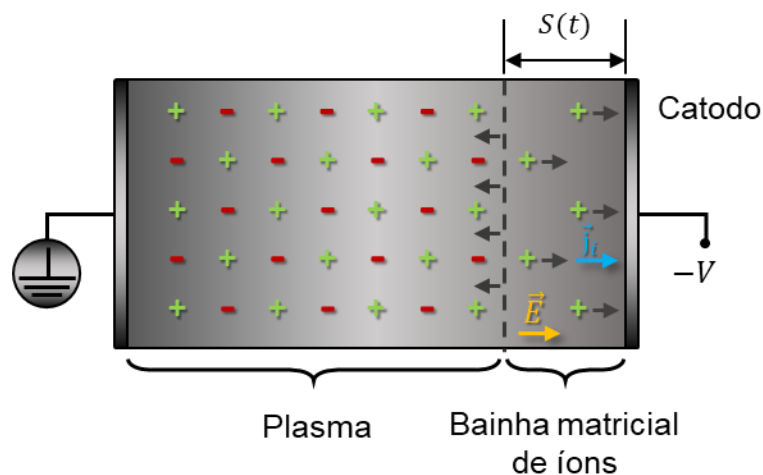
$$\vec{j}_{iCL} = e n_0 \left( \frac{dS_{[t]}}{dt} + v_B \right) \quad (2.15)$$

Finalmente, a espessura instantânea da bainha matricial de íons ( $S_{[t]}$ ) em função do intervalo temporal ( $t$ ) decorrido é aproximada pela Equação 2.16 (SCHEUER; SHAMIM; CONRAD, 1990):

$$S_{[t]} = S_0 \left( \frac{2}{3} \omega_i + 1 \right)^{\frac{1}{3}} \quad (2.16)$$

O terceiro estágio de formação da bainha de plasma é representado esquematicamente na Figura 2.18.

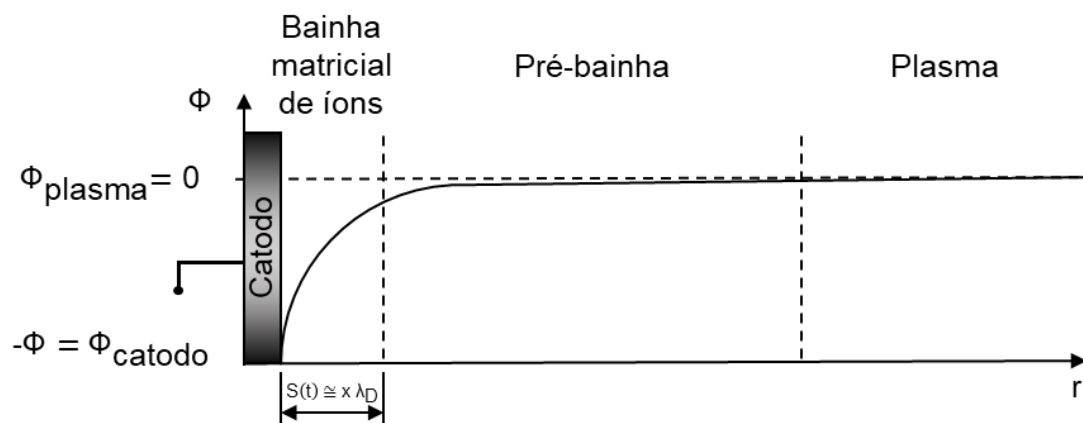
Figura 2.18 – Terceiro estágio da bainha de plasma.



Fonte: Produção do autor.

Finalmente, a variação do potencial ( $\Phi$ ) entre as interfaces plasma-bainha-catodo, faz surgir ainda uma região sutil de transição de potencial denominada pré-bainha, conforme representado esquematicamente na Figura 2.19.

Figura 2.19 – Variação do potencial eletrostático entre o catodo e o plasma.



Fonte: Produção do autor.

### 2.2.3 Implantação iônica por imersão em plasma em alta temperatura (3IP-AT).

No sistema de tratamento por implantação iônica por imersão em plasma em alta temperatura (3IP-AT) empregado neste trabalho, além do aquecimento promovido pelo bombardeamento iônico, o substrato é adicionalmente aquecido a partir de dispositivos auxiliares, os quais permitem o bombardeamento por elétrons emitidos a partir de um filamento emissor termiônico de baixa função trabalho.

O aquecimento adicional do substrato é controlado por meio das variações de intensidade da tensão DC ligeiramente positiva a ele aplicada e da corrente AC que percorre o filamento emissor termiônico. O monitoramento da temperatura é realizado com o auxílio de um pirômetro óptico.

Conseqüentemente, o substrato é aquecido nos intervalos de desligamento dos pulsos negativos de alta-tensão negativa por meio do bombardeamento de elétrons.

Este aquecimento proporciona que os cátions acelerados e implantados através da superfície ocupem camadas mais profundas na estrutura cristalina do material, sendo este fenômeno governado pela difusão em regime transiente.

Em um sistema de tratamento por 3IP-AT, o substrato é imerso na descarga de plasma gerada a partir de uma pressão de operação da ordem de  $10^{-3}$  Torr, apresentando uma densidade de plasma ( $n_0$ ) típica na faixa de  $10^8 - 10^9$   $\text{cm}^{-3}$ .

O ciclo de trabalho (*duty cycle*) dos pulsos permite controlar indiretamente o perfil da concentração dos elementos a serem implantados. Assim, o ciclo de aquecimento corresponde a cerca de 98% do ciclo de trabalho do pulso, enquanto o ciclo de implantação é realizado no restante do tempo total de tratamento.

#### **2.2.4 Formação de nitretos por meio do tratamento 3IP-AT**

O tratamento 3IP-AT permite implantar íons de nitrogênio através da superfície da peça de trabalho metálica, difundindo-os termicamente para profundidades mais internas do material.

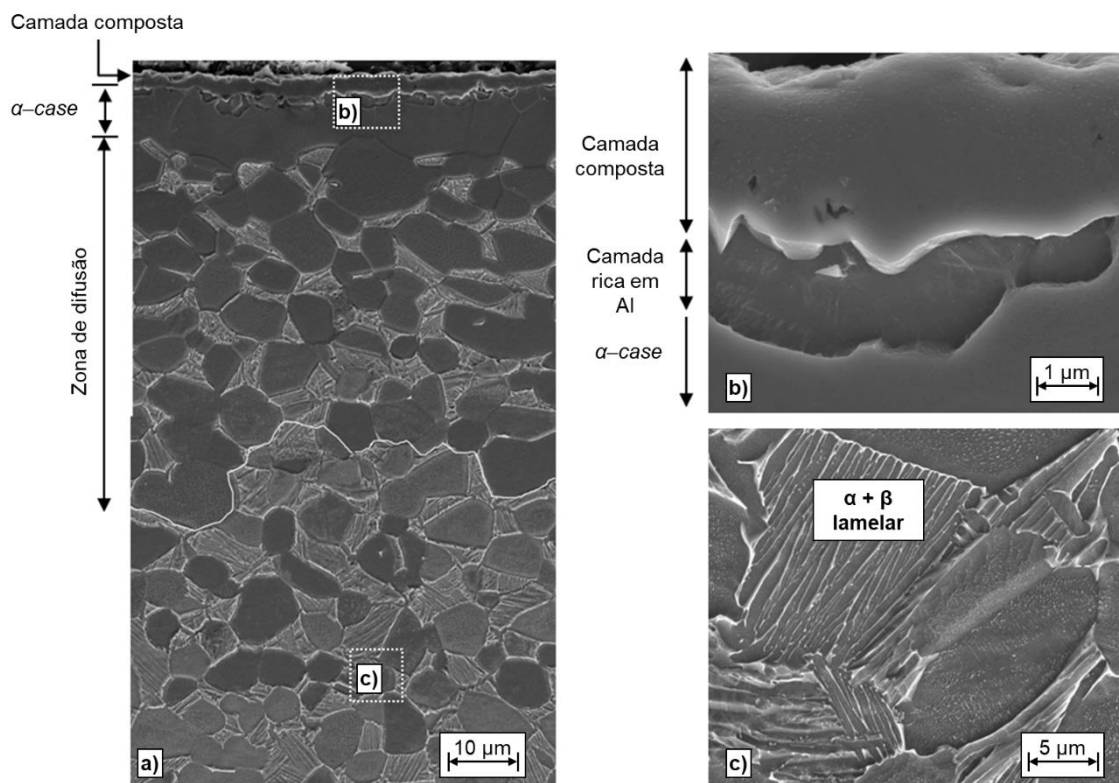
Conseqüentemente, uma camada composta por nitretos (entre outros constituintes) é formada na superfície da peça de trabalho metálica, bem como os íons de nitrogênio implantados são difundidos termicamente através dos interstícios e vacâncias da rede cristalina até uma dada profundidade do *bulk* metálico, modificando sua composição, estrutura e propriedades.

Segundo Oliveira et al. (2019), os principais parâmetros do tratamento 3IP-AT são: o tempo de tratamento, a temperatura do substrato e os parâmetros dos pulsos de alta tensão negativa (tais como a tensão de pico, o intervalo entre os pulsos de alta tensão e sua frequência).

### 2.2.4.1 Formação de nitretos de titânio na liga Ti-6Al-4V por meio do tratamento 3IP-AT

O tratamento 3IP-AT, por meio da implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio realizada na liga Ti-6Al-4V, possibilita a formação de uma camada superficial composta por nitretos de titânio, apresentando espessuras típicas de ordem micrométrica variando comumente na faixa de 1 – 4  $\mu\text{m}$ , conforme exemplificado na Figura 2.20.

Figura 2.20 – Microestrutura da liga Ti-6Al-4V tratada termicamente a 900°C para a difusão de nitrogênio.



Fonte: Adaptado de Farokhzadeh e Edrissy (2015).

Analisando-se a Figura 2.20, observa-se a formação da camada superficial composta, constituída majoritariamente por nitretos de titânio do tipo TiN (fase cúbica  $\delta$ , com grupo espacial  $Fm\bar{3}m$ ) e  $Ti_2N$  (fase tetragonal  $\epsilon$ , com grupo espacial  $P4_2-mnm$ ). Ademais, sabe-se que a camada composta pode apresentar

ainda traços das fases  $Ti_4N_{3-x}$ ,  $V_2O$  e  $TiO_2$  (ROLIŃSKI et al., 1998; RAVEH et al., 1989; LAKSHMI et al., 2002).

De acordo com Raveh et al. (1989), a camada composta apresenta uma morfologia superficial de nitretos de titânio do tipo TiN, formada imediatamente acima de uma camada subsuperficial constituída por distintas frações volumétricas das fases TiN policristalina aleatoriamente orientada (isotrópica) e  $Ti_2N$  altamente orientada (anisotrópica).

Sabe-se que a fase  $TiN_x$  é estável para uma ampla faixa de concentração de nitrogênio ( $0,43 < x < 1,08$ ), apresentando uma dureza típica da ordem de 2500 HV. Porém, a fase  $Ti_2N$  é estável apenas para uma reduzida concentração de nitrogênio (~ 33,3 at.% N), apresentando uma dureza máxima da ordem de 1500 HV (RAVEH et al., 1993; WRIEDT; MURRAY, 1987).

Da Silva et al. (2007) investigaram a influência do tratamento 3IP-AT realizado na liga Ti-6Al-4V a 800 °C por 150 minutos sobre a dureza superficial da camada composta. Os autores identificaram que, camadas superficiais compostas majoritariamente por nitretos do tipo  $Ti_2N$ , TiN, óxidos do tipo TiO,  $TiO_2$  e pelas fases  $\alpha$  e  $\beta$  do titânio apresentam durezas superficiais máximas da ordem de 2450 HV.

Conforme observado na Figura 2.20, em decorrência do tratamento 3IP-AT realizado a temperaturas superiores a 800°C, soluções sólidas intersticiais são formadas imediatamente abaixo da camada composta, resultando em uma região rica na fase  $\alpha$  do titânio estabilizada com nitrogênio, denominada  $\alpha$ -case ou camada difundida (YILDIZ et al., 2008).

Segundo Yildiz et al. (2008), átomos de Al oriundos da liga Ti-6Al-4V tendem a segregar imediatamente abaixo da camada composta, enriquecendo a camada difundida, porém obstruindo a difusão transiente de nitrogênio em direção ao *bulk* metálico durante o tratamento 3IP-AT. Nesta região, também se evidenciam conglomerados de precipitados finos constituídos por átomos de Al e V, com tamanhos da ordem de 50–100 Å.

Por outro lado, quando o tratamento 3IP-AT é realizado a temperaturas inferiores a 800° C, podem ser evidenciados grãos colunares da fase  $\alpha$  na camada difundida.

Pesquisadores como Bell et al. (1986) e Guiraldenq et al. (1995) constataram que a formação da camada difundida, com durezas típicas na faixa de 800 – 1000 HV, possui natureza frágil, sendo deletéria à ductilidade e resistência à fadiga da liga Ti-6Al-4V.

Abaixo da camada difundida, observa-se ainda a formação de uma zona de difusão de nitrogênio intersticial, com extensão na faixa de 15 – 25  $\mu\text{m}$  de profundidade (RAVEH et al., 1989; LAKSHMI et al., 2002).

Os átomos de nitrogênio difundidos intersticialmente endurecem a zona de difusão, exibindo um perfil de concentração elevado na interface com a camada difundida, reduzindo gradualmente em direção ao *bulk* volumétrico (BACCI et al., 1990; IL'IN et al., 2006).

Além disso, sabe-se que as fases  $\alpha$  e  $\beta$  do titânio possuem diferentes coeficientes de difusão (D) e solubilidades sólidas. Assim, o nitrogênio se difunde três vezes mais rápido na fase  $\beta$  em relação à fase  $\alpha$  do titânio, porém apresenta solubilidade limitada na fase  $\beta$  (WASILEWSKI; KEHL, 1954; LIU; WELSCH, 1988).

Uma possível desvantagem do tratamento 3IP-AT empregado na liga Ti-6Al-4V está relacionada às altas temperaturas envolvidas no processo, as quais devem ser controladas, uma vez que podem ocasionar o crescimento de grãos excessivo, superenvelhecimento e transformações microestruturais no *bulk* que diminuem a resistência à fadiga e a ductilidade (BELL et al., 1986; SPIES, 2010).

#### **2.2.4.2 Formação de nitretos e oxinitretos no nióbio por meio do tratamento 3IP-AT**

O tratamento 3IP-AT foi previamente estudado por Araújo (2018), objetivando o tratamento à 1200 °C de cavidades de radiofrequência supercondutoras

construídas em nióbio, mediante à formação de camadas superficiais de nitretos do tipo  $Nb_xN_y$  e oxinitretos do tipo  $Nb_xN_yO_z$  de nióbio.

Segundo o autor, as camadas superficiais formadas são compostas, majoritariamente, por fases de nitretos estáveis e instáveis de nióbio, com destaque para as fases  $NbN_x$  ( $0,5 < x < 1$ ) cúbica, hexagonal e/ou tetragonal,  $Nb_2N$  hexagonal,  $Nb_4N_3$  tetragonal,  $Nb_5N_6$  hexagonal, entre outras.

Oliveira et al. (2019) também realizaram o tratamento 3IP-AT no nióbio para temperaturas da ordem de 1200 °C, identificando que a camada superficial composta é majoritariamente constituída por nitretos e oxinitretos de nióbio, sendo as principais fases formadas do tipo  $NbN_x$ ,  $Nb_2N_x$ ,  $Nb_4N_3$ ,  $Nb_5N_6$  e  $Nb_2N_xO_y$ .

De acordo com análises de difração de raios X realizadas por Kertscher e Brunatto (2020), a camada composta de nitretos de nióbio formada apresenta uma estrutura multifásica constituída majoritariamente pelas fases  $\epsilon$ - $NbN$ ,  $\beta$ - $Nb_2N$  e  $\gamma$ - $Nb_4N_3$ . Nestas investigações, também há indícios de picos de difração característicos das fases de oxinitretos do tipo  $NbO_xN_y$  e  $Nb_2O_xN_y$ .

Ainda segundo os autores, a espessura das camadas observadas variou proporcionalmente em função da faixa de temperatura (980 – 1180 °C) empregada no tratamento 3IP-AT realizado para a difusão de nitrogênio no nióbio, exibindo espessuras entre 1,80 – 3,40 ± 0,30  $\mu m$  (KERTSCHER; BRUNATTO, 2020).

Além disso, a espessura das camadas obtidas variou proporcionalmente em função do tempo (1 – 4 h) empregado no tratamento para a difusão de nitrogênio no nióbio, apresentando espessuras entre 1,40 – 3,10 ± 0,10  $\mu m$  (KERTSCHER; BRUNATTO, 2020).

Quanto à dureza superficial da camada composta formada, Kertscher e Brunatto (2020) identificaram níveis da ordem de 18 ± 3 GPa (~1830 ± 300 HV), enquanto Borcz, Lepienski e Brunatto (2013) obtiveram durezas superficiais da ordem de 21 GPa (~ 2140 HV).



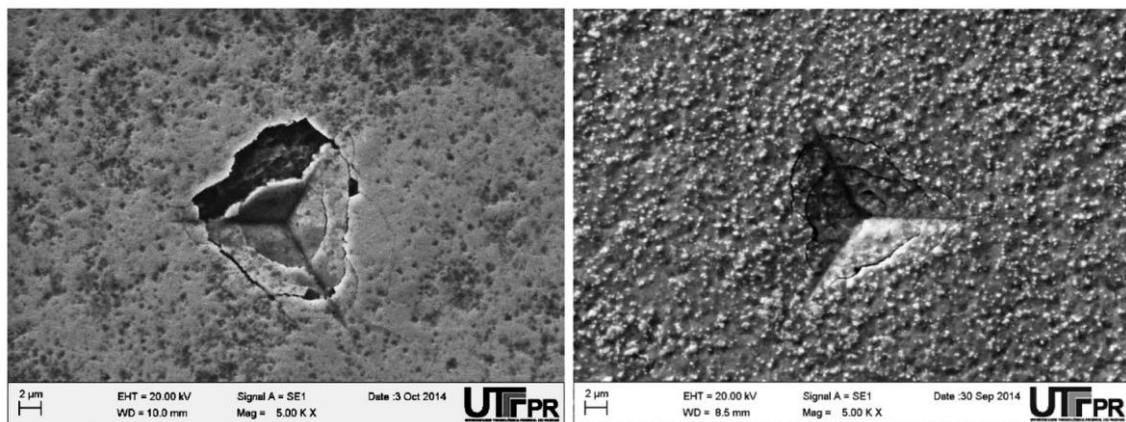
Por outro lado, a despeito da elevada dureza superficial da camada composta formada, sabe-se que esta possui uma natureza frágil em relação ao substrato de nióbio, mais dúctil.

Kertscher e Brunatto (2020) identificaram este comportamento frágil por meio de análises de dureza instrumentada realizadas com indentador Berkovich, avaliadas na superfície de camadas compostas formadas a cerca de 1080 °C para diferentes tempos de tratamento, conforme apresentado na Figura 2.21.

Figura 2.21 – Trincamento frágil superficial das camadas compostas de nitretos e oxinitretos de nióbio.

**a) Tempo de tratamento: 1h.**

**b) Tempo de tratamento: 2h.**



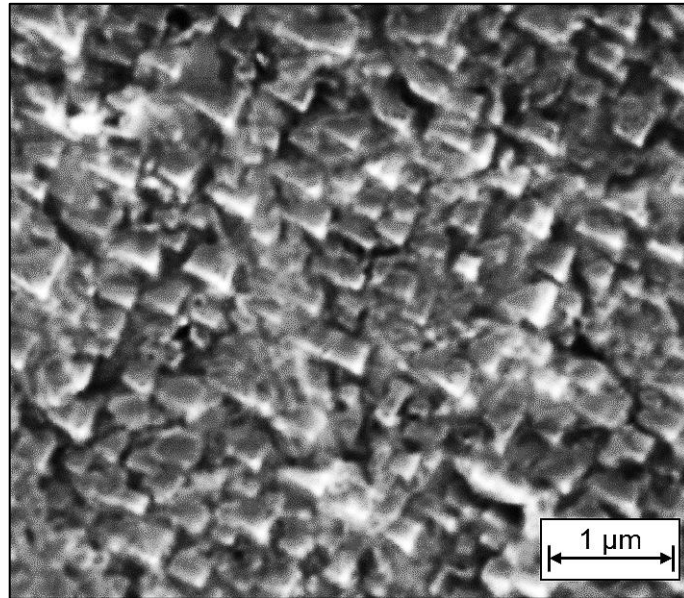
Fonte: Adaptado de Kertscher e Brunatto (2020).

Analisando-se a Figura 2.21, observa-se que, em ambas as imagens, em decorrência das indentações instrumentadas realizadas com indentador Berkovich, houve o trincamento frágil superficial da camada composta. Destaca-se também que, como resultado do aumento do tempo de tratamento para a difusão de nitrogênio, ocorreu o aumento da rugosidade superficial da camada composta.

Quanto à topologia da camada composta por nitretos de nióbio, Prudnikava, Foster e Tamashevich (2017) identificaram que sua microestrutura é constituída

por precipitados retangulares formados à temperatura de nitretação de 900 °C, conforme apresentado na Figura 2.22.

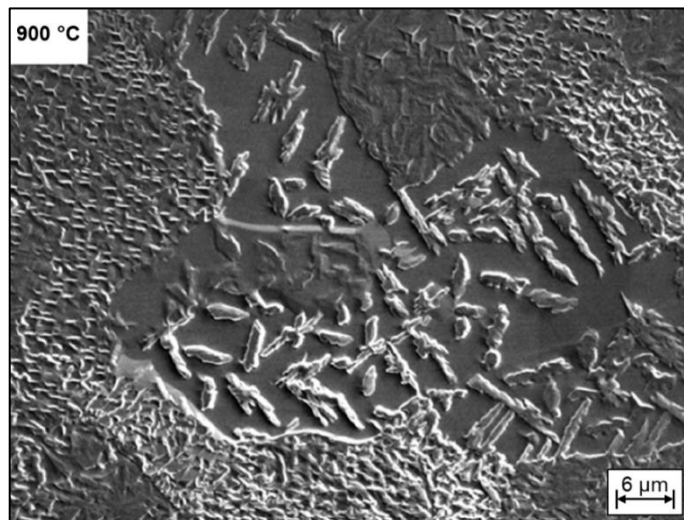
Figura 2.22 – Topologia da camada composta por nitretos de nióbio.



Fonte: Adaptado de Prudnikava, Foster e Tamashevich (2017).

Ainda de acordo com Tuggle (2019), a orientação cristalográfica dos grãos de nióbio também influencia na formação e precipitação das fases de nitretos de nióbio. Assim, na Figura 2.23, apresenta-se a microestrutura do nióbio dopado com nitrogênio a 900 °C.

Figura 2.23 – Microestrutura do nióbio dopado com nitrogênio tratado a 900 °C.



Fonte: Adaptado de Tuggle (2019).

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Materiais recebidos

Os materiais utilizados neste trabalho experimental foram chapas recozidas da liga de titânio Ti-6Al-4V e de nióbio metálico, com espessuras de 2 mm e 1,3 mm, respectivamente. Todas as chapas utilizadas apresentaram comprimentos de 115 mm e larguras de 25 mm.

O nióbio metálico, grau comercial (tipo 2) segundo a norma ASTM B392 – 18, encontrava-se inicialmente na forma de tarugo cilíndrico com as seguintes dimensões: 250 mm de diâmetro e 25 mm de espessura, na condição laminado e recozido. O material foi cedido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) e pode ser visto na Figura 3.1.

Figura 3.1 – Nióbio metálico, grau comercial (tipo 2), cedido pela CBMM.



Fonte: Produção do autor.

A liga de titânio Ti-6Al-4V, grau 5 segundo a norma ASTM B348 – 19, encontrava-se inicialmente na forma de barra quadrada com as seguintes dimensões: 100 mm de lado e 100 mm de comprimento, na condição recozida. O material foi cedido pelo Instituto de Estudos Avançados (IEAv), uma organização do Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial (DCTA) localizada em São José dos Campos – SP, sendo visto na Figura 3.2.

Figura 3.2 – Liga de titânio Ti-6Al-4V, grau 5, cedido pelo IEAv.



Fonte: Produção do autor.

Doravante, os materiais previamente recebidos serão denominados ao longo do texto apenas como “materiais recebidos”. O termo “amostra”, no entanto, é empregado genericamente ao longo do texto para se referir aos materiais sob análise, sejam eles tratados ou não.

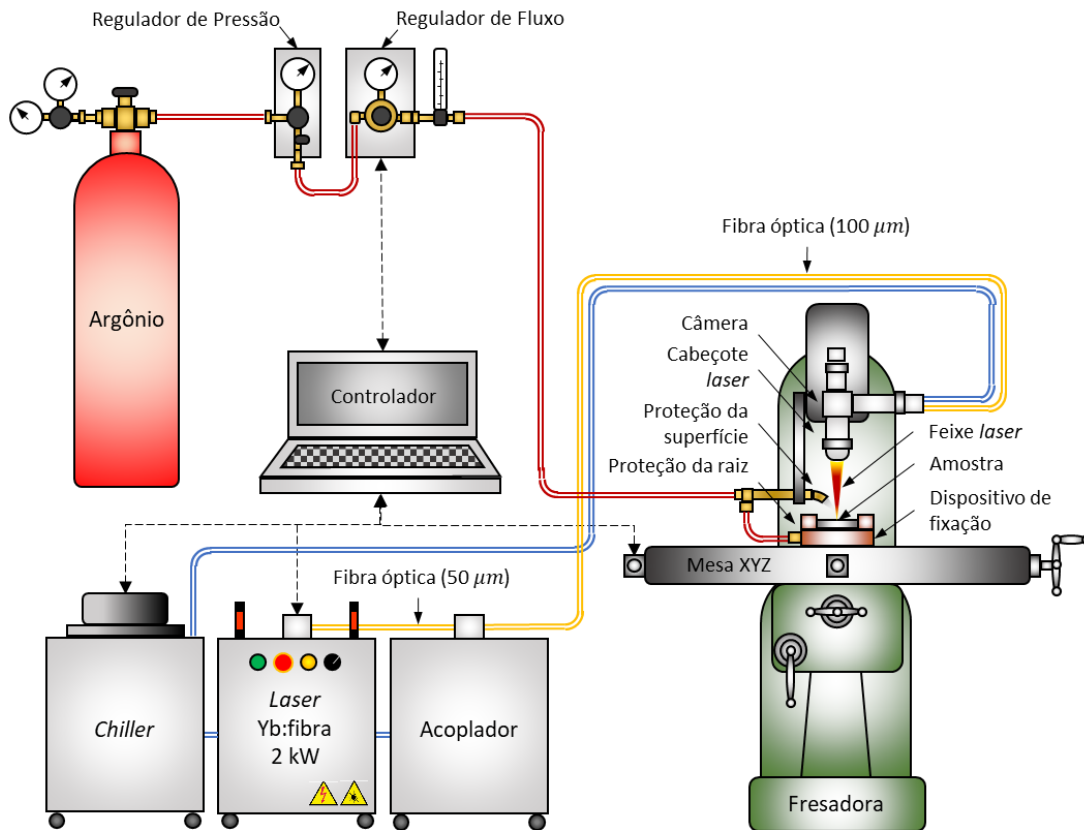
### **3.2 Usinagem dos materiais recebidos por descargas elétricas**

O equipamento de eletroerosão a fio (marca AgieCharmiles, modelo FW 2U) visto na Figura A.1 está instalado na Divisão de Suporte Tecnológico (EST) do IEAv. Nele, foi realizada a usinagem dos materiais recebidos por descargas elétricas (*Electro Discharge Machining* – EDM) para obtenção de chapas. As dimensões dos cortes realizados nas chapas foram controladas numericamente por computador (*Computer Numeric Control* – CNC).

### **3.3 Laser Yb:fibra utilizado na soldagem**

O sistema utilizado na soldagem a *laser* está instalado no Laboratório Multiusuário de Desenvolvimento e Aplicações de *Lasers* e Óptica (DedALO) do IEAv, cujo arranjo laboratorial é esquematizado na Figura 3.3.

Figura 3.3 – Arranjo do laboratório DedALO empregado na soldagem a *laser*.



Fonte: Produção do autor.

Assim, foi utilizado na soldagem um *laser* Yb:fibra (marca IPG, modelo YLR-2000S), com 2,0 kW de potência nominal de saída, capaz de operar em modo contínuo (CW) ou modular. No escopo deste trabalho experimental, todas as operações de soldagem foram realizadas em modo CW.

O bombeamento óptico da seção geradora deste *laser* foi realizado a partir de módulos integrados com diodos *laser*, resultando em um feixe *laser* com comprimento de onda de aproximadamente 1070 nm.

Acoplada à unidade geradora do *laser*, havia uma fibra óptica de alimentação com 5 m de comprimento, com meio ativo dopado por itérbio (Yb), possuindo um núcleo de 50 μm de diâmetro.

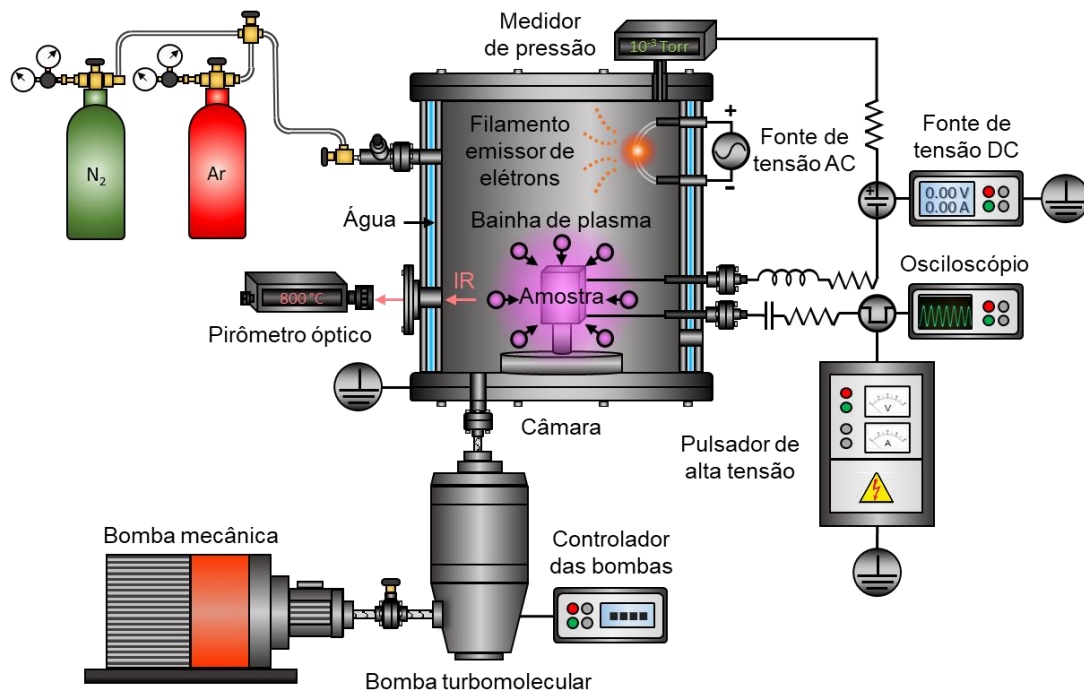
Finalmente, a fibra óptica de processamento foi acoplada ao cabeçote *laser*, o qual dispõe de um colimador com lente de 50 mm de diâmetro, resultando em uma distância focal de 160 mm.

Na posição focal, o feixe *laser* incidente apresentou uma distribuição de intensidade aproximadamente gaussiana, com diâmetro focal do *spot* da ordem de 100  $\mu\text{m}$  e qualidade indicada em função do fator de qualidade  $M^2$  variando em torno de 9 (OLIVEIRA et al., 2015).

### 3.4 Sistema de implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT)

O sistema utilizado no tratamento de implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT) está instalado no Laboratório Associado de Plasma (LABAP) do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), cujo arranjo laboratorial é esquematizado na Figura 3.4.

Figura 3.4 – Arranjo do laboratório LABAP empregado nos tratamentos de implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT).



Fonte: Produção do autor.



Neste sistema, as amostras a serem tratadas foram previamente introduzidas numa câmara de vácuo em aço inoxidável, com volume interno de 100 litros, a qual possui um sistema de refrigeração externa por fluxo de água.

As amostras foram fixadas em porta-amostras devidamente conectados aos circuitos elétricos para a geração do plasma.

A câmara de vácuo apresentava janelas que permitiram acoplar os componentes elétricos e eletrônicos para geração do plasma, bem como os sistema de vácuo, de instrumentação, de injeção de gases de processamento, de visualização e diagnóstico do plasma, entre outros.

O sistema de vácuo possuía um dispositivo de controle para acionamento da bomba mecânica. Em seguida, a bomba turbomolecular foi acionada, condicionando inicialmente a câmara à pressões de base da ordem de  $10^{-6}$  Torr, conforme registrado em um medidor de pressão.

Os gases de processamento foram injetados no interior da câmara para a geração do plasma, possibilitando que esta operasse sob uma pressão de trabalho da ordem de  $10^{-3}$  Torr.

O gás argônio (Ar) foi utilizado no início do tratamento 3IP-AT para realizar a limpeza prévia por *sputtering* das superfícies das amostras. Este processo ocorreu por meio do bombardeamento de íons de argônio em direção aos átomos e moléculas adsorvidas nas superfícies das amostras, dessorvendo-as.

O gás nitrogênio ( $N_2$ ) foi posteriormente introduzido para viabilizar a implantação tridimensional de íons de nitrogênio através das superfícies das amostras, em pressões de trabalho da ordem de  $10^{-3}$  Torr.

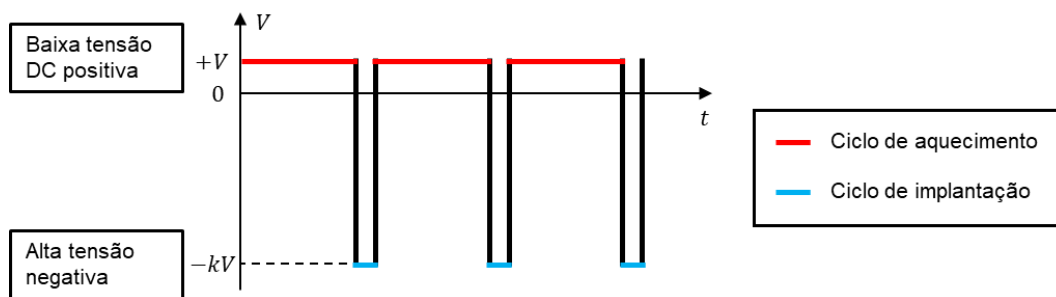
O ciclo de implantação de nitrogênio ocorreu a partir do pulsador de alta tensão negativa, capaz de operar com tensões de até 20 kV, taxas de repetição máximas de até 1,1 kHz e durações de pulso incrementadas, gerando descargas luminescentes com densidades de plasma típicas da ordem de  $10^9$  cm<sup>-3</sup>.



No tratamento 3IP-AT, foi possível controlar a taxa de aquecimento das amostras e suas temperaturas concomitantemente ao controle do ciclo de implantação.

O ciclo de aquecimento ocorreu com o auxílio do bombardeamento simultâneo das amostras por íons e elétrons. Destaca-se que o aquecimento por elétrons é o mecanismo preponderante, devido ao baixo ciclo de trabalho (*duty cycle*) do pulsador de alta tensão negativa, ocorrendo, majoritariamente, nos intervalos entre os pulsos de alta tensão negativa, conforme esquematizado na Figura 3.5.

Figura 3.5 – Ciclos de aquecimento e implantação do tratamento 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Os elétrons foram emitidos através de um filamento termiônico de baixa função trabalho, o qual foi alimentado por uma fonte de tensão AC. Em seguida, os elétrons foram acelerados em direção às amostras por meio da aplicação de uma baixa tensão DC positiva, oriunda da fonte de polarização DC.

Ao ser aquecido o filamento termiônico, a emissão adicional de elétrons corroborou ainda para o rompimento e a sustentação da descarga luminescente de plasma.

O ciclo de aquecimento permitiu que os íons de nitrogênio previamente implantados nas superfícies das amostras fossem termicamente difundidos para camadas mais internas em direção ao *bulk* metálico, formando camadas implantadas mais espessas do que no tratamento 3IP convencional.

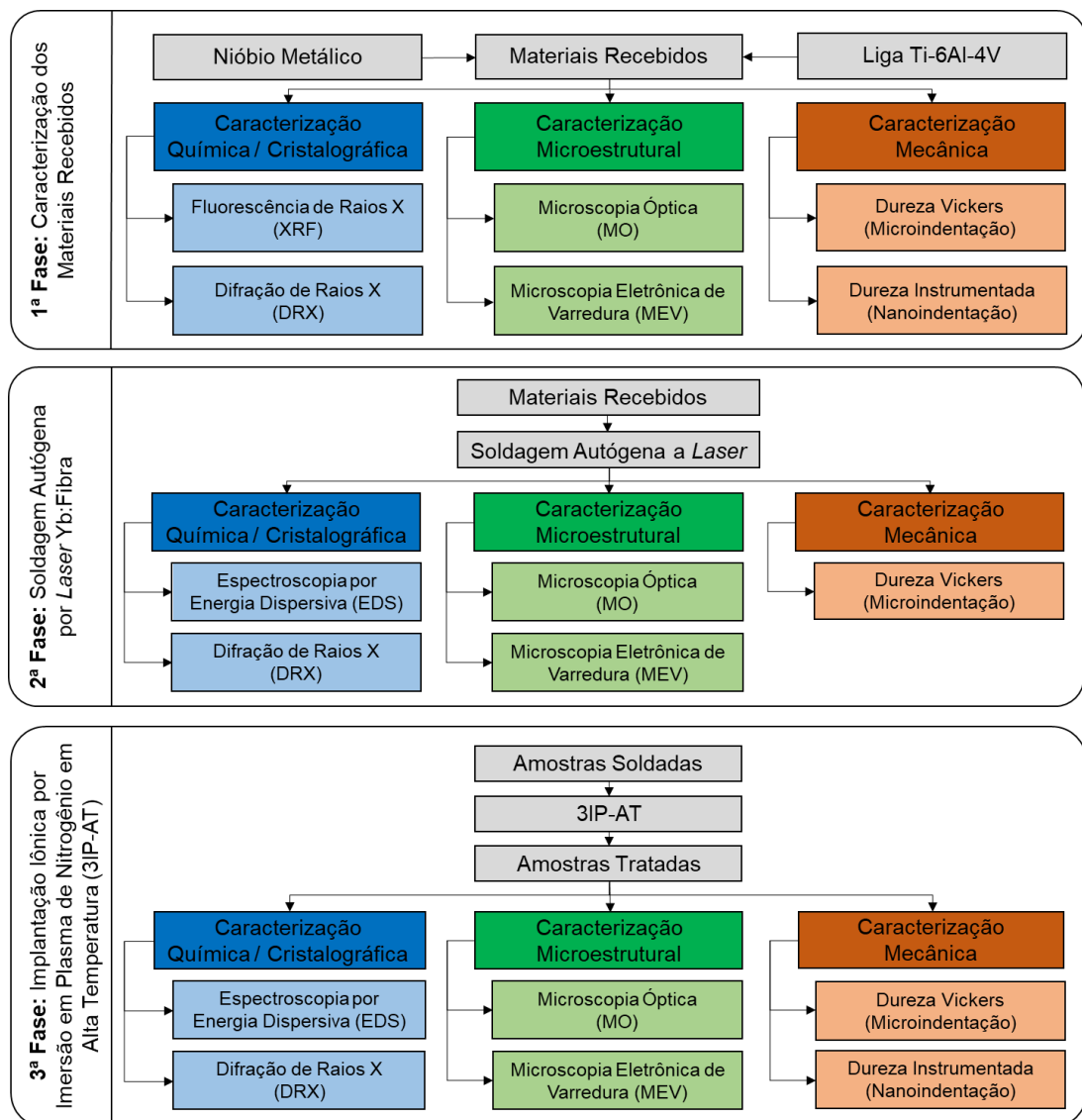
A temperatura das amostras sob tratamento foi monitorada continuamente por meio de um pirômetro óptico sensível à radiação infravermelha.

### 3.5 Metodologia do trabalho experimental

A metodologia proposta na Figura 3.6 foi empregada no planejamento e desenvolvimento do trabalho experimental, consistindo em três fases principais:

- Primeira fase: Caracterização dos materiais recebidos;
- Segunda fase: Soldagem autógena por *laser* Yb:fibra;
- Terceira fase: Implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT).

Figura 3.6 – Metodologia do trabalho experimental.



Fonte: Produção do autor.

Destaca-se que, durante as três fases principais do trabalho experimental desenvolvido, foram empregadas técnicas de processamento e caracterização idênticas ou similares. Logo, os equipamentos utilizados na realização de uma respectiva técnica foram de modelos idênticos e/ou similares. Assim, estes serão apresentados e detalhados uma única vez ao longo do texto.

Ademais, as metodologias de caracterização empregadas nas três fases principais, tratando-se de técnicas de caracterização idênticas ou similares, também se basearam em procedimentos e normas técnicas compatíveis.

Portanto, as metodologias de caracterização empregadas serão inicialmente descritas em detalhes para a primeira fase do trabalho experimental. Em seguida, para as metodologias de caracterização semelhantes empregadas nas demais fases do trabalho experimental, serão explicitados apenas seus respectivos pormenores.

### **3.5.1 Primeira fase: caracterização dos materiais recebidos**

Na primeira fase, foram realizadas as caracterizações cristalográfica, da composição química, estrutural (micro e macroestrutural) e mecânica de dureza dos materiais recebidos.

#### **3.5.1.1 Caracterizações cristalográfica e da composição química**

Foram realizadas as caracterizações cristalográfica e da composição química dos materiais recebidos por fluorescência de raios X por dispersão em energia (*Energy Dispersive X-ray Fluorescence – XRF*) e DRX.

O *software* utilizado na identificação das fases foi o X'Pert High Score Plus da fabricante. A indexação das fases foi realizada por meio da correlação entre os resultados obtidos nas análises cristalográficas e os dados disponíveis no banco de dados internacional PDF2-2013 do *International Centre for Diffraction Data* (ICDD) do *The Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) e na plataforma Materials Project.

Os equipamentos empregados estão instalados no Laboratório de Fluorescência e Difração de Raios-X (LFDR) da Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) no DCTA.

#### **3.5.1.1.1 Fluorescência de raios X por dispersão em energia**

Foi realizada a análise semiquantitativa da composição química dos materiais recebidos por XRF. O espectrômetro de fluorescência de raios X utilizado nas análises (marca PANalytical, modelo Axios Advanced) é apresentado na Figura A.2.

#### **3.5.1.1.2 Difração de raios X**

Foi realizada a análise dos materiais recebidos por DRX. O difratômetro de raios X utilizado nas análises (marca PANalytical, modelo X'Pert Pro MPD) é apresentado na Figura A.3.

As análises tiveram como emissão característica a radiação  $K\alpha^1$  ( $\lambda = 1,54059 \text{ \AA}$ ), sendo esta típica do tubo de raios X de Cu. O equipamento operou na geometria Bragg-Brentano, sendo a varredura realizada em modo  $\theta/2\theta$  na faixa de 10 a 90 graus.

Nesta configuração, as amostras analisadas foram mantidas estacionárias e o tubo de raios X e o detector pontual deslocaram-se ambos em rotação controlada.

#### **3.5.1.2 Caracterização estrutural**

Inicialmente, foi realizada a metalografia dos materiais recebidos. Em seguida, foi realizada sua caracterização estrutural (macro e microestrutural) por microscopias óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV).

Os equipamentos citados nas duas próximas seções a seguir estão instalados no Laboratório de Metalografia e Microscopia (LMM) da Divisão de Fotônica (EFO) do IEAv.

### **3.5.1.2.1 Metalografia**

Os materiais recebidos, inicialmente sob a forma de chapas, foram cortados com o auxílio de uma serra mecânica em amostras quadradas de aproximadamente 2 cm de lado.

Em seguida, as amostras foram embutidas a quente em resina sintética de baquelite preta (marca Arotec), com o auxílio de uma prensa embutidora (marca Arotec, modelo Pre-30 S) sob pressão média de 100 kgf/cm<sup>2</sup>. O equipamento pode ser visto na Figura A.4.

A metalografia das amostras incluiu o lixamento, o polimento e o ataque químico para posterior caracterização estrutural.

O lixamento das amostras foi realizado manualmente em uma politriz rotativa (marca Arotec, modelo Aropol 2V), utilizando lixas de granulometrias na faixa de 80 – 1500, com tamanhos de grãos abrasivos na faixa de 200 – 3 µm, de acordo com o sistema CAMI. O equipamento pode ser visto na Figura A.5.

O polimento das amostras também foi realizado manualmente na politriz rotativa da Figura A.5. Nesta operação, foram utilizados panos de lã para polimento inicial e de veludo flocado para acabamento. Assim, foram utilizadas pastas abrasivas de diamante (com grãos abrasivos médios de 3 µm e 1 µm) e suspensões de alumina (com grãos abrasivos médios de 0,05 µm) e de sílica coloidal.

A metodologia de ataque químico diferiu para as amostras de nióbio e da liga Ti-6Al-4V, conforme previsto na norma ASTM E407 - 07(2015)e1. Assim, para o Nb, utilizou-se o reagente 30 HF + 15 HNO<sub>3</sub> + 30 HCl e para a liga Ti-6Al-4V, o reagente 10 HF + 30 HNO<sub>3</sub> + 50 H<sub>2</sub>O.

### **3.5.1.2.2 Microscopia óptica**

Nas análises dos materiais recebidos por MO, foi utilizado um microscópio óptico digital (marca Zeiss, modelo Axio Imager.A2M), capaz de operar com objetivas na faixa de ampliações de 2,5 – 50x. As imagens obtidas foram processadas

digitalmente com o auxílio do *software* AxioVision da fabricante e o equipamento utilizado pode ser visto na Figura A.6.

#### **3.5.1.2.3 Microscopia eletrônica de varredura**

Para as análises dos materiais recebidos por MEV, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (marca Tescan, modelo Mira3 FEG-SEM) instalado no Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LABAS) do INPE.

Este equipamento também possui um sensor integrado que permitiu realizar análises de espectroscopia por energia dispersiva (EDS), sendo visto na Figura A.7. As imagens obtidas foram processadas digitalmente com o auxílio do *software* da fabricante.

#### **3.5.1.3 Caracterização mecânica**

Foi realizada a caracterização mecânica de dureza dos materiais recebidos por meio do ensaio de dureza Vickers, objetivando determinar sua microdureza Vickers média.

##### **3.5.1.3.1 Ensaio de dureza Vickers**

Foram realizados os ensaios de dureza Vickers nos materiais recebidos utilizando um microdurômetro (marca Future Tech, modelo FM-700) instalado no Laboratório de Caracterização Mecânica de Materiais (LCMM) da EFO.

Os ensaios foram realizados conforme os procedimentos estabelecidos nas normas ASTM E92 – 17 e ASTM E384 – 17, sendo o equipamento empregado visto na

Figura A.8. Em cada material, foram realizadas 10 indentações, aplicando-se a carga de 100 gf por 10 s. A partir dos valores de microdureza Vickers obtidos, foram calculadas suas respectivas microdurezas Vickers médias e desvios-padrão.

### 3.5.1.3.2 Ensaio de dureza instrumentada

Foram realizados os ensaios de dureza instrumentada nos materiais recebidos utilizando um nanoindentador (marca Anton Paar, modelo NHT<sup>2</sup>) instalado no LCMM da EFO.

Os ensaios foram realizados conforme os procedimentos estabelecidos nas normas ASTM E2546 e ISO 14577 (-1, -2, -3 e -4), ambas publicadas em 2015, sendo o equipamento empregado visto na Figura A. 9.

Em cada material recebido, foram realizadas 20 indentações, aplicando-se a carga linear máxima de 25 mN, com taxa de carregamento e descarregamento de 50 mN/min.

Assim, foram obtidas as durezas instrumentadas médias de indentação ( $H_{IT}$ ) e Vickers convertida ( $HV_{IT}$ ), bem como foram calculados seus respectivos desvios-padrão.

### 3.5.2 Segunda fase: soldagem autógena por *laser* Yb:fibra

Na segunda fase, foi investigada a influência dos parâmetros de soldagem autógena com *laser* Yb:fibra sobre os materiais recebidos.

Assim, foram realizadas as caracterizações cristalográfica, da composição química, da estrutura (macro e microestrutura) e da distribuição de microdureza Vickers nos cordões de solda obtidos.

#### 3.5.2.1 Soldagem autógena por *laser* Yb:fibra

A soldagem a *laser* foi realizada individualmente para cada material recebido e para diferentes condições experimentais com os seguintes objetivos:

- a) Realizar a soldagem autógena a partir da variação do aporte térmico ( $A_t$ ) na faixa de 5 – 100 J/mm, resultando em 20 condições de soldagem distintas;

- b) Gerar cartas de processamento que avaliem a influência do aporte  $A_t$  sobre o volume de metal fundido (ou seja, sobre os aspectos geométricos e dimensionais do cordão de solda) para cada material recebido e suas respectivas eficiências de fusão volumétricas observadas, extrapolando estas análises até o aporte térmico de 200 J/mm;
- c) Avaliar a influência do aporte  $A_t$  para cada material recebido, por meio das caracterizações cristalográfica e da composição química, estrutural e mecânica de dureza, considerando a ZF e ZTA, bem como o metal de base (MB) adjacente inalterado.

De modo a realizar a soldagem autógena com *laser* Yb:fibra dos materiais recebidos a partir da variação de  $A_t$ , foram definidos os respectivos parâmetros de processo e condições de soldagem da Tabela 3.1.

Os aportes  $A_t$  da Tabela 3.1 foram calculados para cada condição de soldagem por meio da Equação 3.1:

$$A_t = \eta_t \frac{P}{V} \quad (3.1)$$

Na Equação 3.1, P indica a potência (em W) e V a velocidade do feixe *laser* (em mm/min.). O parâmetro  $\eta_t$  corresponde à eficiência de transferência da energia térmica para o metal na soldagem autógena a *laser*, sendo um valor compreendido entre 0 – 1.

Segundo Bertolotti (1983), a eficiência de transferência da energia térmica ( $\eta_t$ ) para o metal na soldagem autógena a *laser* em modo de penetração (devido à formação do *keyhole* resultante da alta intensidade do feixe *laser*) é em torno de 90% ( $\eta_t = 0,9$ ).

No entanto, a eficiência  $\eta_t$  pode variar significativamente de acordo com o material e os parâmetros de soldagem a *laser*, sendo necessário avaliá-la especificamente para cada condição e material (BERTOLOTTI, 1983).



Neste trabalho, a eficiência de transferência da energia térmica ( $\eta_t$ ) na soldagem autógena a *laser* dos materiais foi considerada como sendo ideal ( $\eta_t = 1$ ). Por outro lado, a contribuição efetiva da energia térmica transferida aos materiais recebidos foi avaliada por meio da eficiência de fusão volumétrica ( $\eta_f$ ), a ser definida experimentalmente neste trabalho.

Tabela 3.1 – Parâmetros e condições de soldagem com laser Yb:fibra.

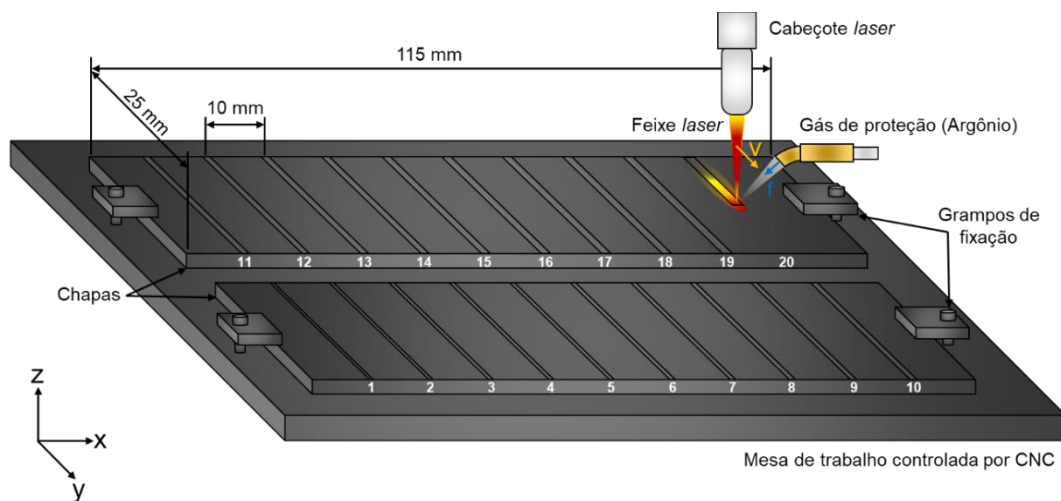
| <b>Parâmetros do sistema de proteção gasosa</b> |                        |   |   |
|---|------------------------|---|---|
| Gás inerte de proteção                          |                        | Argônio   |   |
| Fluxo   |                        | 10 L/min.                                       |   |
| Posição de distribuição                         |                        | Superfície das chapas                           |   |
| <b>Soldagem a laser</b>                         |                        |   |   |
| Foco do feixe <i>laser</i>                      |                        | Superfície das chapas                           |   |
| Tipo de soldagem                                |                        | Autógena  |   |
| <b>Parâmetros de soldagem</b>                   |                        |   |   |
| <b>Condição</b>                                 | <b>Potência, P (W)</b> | <b>Velocidade, V (mm/min.)</b>                  | <b>Aporte térmico, A<sub>t</sub> (J/mm)</b> |
| 1   | 600                    | 7200  | 5   |
| 2   | 600                    | 3600  | 10  |
| 3   | 700                    | 2800  | 15  |
| 4   | 700                    | 2100  | 20  |
| 5   | 800                    | 1920  | 25  |
| 6   | 800                    | 1600  | 30  |
| 7   | 900                    | 1543  | 35  |
| 8   | 900                    | 1350  | 40  |
| 9   | 1000                   | 1333  | 45  |
| 10  | 1000                   | 1200  | 50  |
| 11  | 1100                   | 1200  | 55  |
| 12  | 1100                   | 1100  | 60  |
| 13  | 1200                   | 1108  | 65  |
| 14  | 1200                   | 1029  | 70  |
| 15  | 1300                   | 1040  | 75  |
| 16  | 1300                   | 975   | 80  |
| 17  | 1400                   | 988   | 85  |
| 18  | 1400                   | 933   | 90  |
| 19  | 1500                   | 947   | 95  |
| 20  | 1500                   | 900   | 100   |
| <b>Intensidade do feixe <i>laser</i></b>        |                        | 1,53 – 3,82 x 10 <sup>7</sup> W/cm <sup>2</sup> |   |

Fonte: Produção do autor.

Para cada material recebido, foram realizadas operações de soldagem autógena com *laser* Yb:fibra nas chapas a partir de 20 condições definidas conforme a Tabela 3.1.

As chapas foram posicionadas sobre a mesa de trabalho e fixadas com dispositivos de fixação, tais como grampos e parafusos. Em seguida, a soldagem foi realizada com o auxílio do gás de proteção argônio posicionado sobre a superfície das chapas, conforme esquematizado no arranjo experimental da Figura 3.7.

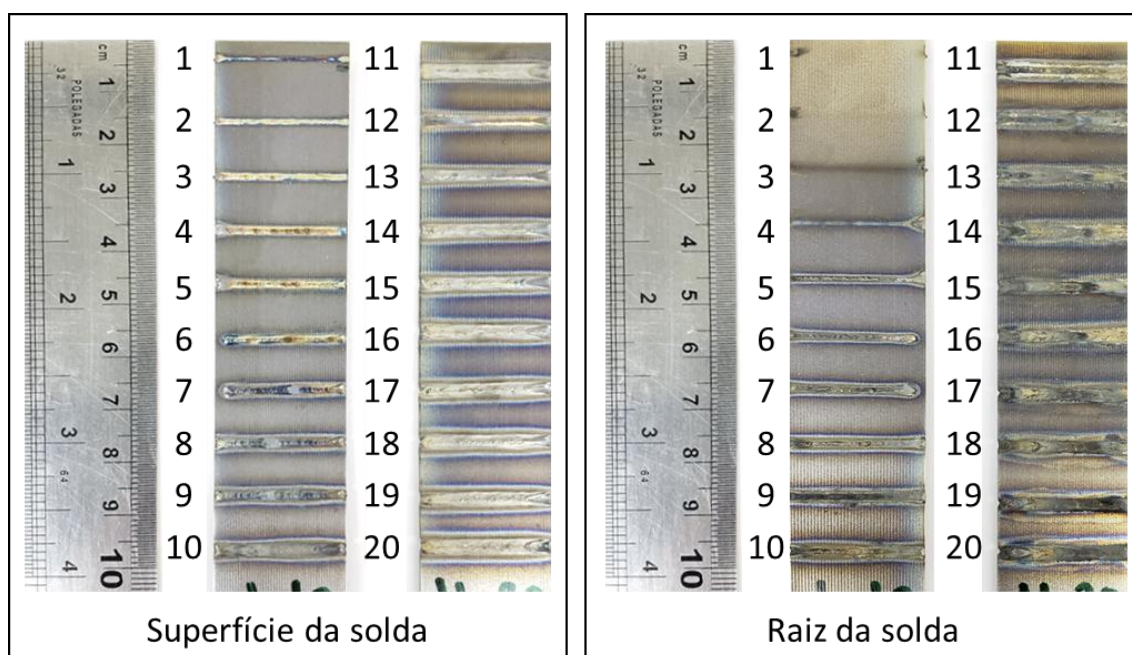
Figura 3.7 – Arranjo das chapas fixadas sobre a mesa de trabalho para a soldagem a *laser*.



Fonte: Produção do autor.

O feixe *laser* foi focalizado na superfície de cada chapa, percorrendo sua largura e resultando na formação de 20 cordões de solda, conforme a configuração de soldagem *bead-on-plate* prevista na norma AWS A3.0M/A3.0:2020. As linhas de centro entre os cordões de solda distavam igualmente de 10 mm. Conseqüentemente, foram obtidos 20 cordões de solda conforme exemplificado para a liga Ti-6Al-4V na Figura 3.8 a seguir.

Figura 3.8 – Cordões de solda obtidos em chapas da liga Ti-6Al-4V para diferentes aportes térmicos.



Fonte: Produção do autor.

### 3.5.2.2 Caracterização cristalográfica e da composição química

Foram realizadas as caracterizações cristalográfica e da composição química dos cordões de solda por espectroscopia por energia dispersiva (*Energy Dispersive Spectroscopy* – EDS) e DRX.

O objetivo destas análises foi identificar possíveis alterações na composição química das amostras na região do cordão de solda em relação à composição dos materiais recebidos.

Além disso, foram investigadas prováveis transformações de fase nas amostras, oriundas da soldagem realizada para diferentes condições de aportes térmicos, bem como eventuais formações de fases de óxidos decorrentes do sistema de proteção gasosa empregado sob uma atmosfera reativa em altas temperaturas durante a soldagem.

### **3.5.2.2.1 Espectroscopia por energia dispersiva**

As análises por EDS dos cordões de solda foram realizadas com o auxílio de um detector integrado ao microscópio eletrônico de varredura citado anteriormente na Figura A.7, com energias na faixa de 0 – 8 keV.

Estas análises permitiram avaliar semi-quantitativamente a composição química na região ZF dos cordões de solda por meio de medições por pontos e regiões analíticas.

As análises também possibilitaram investigar a distribuição de elementos químicos ao longo da ZF e ZTA dos cordões de solda e do MB adjacente e inalterado, por meio do método de medição por varredura linear.

### **3.5.2.2.2 Difração de raios X**

As análises por DRX dos cordões de solda foram realizadas a partir do difratômetro de raios X citado anteriormente na Figura A.3. Estas análises possibilitaram comparar os espectros de difração dos cordões de solda resultantes com os previamente obtidos para os materiais recebidos.

A posição e a intensidade dos picos observados nos espectros de difração dos cordões de solda permitiram identificar as fases distintas formadas em decorrência da soldagem. Tal identificação ocorreu por meio da indexação comparativa dos resultados obtidos com os dados disponíveis no banco de dados internacional PDF2-2013 e na plataforma Materials Project.

### **3.5.2.3 Caracterização estrutural**

A caracterização estrutural dos cordões de solda obtidos para cada material foi realizada a nível macroscópico (inspeção visual e macroscopia óptica) e microscópico (microscopias óptica e eletrônica de varredura).

### 3.5.2.3.1 Macroscopia óptica

Inicialmente, foram realizadas as inspeções visuais dos cordões de solda obtidos para cada amostra soldada e aportes térmicos empregados. Assim, identificou-se as principais áreas de interesse das seções transversais dos cordões de solda para posterior metalografia e análise em microscópio óptico.

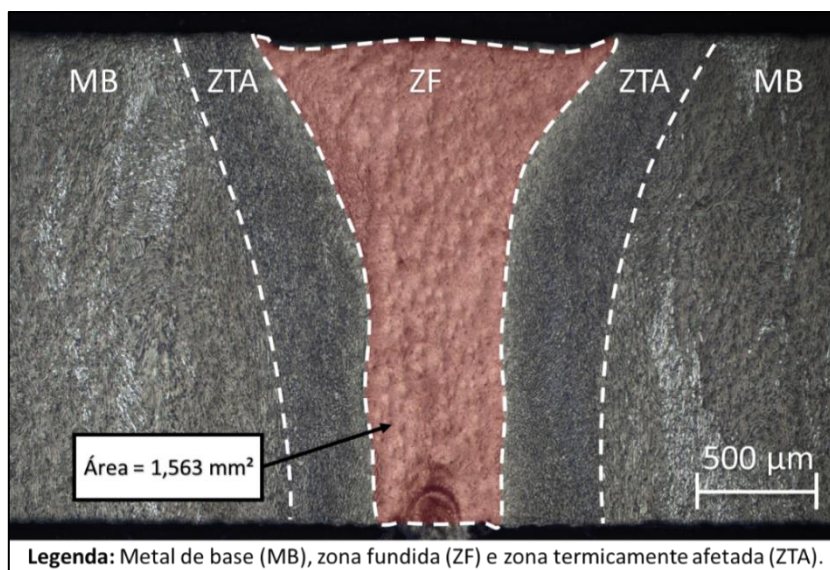
A macroscopia óptica foi realizada na seção transversal dos cordões de solda para avaliar a influência do aumento do aporte  $A_t$  sobre suas características geométricas (perfil geométrico da ZF e da ZTA) e dimensionais (tais como largura, profundidade, espessura e área da ZF dos cordões).

Portanto, as macrografias ópticas obtidas foram analisadas com o auxílio do *software* de processamento digital de imagens ImageJ. Por meio dele, foram realizadas as medições dimensionais de largura, profundidade, espessura e área da ZF dos cordões de solda para cada material e aportes térmicos empregados.

O *software* ImageJ permitiu calibrar uma escala de comprimento de referência para cada macrografia, medindo as dimensões em *pixels* e convertendo-as para o sistema métrico de unidades.

Um exemplo de metodologia empregada para medição da área da seção transversal da ZF de um cordão de solda é apresentado na Figura 3.9.

Figura 3.9 – Metodologia empregada no cálculo de área da zona fundida em um cordão de solda por meio do *software* ImageJ.



Fonte: Produção do autor.

Consequentemente, foram geradas cartas de processamento que relacionam a influência do aumento do aporte  $A_t$  sobre as grandezas dimensionais de largura, profundidade, espessura e área da ZF dos cordões de solda para cada material.

Também foi avaliada a influência do aumento do aporte  $A_t$  sobre a ocorrência de defeitos macroscópicos nos cordões de solda, tais como poros, trincas, falta de fusão e de penetração, entre outros defeitos de solidificação do metal líquido na superfície e/ou raiz do cordão de solda.

### 3.5.2.3.2 Microscopias óptica e eletrônica de varredura

As microscopias óptica e eletrônica de varredura foram realizadas nos cordões de solda para cada material, de modo a investigar a influência do aumento do aporte  $A_t$  sobre a morfologia dos grãos na ZF e na ZTA (tamanho dos grãos equiaxiais e/ou colunares), bem como possíveis transformações de fase resultantes da soldagem sob diferentes condições de aporte  $A_t$ .

O *software* ImageJ, por meio do processamento digital de imagens, foi utilizado especificamente para estimar as respectivas frações volumétricas das fases  $\alpha'$  e  $\beta$  nos cordões de solda obtidos para a liga Ti-6Al-4V sob diferentes aportes  $A_t$ .

#### **3.5.2.4 Caracterização mecânica**

Foi realizada a caracterização mecânica de dureza dos cordões de solda para cada material por meio do ensaio de dureza Vickers. Esta análise teve como objetivo analisar a influência do aporte  $A_t$  sobre a distribuição de dureza Vickers ao longo da ZF, da ZTA e do MB adjacente.

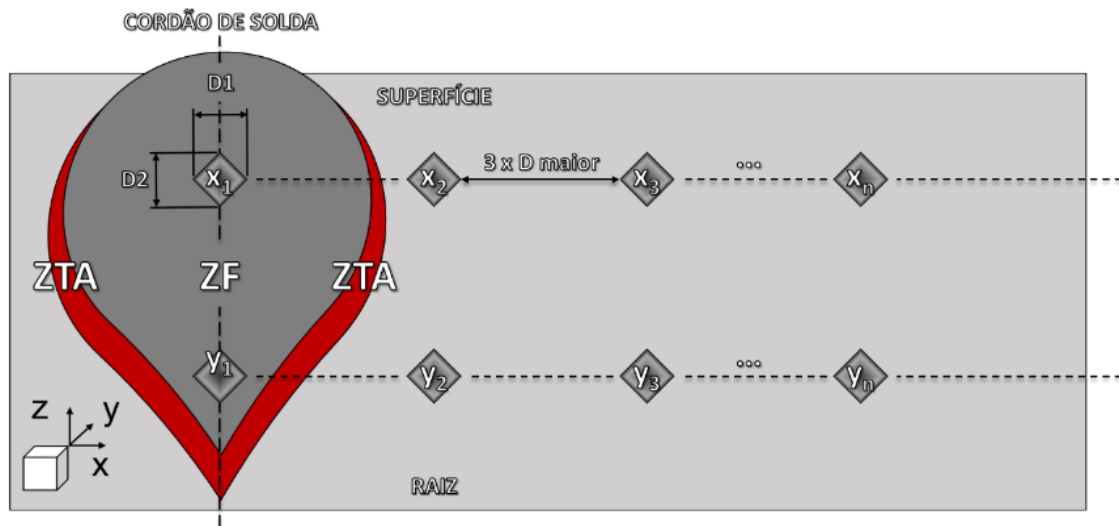
##### **3.5.2.4.1 Ensaio de dureza Vickers**

Os ensaios de dureza Vickers realizados nos cordões de solda para cada material utilizaram o microdurômetro da

Figura A.8 e empregaram os procedimentos estabelecidos nas normas ASTM E92 – 17 e ASTM E384 – 17.

A distribuição de dureza Vickers foi analisada a partir de 20 indentações tomadas nas seções transversais dos cordões de solda para cada material. Assim, foram investigadas as distribuições de durezas nos cordões de soldas obtidos sob aportes térmicos de 25, 50 e 75 J/mm, varrendo linearmente a extensão do centro do cordão de solda (isto é, a linha central da ZF), passando pela ZTA e pelo MB adjacente, conforme exemplificado na metodologia da Figura 3.10.

Figura 3.10 – Metodologia empregada na avaliação da distribuição de dureza Vickers ao longo da seção transversal de um cordão solda.



Nota: Para cada posição em x e y, foram calculadas as durezas Vickers médias a partir de duas indentações verticalmente alinhadas, sendo uma tomada próxima à superfície e a outra próxima à raiz do cordão de solda.

Fonte: Produção do autor.

Para a liga Ti-6Al-4V, também buscou-se avaliar os níveis de dureza em regiões da ZF com segregações das fases  $\alpha'$  e/ou  $\beta$  retida, conforme exemplificado na Figura 3.11.



Figura 3.11 – Metodologia empregada na avaliação dos níveis de dureza dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V em regiões com segregações de fases  $\alpha'$  e/ou  $\beta$  retida.



$X_1$  = Indentação tomada em região da ZF com segregação de fase  $\alpha'$  (região clara).

$X_2$  = Indentação tomada em região da ZF com segregação de fase  $\beta$  (região escura).

Fonte: Produção do autor.

### 3.5.3 Terceira fase: Implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT)

Na terceira fase, foi realizado o tratamento de implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT) dos cordões de solda obtidos para cada material, considerando-se os aportes térmicos empregados.

Em seguida, foram realizadas as caracterizações química, cristalográfica, microestrutural e mecânica de dureza das amostras tratadas por 3IP-AT.

### 3.5.3.1 Implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT)

Inicialmente, foi realizada a limpeza ultrassônica dos cordões de solda obtidos para cada material por meio da imersão em solução de acetona durante 15 minutos. Esta limpeza teve como objetivo remover sujidades e resíduos orgânicos adsorvidos nas superfícies das amostras soldadas, previamente ao tratamento 3IP-AT. Em seguida, foram realizados os tratamentos 3IP-AT nos cordões de solda obtidos para cada material e diferentes aportes térmicos no LABAP do INPE, com a configuração experimental ilustrada previamente na Figura 3.4 e os parâmetros da Tabela 3.2 a seguir.

Tabela 3.2 – Parâmetros empregados no tratamento 3IP-AT das amostras dos cordões de solda obtidos para cada material e aportes térmicos.

| Sistema de vácuo           |                          | Ciclo de trabalho ( <i>Duty cycle</i> ) |    |
|----------------------------|--------------------------|---|----|
| Pressão de base (Torr)     | 5 – 7 x 10 <sup>-6</sup> | Aquecimento (%)                         | 97 |
| Pressão de trabalho (Torr) | 5 – 6 x 10 <sup>-3</sup> | Implantação (%)                         | 3  |

| Amostras de cordões de solda | Ti-6Al-4V  | Nióbio     |
|------------------------------|------------|------------|
| Condições de soldagem (N.º)  | 5, 10, 15  | 5, 10 15   |
| Aportes térmicos (J/mm)      | 25, 50, 75 | 25, 50, 75 |

| Aquecimento por bombardeamento de elétrons |           |         |
|--|-----------|---------|
| Tensão DC (V)                              | 28 – 40   | 60 – 65 |
| Corrente (A)                               | 0,3 – 0,4 | 1,37 A  |
| Temperatura (°C)                           | 820       | 1200    |

| Gás de trabalho         | Sputtering  | Implantação |
|-------------------------|-------------|-------------|
|                         | Argônio     | Nitrogênio  |
| Tempo de descarga (min) | 15          | 105         |
| Tensão negativa (kV)    | 5           | 5,6 – 6     |
| Tempo de pulso (µs)     | 30          | 30          |
| Tempo desligado (µs)    | 970         | 970         |
| Frequência (kHz)        | 1           | 1           |
| Corrente (A)            | 10,7 – 10,9 | 12 – 13     |
| Potência nominal (kW)   | 53 - 55     | 67 - 77     |
| Potência efetiva (kW)   | 1,6 – 1,65  | 2           |

Fonte: Produção do autor.

Previamente ao ciclo de implantação de nitrogênio nos cordões de solda, foi realizada a limpeza superficial das amostras com o auxílio de descargas luminescentes de argônio, conforme os parâmetros da Tabela 3.2.

A limpeza por *sputtering* teve como objetivo remover as camadas superficiais de óxidos e impurezas orgânicas adsorvidas nas superfícies dos cordões de solda, por meio do bombardeamento da superfície com íons de argônio.

Destaca-se que, segundo Oliveira et al. (2019), mesmo após o condicionamento prévio do interior da câmara de vácuo, pode haver a presença de impurezas em teores reduzidos de unidades de ppm, tais como o oxigênio.

Assim, devido à alta energia livre de Gibbs negativa para a formação de óxidos, percentuais atômicos de O residual no interior da câmara de vácuo, ainda que em teores mínimos, podem resultar na segregação de óxidos.

### **3.5.3.2 Caracterização cristalográfica e da composição química**

Foram realizadas as caracterizações cristalográfica e da composição química dos cordões de solda em ambos os materiais tratados por 3IP-AT por meio das técnicas de espectroscopia por energia dispersiva (*Energy Dispersive Spectroscopy* – EDS) e DRX.

O principal objetivo destas análises foi identificar a formação de fases de nitretos metálicos nos cordões de solda em ambos os materiais oriundos do tratamento 3IP-AT, bem como possíveis alterações nas composições químicas nas regiões da ZF, da ZTA e MB adjacente.

#### **3.5.3.2.1 Espectroscopia por energia dispersiva**

As análises por EDS dos cordões de solda em ambos os materiais tratados por 3IP-AT foram realizadas a partir do microscópio eletrônico de varredura com sensor EDS integrado apresentado na Figura A.7, com energias na faixa de 0 – 8 keV.

As análises por EDS realizadas possibilitaram estimar a composição química dos cordões de solda em ambos os materiais após o tratamento 3IP-AT, com destaque para a composição das camadas implantadas e das ZF e ZTA modificadas, bem como do MB adjacente.

Neste sentido, foram realizadas análises por EDS para obter mapas de composição e espectros de energia dispersiva em áreas de interesse e varreduras lineares, as quais permitissem avaliar a difusão dos elementos implantados durante o tratamento 3IP-AT para cada material.

#### **3.5.3.2 Difração de raios X**

As análises por DRX dos cordões de solda em ambos os materiais tratados por 3IP-AT foram realizadas a partir do difratômetro de raios X citado anteriormente na Figura A.3.

Estas análises possibilitaram comparar os espectros de difração resultantes para os cordões de solda tratados por 3IP-AT com os espectros dos cordões de solda não-tratados previamente obtidos.

A posição e a intensidade dos possíveis novos picos observados nos espectros de difração dos cordões de solda tratados por 3IP-AT objetivaram identificar a formação das fases de nitretos metálicos e inferir sua predominância, validando a eficácia do tratamento 3IP-AT.

Novamente, tal identificação ocorreu por meio da indexação comparativa dos resultados obtidos com os dados disponíveis no banco de dados internacional PDF2-2013 e na plataforma Materials Project.

#### **3.5.3.3 Caracterização estrutural**

A caracterização estrutural dos cordões de solda em ambos os materiais tratados por 3IP-AT foi realizada a nível macroscópico (inspeção visual e macroscopia óptica) e microscópico (microscopias óptica e eletrônica de varredura).

#### **3.5.3.3.1 Microscopias óptica e eletrônica de varredura**

As microscopias óptica e eletrônica de varredura foram realizadas nos cordões de solda de cada material tratado por 3IP-AT, de modo a investigar a eficácia deste tratamento na formação das camadas de nitretos metálicos na superfície e/ou de fases de nitretos dispersas no *bulk* do material.

Além disso, ambas as técnicas de microscopias permitiram investigar a influência dos tempos e temperaturas do tratamento 3IP-AT sobre a morfologia dos grãos nas ZF e ZTA dos cordões de solda e nos metais de base adjacente (tamanhos dos grãos equiaxiais e/ou colunares).

Por fim, as caracterizações microscópicas foram empregadas para avaliar se ocorreram possíveis transformações de fase nos cordões de solda resultantes do tratamento 3IP-AT.

#### **3.5.3.4 Caracterização mecânica**

Foi realizada a caracterização mecânica de dureza dos cordões de solda em cada material tratado por 3IP-AT por meio do ensaio de dureza Vickers e de dureza instrumentada.

##### **3.5.3.4.1 Ensaio de dureza Vickers**

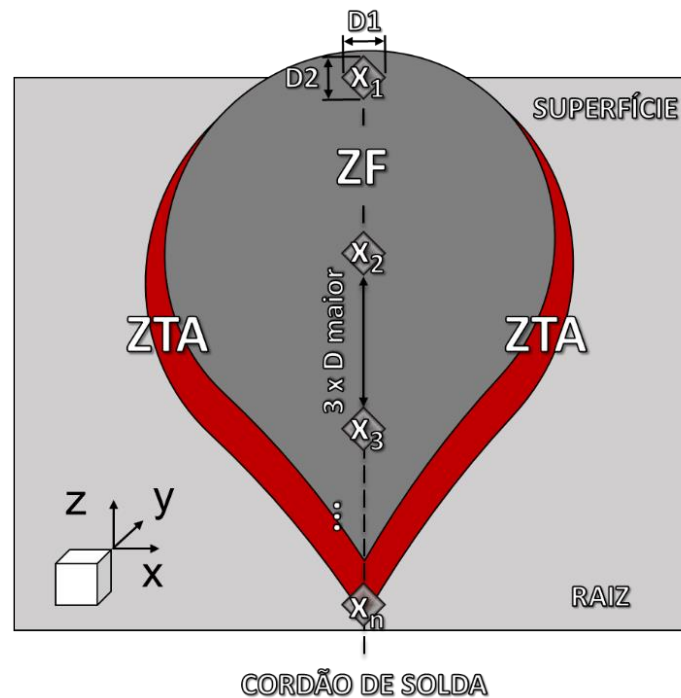
O ensaio de dureza Vickers teve como objetivo principal analisar a distribuição de dureza ao longo das seções transversais dos cordões de solda em cada material tratado por 3IP-AT.

Assim, foi analisada a influência do tratamento 3IP-AT sobre a distribuição linear de dureza Vickers nas seções transversais dos cordões de solda obtidos para diferentes aportes térmicos.

Deste modo, avaliou-se primeiramente a distribuição da dureza ao longo da ZF, da ZTA e do MB adjacente e inalterado, com metodologia de ensaio semelhante à realizada na segunda fase do trabalho experimental.

Em seguida, avaliou-se também a distribuição de dureza ao longo da espessura das chapas para cada material tratado por 3IP-AT, conforme a metodologia proposta na Figura 3.12.

Figura 3.12 – Metodologia empregada na avaliação da distribuição de dureza Vickers ao longo da espessura dos cordões de solda tratados por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

#### 3.5.3.4.2 Ensaio de dureza instrumentada

O ensaio de dureza instrumentada foi realizado para avaliar a distribuição de durezas médias  $H_{IT}$  e  $HV_{IT}$  das camadas implantadas sobre os cordões de solda após o tratamento 3IP-AT.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Primeira fase: caracterização dos materiais recebidos

Na primeira fase, serão apresentados e discutidos os resultados das caracterizações cristalográfica e da composição química, estrutural e mecânica de dureza dos materiais recebidos.

#### 4.1.1 Caracterização cristalográfica e da composição química

Os resultados das caracterizações cristalográfica e da composição química dos materiais recebidos por XRF e DRX serão apresentados e discutidos a seguir.

##### 4.1.1.1 Fluorescência de raios X por dispersão em energia

As análises semiquantitativas por XRF realizadas para o nióbio metálico, grau comercial (ou tipo 2 segundo norma ASTM B392 – 18) e para a liga de titânio Ti-6Al-4V (grau 5 segundo a norma ASTM B348 – 19), permitiram identificar a concentração dos elementos presentes nos materiais recebidos conforme a Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Análises semiquantitativas por XRF realizadas nos materiais recebidos.

|           | Elementos identificados (% em peso atômico) |       |      |      |      |
|-----------|---|-------|------|------|------|
|           | Nb  | Ti    | Al   | V    | Fe   |
| Nióbio    | 99,91                                       | -     | 0,09 | -    | -    |
| Ti-6Al-4V | -   | 91,85 | 5,72 | 2,19 | 0,24 |

Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Tabela 4.1, observa-se que ambos os materiais recebidos possuem concentrações de elementos químicos compatíveis com os teores nominais estabelecidos por suas respectivas normas técnicas.

Para o nióbio, observa-se o elevado grau de pureza de 99,91% de Nb em peso atômico e a ausência de elementos contaminantes acima de 0,1% em peso atômico, conforme estabelecido na norma ASTM B392 – 18.

No entanto, destaca-se que o teor de Al identificado de 0,09% em peso atômico está acima do teor máximo previsto na norma ASTM B392 – 18 (até 0,005% em peso atômico).

Por outro lado, destaca-se que a concentração de Al observada é residual da redução aluminotérmica durante o processamento metalúrgico a partir das formas minerais do nióbio, tais como a columbita e o pirocloro, ambos os minérios com diferentes teores de pentóxido de nióbio ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) (MENDES, 2005).

Para a liga Ti-6Al-4V, o teor de Al identificado de 5,72% em peso atômico está dentro da faixa admissível (5,5 – 6,75% em peso atômico) segundo a norma ASTM B348 – 19.

O teor de Fe identificado (0,24% em peso atômico) também está em concordância com a norma ASTM B348 – 19, sendo inferior à 0,40% em peso atômico.

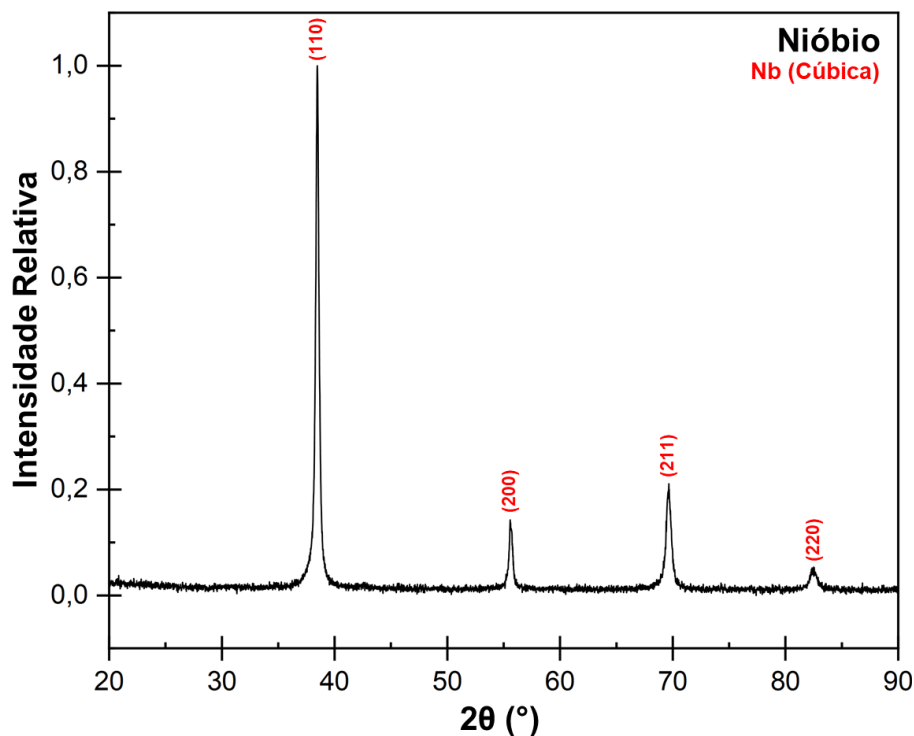
Por outro lado, o teor de V identificado (2,19% em peso atômico) foi inferior ao teor nominal mínimo requerido pela norma ASTM B348 – 19, pois deveria conter ao menos 3,5% em peso atômico de V.

#### **4.1.1.2 Difração de raios X**

O espectro de difração de raios X e os dados cristalográficos obtidos e calculados para o nióbio recebido são apresentados na Figura 4.1 e na Tabela B.1, respectivamente.



Figura 4.1 – Espectro de difração de raios X do nióbio recebido.



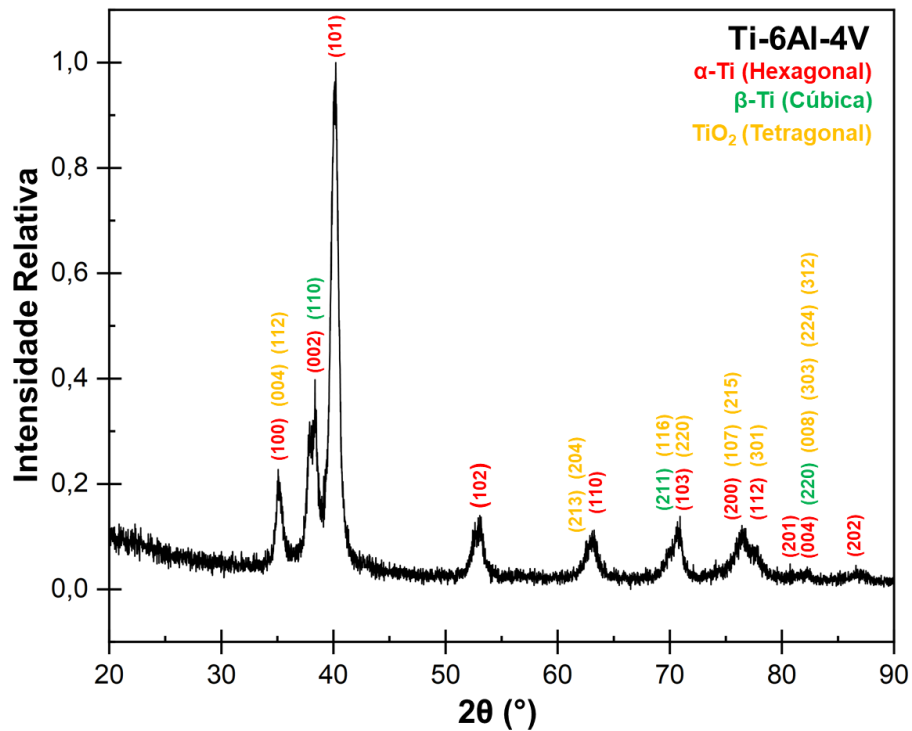
Fonte: Produção do autor.

Analisando-se o espectro de difração de raios X da Figura 4.1 e os dados cristalográficos da Tabela B.1 observados e calculados para o nióbio recebido, destaca-se que os picos identificados possuem suas respectivas posições e intensidades difratadas compatíveis com a fase cúbica de corpo centrado do nióbio indicada na referência mp-75.

Portanto, a compatibilidade entre os planos cristalográficos observados e os da referência utilizada indicam o elevado grau de pureza do nióbio recebido, uma vez que não foram observados outros picos difratados que poderiam indicar fases adicionais e/ou eventuais elementos contaminantes.

O espectro de difração de raios X e os dados cristalográficos obtidos e calculados para a liga Ti-6Al-4V recebida são apresentados na Figura 4.2 e na Tabela B. 2, respectivamente.

Figura 4.2 – Espectro de difração de raios X da liga Ti-6Al-4V recebida.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se o espectro de difração de raios X da Figura 4.2 e os dados cristalográficos da Tabela B. 2 obtidos e calculados para a liga Ti-6Al-4V recebida, destaca-se que os picos identificados possuem suas respectivas posições e intensidades difratadas compatíveis com as fases  $\alpha$  hexagonal e  $\beta$  cúbica de corpo centrado do titânio indicadas nas referências mp-46 e mp-73, respectivamente.

Portanto, a compatibilidade entre as fases  $\alpha$  hexagonal e  $\beta$  cúbica de corpo centrado identificadas e seus respectivos planos cristalográficos observados, quando comparados aos das referências utilizadas, indicam que a liga Ti-6Al-4V recebida é majoritariamente bifásica, conforme previsto.

Além disso, identificou-se a presença da fase de óxidos TiO<sub>2</sub> tetragonal, com planos cristalográficos difratados cujas posições, intensidades e distâncias interplanares são muito próximas às observadas na referência mp-390.

A fase de óxidos estável  $\text{TiO}_2$  tetragonal está presente na liga Ti-6Al-4V possivelmente em decorrência do processamento metalúrgico (cloração) do titânio a partir de suas formas minerais, tais como o rutilo ( $\text{TiO}_2$ ) e a ilmenita ( $\text{FeTiO}_3$ ), entre outros (MONTERO, 2016).

Além disso, considera-se a possibilidade de formação de uma camada superficial de óxidos de  $\text{TiO}_2$  tetragonal a partir de um processo natural de oxidação do titânio presente na liga Ti-6Al-4V em atmosfera reativa (POUILLEAU et al., 1997).

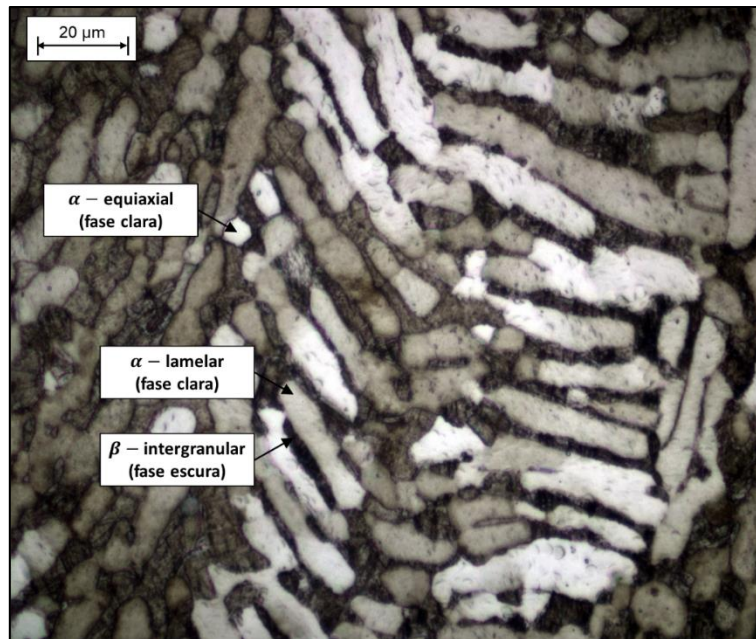
#### **4.1.2 Caracterização estrutural**

Os resultados da caracterização estrutural dos materiais recebidos por MO e MEV serão apresentados e discutidos a seguir.

##### **4.1.2.1 Microscopia óptica**

A microestrutura da liga Ti-6Al-4V recebida foi analisada por meio de MO conforme exemplificado na Figura 4.3.

Figura 4.3 – Microestrutura da liga Ti-6Al-4V recebida analisada por meio de microscopia óptica.

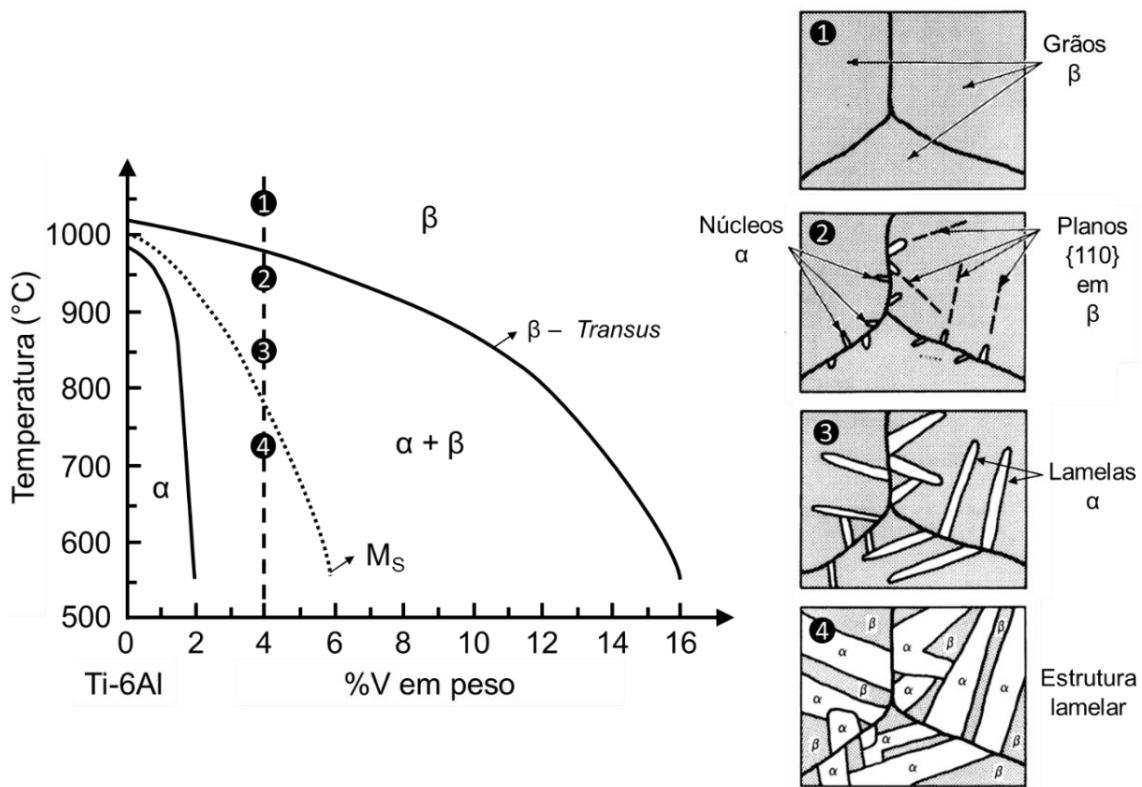


Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.3, observa-se que a microestrutura da liga Ti-6Al-4V é do tipo bifásica, sendo majoritariamente constituída por colônias lamelares das fases  $\alpha$  lamelar e  $\beta$  intergranular (ou interlamelar). Neste caso, as fases  $\alpha$  correspondem às fases claras e  $\beta$ , às fases escuras (PRASAD; WANHILL, 2017).

Esta microestrutura é resultante da rota térmica de resfriamento e solidificação ao qual a liga Ti-6Al-4V foi previamente submetida. Conseqüentemente, foi formada a microestrutura lamelar típica Widmanstätten, conforme esquematizado no diagrama de fases pseudoternário e nas ilustrações 1-4 da Figura 4.4 (DONACHIE, 2000).

Figura 4.4 – Desenvolvimento da microestrutura lamelar típica Widmanstätten no resfriamento e na solidificação da liga Ti-6Al-4V.



Fonte: Adaptado de Donachie (2000).

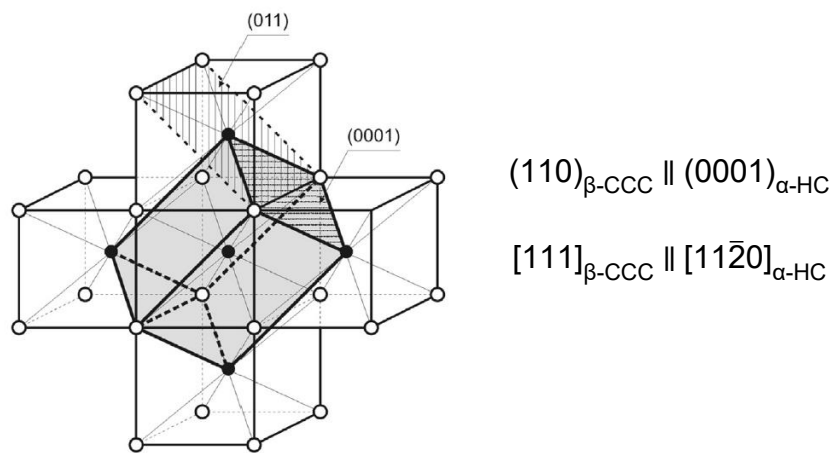
Analisando-se a Figura 4.4, infere-se que a liga Ti-6Al-4V foi resfriada e solidificada lentamente a partir da fase β, percorrendo a rota térmica de 1 a 4.

No entanto, uma vez que a taxa de resfriamento foi lenta (como ocorre no resfriamento em forno), a temperatura global foi mantida a níveis abaixo da temperatura de transformação alotrópica (linha β – *Transus*) por tempo necessário para o completo desenvolvimento colunar das lamelas α (DONACHIE, 2000).

Assim, ocorreu a nucleação das lamelas da fase α a partir dos contornos de grãos β e seu crescimento foi orientado em relação à família de planos {110} prévios da fase matriz β, a qual apresenta maior densidade planar (DONACHIE, 2000).

Portanto, a transformação alotrópica  $Ti_{\beta\text{-CCC}} \rightarrow Ti_{\alpha\text{-HC}}$  ocorreu segundo a relação cristalográfica proposta por W. G. Burguers, a qual identifica os planos e as direções cristalográficas de maior densidade atômica envolvidos na transformação, conforme indicado na Figura 4.5 (BURGUERS, 1934).

Figura 4.5 – Relação cristalográfica entre as fases  $\alpha$  e  $\beta$  na transformação alotrópica do titânio.



Fonte: Adaptado de Prasad e Wanhill (2017).

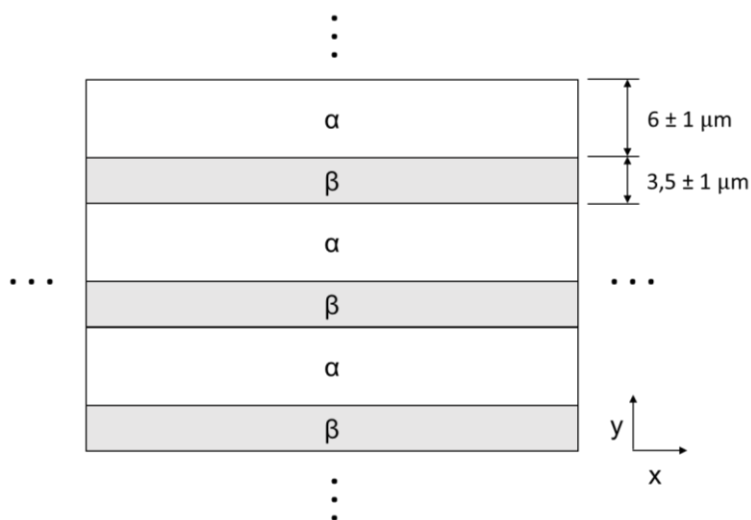
Com base nas medições tomadas a partir da micrografia da Figura 4.5, foi estimado que as lamelas da fase  $\alpha$  possuem uma espessura com tamanhos na faixa de 4 – 9  $\mu\text{m}$ , sendo sua espessura média calculada de  $6 \pm 1 \mu\text{m}$ .

Para a fase  $\beta$  intergranular, as espessuras interlamelares apresentaram tamanhos na faixa de 1 – 7  $\mu\text{m}$ , sendo sua espessura média calculada de  $3,5 \pm 1 \mu\text{m}$ .

Em seguida, foi proposto um método semiquantitativo para estimar as frações percentuais volumétricas das fases  $\alpha$  e  $\beta$  da liga Ti-6Al-4V recebida.

Tomando-se como premissa que a liga Ti-6Al-4V é inteiramente constituída por colônias lamelares compostas pelas fases  $\alpha$  lamelar e  $\beta$  intergranular (ou interlamelar), com suas respectivas espessuras médias previamente calculadas, definiu-se o modelo geométrico da Figura 4.6.

Figura 4.6 – Modelo geométrico para estimar as frações percentuais volumétricas das fases  $\alpha$  e  $\beta$  na liga Ti-6Al-4V recebida.



Fonte: Produção do autor.

Com base no modelo geométrico da Figura 4.6, a liga Ti-6Al-4V recebida foi tratada macroscopicamente como sendo um sólido semi-infinito constituído inteiramente por lamelas  $\alpha$  e fases  $\beta$  interlamelares intercaladas.

Na sequência, as respectivas áreas observadas na Figura 4.6 foram calculadas e convertidas em frações percentuais volumétricas das fases  $\alpha$  e  $\beta$ , conforme apresentado na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Frações percentuais volumétricas das fases  $\alpha$  e  $\beta$  da liga Ti-6Al-4V recebida.

| <b>Fase</b> | <b>Fração percentual volumétrica de fase (%)</b> |
|-------------|--|
| $\alpha$    | $64 \pm 3$                                       |
| $\beta$     | $36 \pm 3$                                       |

Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Tabela 4.2, observa-se que as frações percentuais volumétricas das fases  $\alpha$  e  $\beta$  variaram na faixa de  $64 \pm 3\%$  e  $36 \pm 3\%$ , respectivamente.



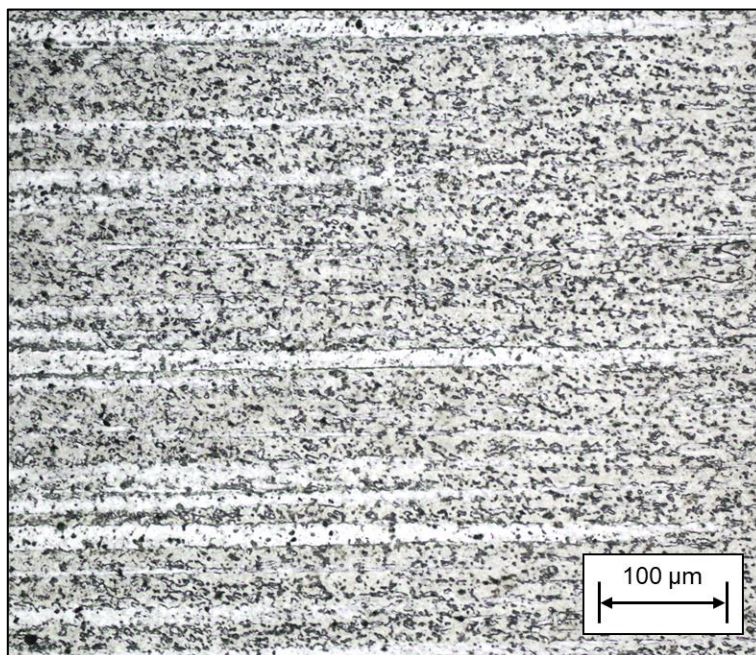
Destaca-se que cada fase apresenta uma dada composição química (em termos da distribuição de elementos) e microconstituintes característicos, contribuindo proporcionalmente segundo suas respectivas frações volumétricas para as propriedades macroscópicas e o desempenho mecânico da liga Ti-6Al-4V (JADHAV et al, 2017).

Ademais, não foram observadas na liga Ti-6Al-4V recebida estruturas martensíticas em nível macroscópico, tais como fases  $\alpha'$  aciculares compostas por ripas e/ou agulhas finas, tipicamente observadas para taxas de resfriamento elevadas (tal como no resfriamento ao ar ou em meios de têmpera) (DONACHIE, 2000).

Isto possivelmente ocorreu porque a temperatura global somente foi reduzida aos níveis abaixo da temperatura de início da formação martensítica (linha  $M_s$ ) após o completo desenvolvimento das colônias lamelares.

A microestrutura do nióbio recebido foi analisada por meio de MO conforme exemplificado na Figura 4.7.

Figura 4.7 – Microestrutura do nióbio recebido analisada por meio de microscopia óptica.



Fonte: Produção do autor.

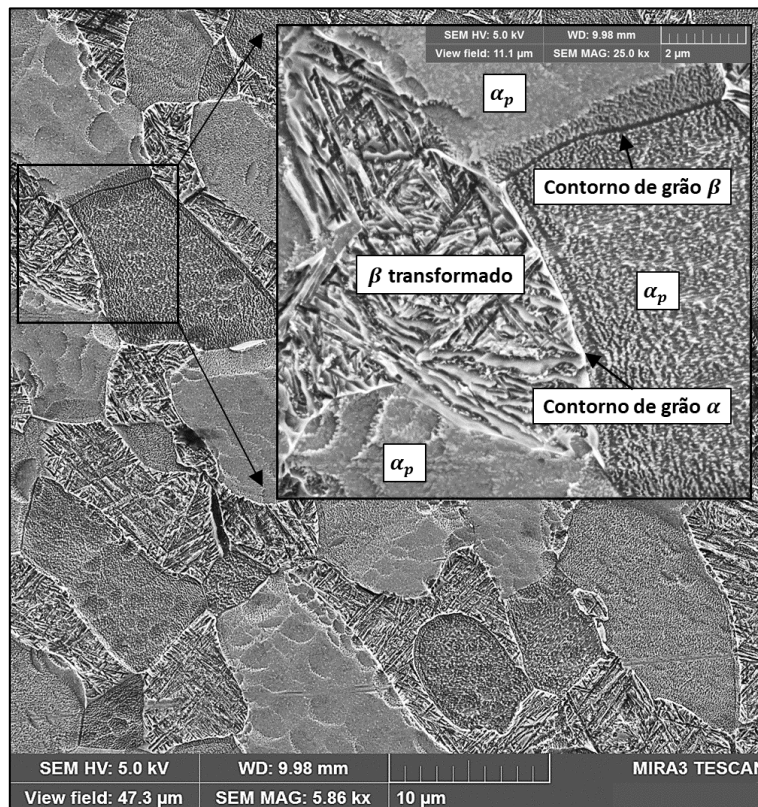


Analisando-se a Figura 4.7, observa-se que o nióbio recebido possui uma microestrutura de grãos equiaxiais, com sua direção de laminação evidenciada na horizontal.

#### 4.1.2.2 Microscopia eletrônica de varredura

A microestrutura da liga Ti-6Al-4V recebida foi analisada por meio de MEV conforme a Figura 4.8, tendo suas respectivas fases e microconstituintes identificados.

Figura 4.8 – Microestrutura da liga Ti-6Al-4V recebida analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura.



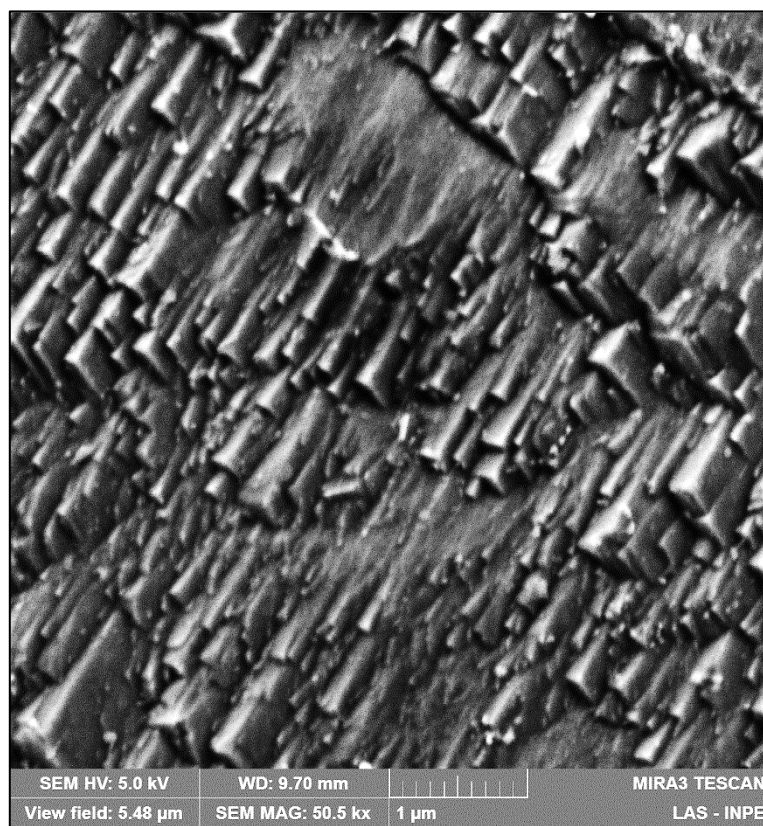
Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.8, observa-se que a microestrutura da liga Ti-6Al-4V recebida, é essencialmente constituída por colônias lamelares de fases  $\alpha$  primárias ( $\alpha_p$ ) com fases  $\beta$  transformadas. A fase  $\beta$  transformada é composta por

fases  $\alpha_p$  e  $\alpha$  aciculares finas, resultantes da transformação da fase  $\beta$  prévia durante seu resfriamento e solidificação. Estas estruturas exibem, em nível microscópico, padrões de desenvolvimento microestrutural típicos Widmanstätten, sendo constituídos por ripas e/ou agulhas finas (PEDERSON, 2002).

A microestrutura do nióbio recebido também foi analisada por meio de MEV conforme apresentado na Figura 4.9.

Figura 4.9 – Microestrutura do nióbio recebido analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.9, observa-se que a microestrutura do nióbio recebido apresenta uma textura de ordem submicrométrica, orientada preferencialmente em uma dada direção que coincide com a direção de laminação.

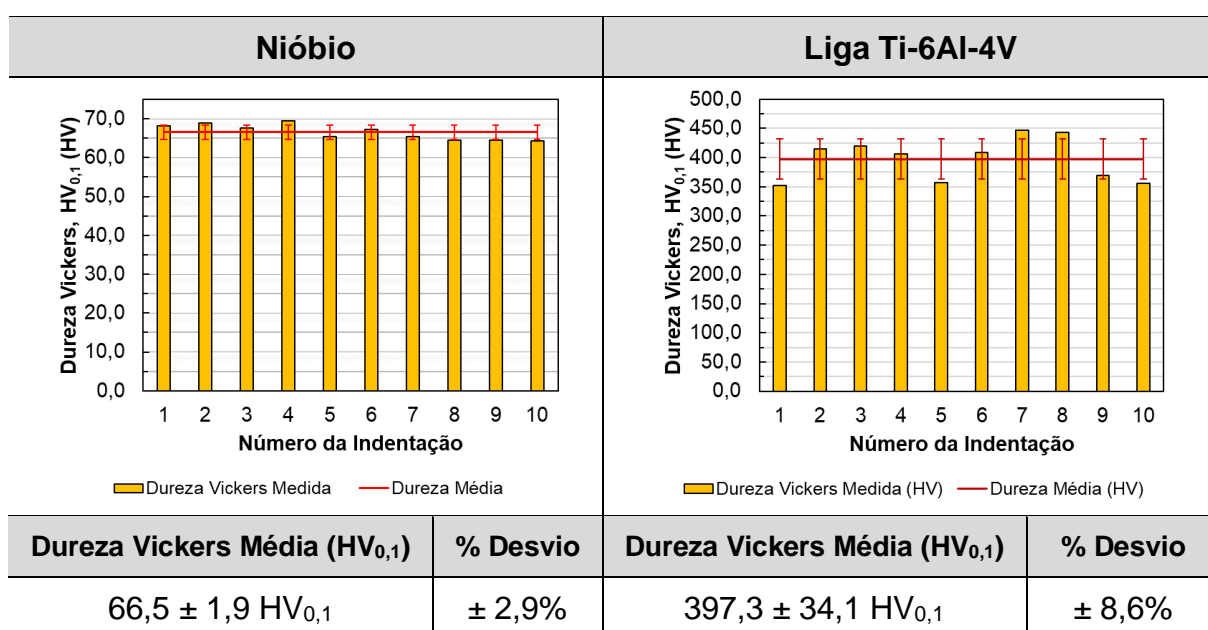
### 4.1.3 Caracterização mecânica

Os resultados da caracterização mecânica de dureza Vickers dos materiais recebidos serão apresentados e discutidos a seguir.

#### 4.1.3.1 Ensaio de dureza Vickers

Na Tabela 4.3, são apresentados os respectivos valores de dureza Vickers média e desvios-padrão obtidos para o nióbio e para a liga Ti-6Al-4V recebidos.

Tabela 4.3 – Ensaio de dureza Vickers realizado para os materiais recebidos.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Tabela 4.3, observa-se que a dureza Vickers média do nióbio recebido ( $66,5 \pm 1,9 \text{ HV}_{0,1}$ ) apresenta um desvio-padrão percentual de  $\pm 2,9\%$ .

Este valor indica uma elevada homogeneidade de dureza no nióbio devido à sua composição química e microestrutura de grãos equiaxiais, conforme observado anteriormente nas análises cristalográfica e da composição química realizadas e na micrografia da Figura 4.9.

Por outro lado, para a liga Ti-6Al-4V recebida, observa-se que sua dureza Vickers média ( $397,3 \pm 34,1 \text{ HV}_{0,1}$ ) apresenta um desvio-padrão percentual de  $\pm 8,6\%$ .

Este valor, embora superior se comparado ao desvio-padrão obtido para o nióbio recebido, não está, no entanto, associado ao processo de medição de dureza Vickers com microindentador empregado.

Na realidade, o maior desvio-padrão da dureza Vickers média observada para a liga Ti-6Al-4V recebida está relacionada majoritariamente à sua estrutura bifásica do tipo lamelar  $\alpha$  e  $\beta$ , as quais apresentam diferentes níveis de dureza (JADHAV et al, 2017).

#### 4.1.3.2 Ensaio de dureza instrumentada

A Tabela 4.4 apresenta as durezas instrumentadas médias de indentação ( $H_{IT}$ ) e Vickers convertida ( $HV_{IT}$ ) obtidas para a liga Ti-6Al-4V e o nióbio recebidos.

Tabela 4.4 – Ensaio de dureza instrumentada realizado para os materiais recebidos.

| Material  | $H_{IT}$ (MPa)  | $HV_{IT}$ ( $HV_{IT}$ ) | Varição <sup>1</sup> (%) |
|-----------|-----------------|-------------------------|--------------------------|
| Ti-6Al-4V | 2973,8 ± 1035,2 | 275,4 ± 95,9            | - 30,7%                  |
| Nióbio    | 1384,2 ± 269,4  | 128,2 ± 25,0            | + 92,8%                  |

Nota<sup>1</sup>: A variação percentual é média, sendo relativa à dureza Vickers média obtida previamente com microindentador para cada material recebido.

Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Tabela 4.4 para a liga Ti-6Al-4V recebida, observa-se que sua dureza  $HV_{IT}$  média foi de 275,4 ± 95,9  $HV_{IT}$ , apresentando uma redução percentual média de 30,7% em relação à dureza Vickers média obtida previamente com microindentador.

Aqui, destaca-se o elevado desvio-padrão de ± 95,9  $HV_{IT}$ , sendo este valor 2,81 vezes maior que o desvio-padrão de ± 34,1  $HV_{0,1}$  obtido previamente no ensaio de dureza Vickers com microindentador.

Consequentemente, a dureza  $HV_{IT}$  obtida para a liga Ti-6Al-4V recebida estaria compreendida na faixa de 179,5 – 371,3  $HV_{IT}$ , sendo seu limite inferior metade

do observado previamente para a faixa de dureza Vickers com microindentador (isto é, 363,2 – 431,4 HV<sub>0,1</sub>).

Esta redução de dureza HV<sub>IT</sub> se deve, possivelmente, às diferentes frações volumétricas percentuais das fase  $\alpha$  e  $\beta$  na liga Ti-6Al-4V. Neste sentido, considera-se, por exemplo, que a fase  $\alpha$  possui um respectivo tamanho médio das lamelas superior à fase  $\beta$ , conforme apresentado anteriormente na Figura 4.3, na Figura 4.8 e na Tabela 4.2, influenciando na variação de dureza observada (JADHAV et al, 2017).

Além disso, sabe-se que o tamanho das indentações tomadas no ensaio de dureza instrumentada é significativamente menor do que ensaio de dureza Vickers com microindentador, devido à menor carga aplicada e geometria do penetrador Berkovich utilizado (QIAN et al., 2005).

Conseqüentemente, supõe-se que há maior dispersão nos níveis de dureza devido à probabilidade de que as indentações instrumentadas tenham sido tomadas em regiões com diferentes frações volumétricas das fases  $\alpha$  e  $\beta$  (QIAN et al., 2005).

Analisando-se a Tabela 4.4 para o nióbio recebido, observa-se que sua dureza HV<sub>IT</sub> média foi de 128,2 ± 25,0 HV<sub>IT</sub>, apresentando um aumento percentual médio de 92,8% em relação à dureza Vickers média obtida previamente com microindentador.

Similarmente, destaca-se aqui o elevado desvio-padrão de ± 25,0 HV<sub>IT</sub>, sendo este valor 13,16 vezes maior que o desvio-padrão de ± 1,9 HV<sub>0,1</sub> obtido previamente no ensaio de dureza Vickers com microindentador.

Conseqüentemente, a dureza HV<sub>IT</sub> obtida para o nióbio recebido estaria compreendida na faixa de 103,2 – 153,2 HV<sub>IT</sub>, sendo seu limite superior cerca de 2,2 vezes maior ao observado previamente para a faixa de dureza Vickers com microindentador (isto é, 64,6 – 68,4 HV<sub>0,1</sub>).

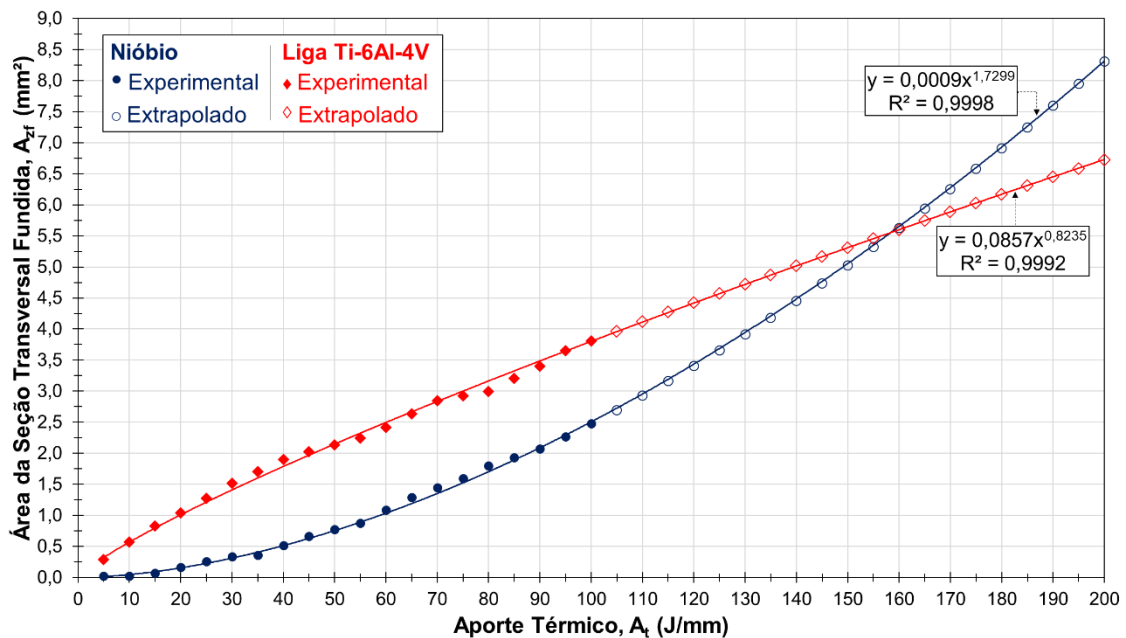
Este aumento de dureza  $HV_{IT}$  (em relação ao ensaio de dureza Vickers com microindentador) se deve, possivelmente, à menor influência da porosidade intrínseca e heterogeneidades do nióbio recebido sobre a dureza avaliada nas regiões das indentações tomadas com penetrador Berkovich (BASKUTIS, VASAUSKAS, ŽUNDA, 2016).

## 4.2 Segunda fase: Soldagem autógena por *laser* Yb:fibra

A seguir, serão apresentadas e discutidas cartas de processamento a *laser* e equações geradas para a soldagem autógena por *laser* Yb:fibra de cada material.

O comparativo das áreas das seções transversais fundidas ( $A_{zf}$ ) da ZF dos cordões de solda obtidos na soldagem autógena a *laser* do nióbio e da liga Ti-6Al-4V, em função do aporte  $A_t$  empregado, é apresentado na Figura 4.10.

Figura 4.10 – Áreas das seções transversais fundidas na soldagem autógena a *laser* do nióbio e da liga Ti-6Al-4V em função do aporte térmico empregado.



Fonte: Produção do autor.

No gráfico da Figura 4.10, os dados foram analisados pelo método de regressão, de modo que as curvas de tendência para o nióbio ( $R^2 = 99,98\%$ ) e para a liga Ti-6Al-4V ( $R^2 = 99,92\%$ ) fossem ajustadas adequadamente às medições experimentais obtidas.

Assim, foi observado que a variação da área  $A_{zf}$  em relação ao aporte  $A_t$  empregado ocorre proporcionalmente segundo as funções potência indicadas nas Equações 4.1 e 4.2 para o nióbio e para a liga Ti-6Al-4V, respectivamente.

$$A_{zf} = 0,0009 A_t^{1,7299} \frac{\text{mm}^{3,7299}}{\text{J}^{1,7299}} \quad (4.1)$$

$$A_{zf} = 0,0857 A_t^{0,8235} \frac{\text{mm}^{2,8235}}{\text{J}^{0,8235}} \quad (4.2)$$

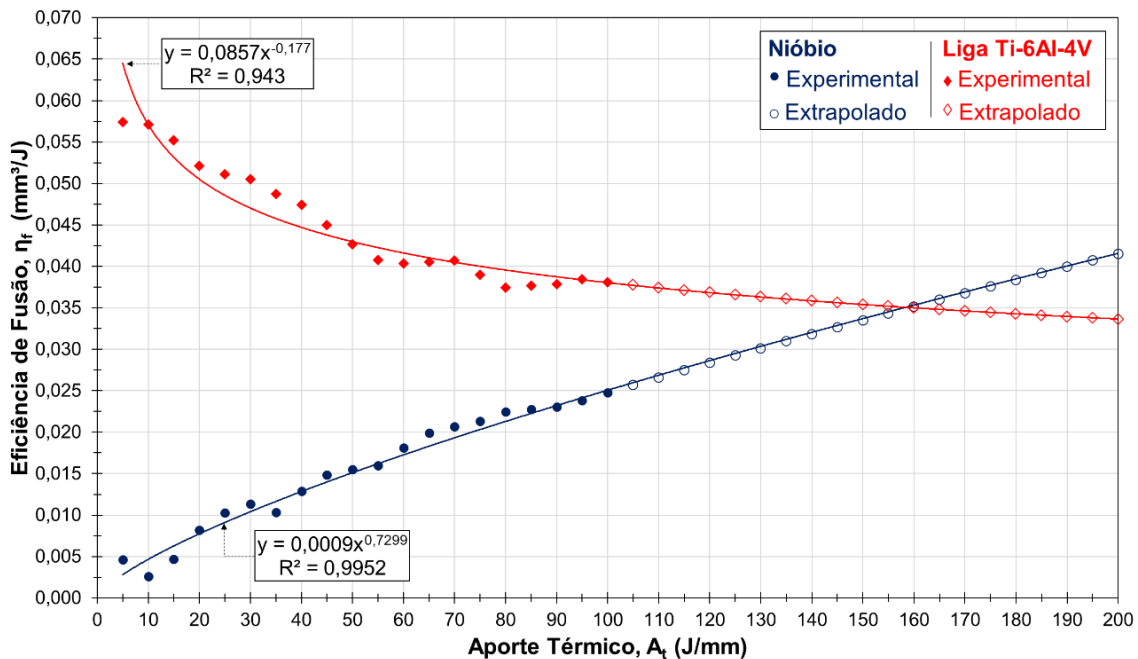
As Equações 4.1 e 4.2 expressam que, quanto maior for o aporte  $A_t$  empregado, maior será a área  $A_{zf}$  da ZF dos cordões de solda obtidos. Consequentemente, maior será o volume de metal fundido resultante.

Assim, conhecendo-se a área  $A_{zf}$  para cada condição de soldagem, é possível calcular a eficiência de fusão ( $\eta_f$ ) conforme a razão proposta na Equação 4.3:

$$\eta_f = \frac{A_{zf}}{A_t} \quad (4.3)$$

Deste modo, o comparativo da eficiência  $\eta_f$  na soldagem do nióbio e da liga Ti-6Al-4V em função do aporte  $A_t$  empregado é apresentado na Figura 4.11.

Figura 4.11 – Eficiências de fusão na soldagem a laser do nióbio e da liga Ti-6Al-4V em função do aporte térmico empregado.



Fonte: Produção do autor.

No gráfico da Figura 4.11, os dados foram tratados por regressão, de modo que as curvas de tendência para o nióbio ( $R^2=99,52\%$ ) e para a liga Ti-6Al-4V ( $R^2=94,30\%$ ) também fossem ajustadas adequadamente aos valores de eficiência  $\eta_f$  calculados.

Deste modo, a variação da eficiência  $\eta_f$  em relação ao aporte  $A_t$  empregado ocorre proporcionalmente segundo as funções potência indicadas nas Equações 4.4 e 4.5 para o nióbio e para a liga Ti-6Al-4V, respectivamente.

$$\eta_f = 0,0009 A_t^{0,7299} \frac{\text{mm}^{3,7299}}{\text{J}^{1,7299}} \quad (4.4)$$

$$\eta_f = 0,0857 A_t^{-0,177} \frac{\text{mm}^{2,823}}{\text{J}^{0,823}} \quad (4.5)$$

Analisando-se o gráfico da Figura 4.11 e a Equação 4.4, observa-se que, para o nióbio, o aumento da eficiência  $\eta_f$  é proporcional ao aporte  $A_t$  empregado.



Segundo Peretz (1988), este fenômeno pode ser explicado pelo acréscimo localizado de temperatura entre as fases envolvidas durante a soldagem. Devido ao maior tempo de interação do feixe *laser* com o metal líquido, temperaturas mais altas de processo são atingidas na poça de fusão, promovendo o aumento localizado da população de fótons.

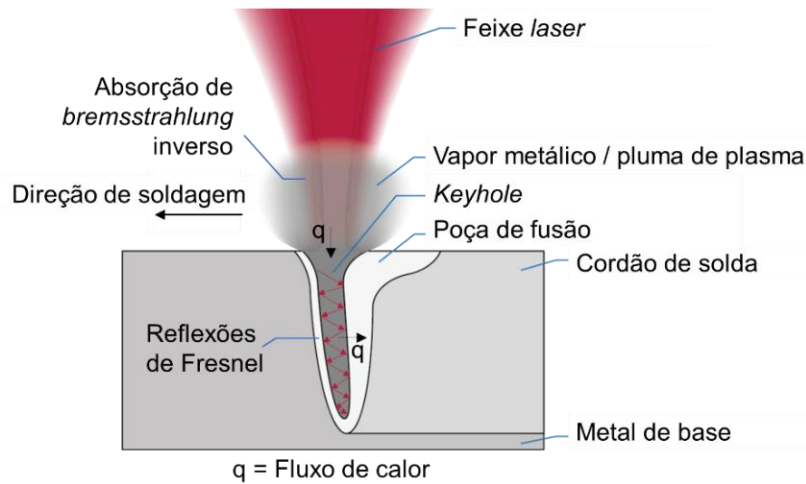
Logo, as trocas térmicas entre fótons e elétrons no metal líquido são acentuadas proporcionalmente, reduzindo a refletividade e aumentando a absortividade e a eficiência  $\eta_f$  para o nióbio (PERETZ, 1988).

Além disso, de acordo com Blackburn (2012) e Kaplan (2009), dois mecanismos de absorção energética são parcialmente favorecidos pelo aumento do aporte  $A_t$  e contribuem para elevar a eficiência  $\eta_f$  até certo grau:

- a) As múltiplas reflexões de Fresnel do feixe *laser* nas paredes do *keyhole*;
- b) A absorção de *bremstrahlung* inverso pelo vapor metálico e pela pluma de plasma gerados no interior do *keyhole* e imediatamente acima da superfície metálica.

Os mecanismos de absorção energética favorecidos pelo aumento do aporte  $A_t$  na soldagem autógena a *laser* em modo de penetração (*keyhole*) são exemplificados na Figura 4.12:

Figura 4.12 – Mecanismos de absorção energética em modo de penetração (*keyhole*).



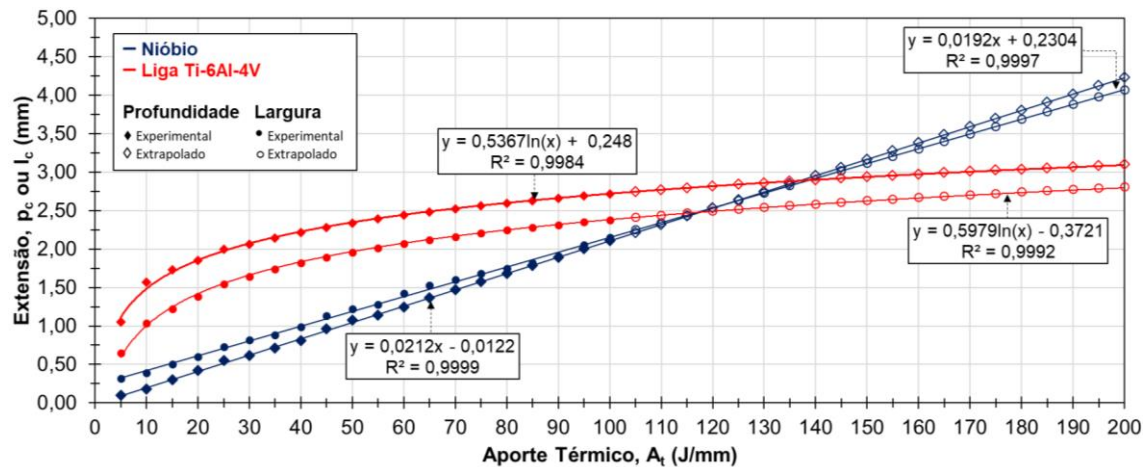
Fonte: Adaptado de Laserline (2022).

No entanto, para a liga Ti-6Al-4V, conforme indicado pela Figura 4.11 e pela Equação 4.5, o decréscimo da eficiência  $\eta_f$  é proporcional ao aporte  $A_t$  empregado, sendo reduzida gradualmente por meio de perdas térmicas acentuadas por mecanismos físicos combinados, tais como:

- Transferência de calor para fora da poça de fusão promovida por condução, convecção e/ou irradiação (SPARKES; STEEN, 2018);
- Absorção excessiva de *bremsstrahlung* inverso pela pluma de plasma gerada acima da superfície metálica (BLACKBURN, 2012);
- Desfocalização do feixe *laser* e espalhamento luminoso decorrente da interação dos fótons com plumas de plasma de maior densidade eletrônica (BLACKBURN, 2012);
- Fenômenos de turbulência na poça de fusão governados pelo efeito Marangoni, resultando na espalçamento de debris e na formação de defeitos após sua solidificação (KIDESS et al., 2016);
- Geração de ondas de choque a partir da colisão do feixe *laser* de alta intensidade com as fases envolvidas na fusão (SPARKES; STEEN, 2018).

Uma vez que a eficiência  $\eta_f$  e a área  $A_{zf}$  do cordão de solda variam para cada material em função do aporte  $A_t$  empregado, foi gerada a carta de dimensionamento de profundidade ( $p_c$ ) e largura ( $l_c$ ) dos cordões de solda de nióbio e da liga Ti-6Al-4V da Figura 4.13.

Figura 4.13 – Carta de dimensionamento dos cordões de solda de nióbio e da liga Ti-6Al-4V em função do aporte térmico empregado.



Fonte: Produção do autor.

Na carta de processamento da Figura 4.13, os dados de  $p_c$  e  $l_c$  foram tratados por regressão, de modo que as curvas de tendência para o nióbio e para a liga Ti-6Al-4V também fossem ajustadas adequadamente ( $R^2 > 99,0\%$ ) aos valores medidos.

Deste modo, a variação dos valores de  $p_c$  e  $l_c$  dos cordões de solda de nióbio em relação ao aporte  $A_t$  empregado ocorre proporcionalmente segundo as funções lineares indicadas nas Equações 4.6 e 4.7, respectivamente.

$$p_c = \left( 0,0212 A_t - \frac{0,0122 \text{ J}}{\text{mm}} \right) \frac{\text{mm}^2}{\text{J}} \quad (4.6)$$

$$l_c = \left( 0,0192 A_t + \frac{0,2304 \text{ J}}{\text{mm}} \right) \frac{\text{mm}^2}{\text{J}} \quad (4.7)$$

Similarmente, a variação dos valores de  $p_c$  e  $l_c$  dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V em relação ao aporte  $A_t$  empregado ocorre proporcionalmente segundo as funções logarítmicas indicadas nas Equações 4.8 e 4.9, respectivamente.

$$p_c = \left( 0,5367 \ln A_t + \frac{0,248 \text{ J}}{\text{mm}} \right) \frac{\text{mm}^2}{\text{J}} \quad (4.8)$$

$$l_c = \left( 0,5979 \ln A_t - \frac{0,3721 \text{ J}}{\text{mm}} \right) \frac{\text{mm}^2}{\text{J}} \quad (4.9)$$

A partir da carta de processamento da Figura 4.13 e das Equações 4.6, 4.7, 4.8 e 4.9, e conforme os experimentos de soldagem e caracterizações estruturais realizadas para ambos os materiais, destaca-se que é possível dimensionar com reprodutibilidade os valores de  $p_c$  e  $l_c$  das seções transversais dos cordões de solda resultantes. Portanto, estas são consideradas ferramentas úteis para o planejamento da soldagem para o nióbio e a liga Ti-6Al-4V recebidos.

Analisando-se ainda o gráfico da Figura 4.13, destaca-se que há uma faixa de aporte  $A_t$  estimada em torno de 115 J/mm para a qual as características dimensionais de  $p_c$  e  $l_c$  de ambos os materiais são semelhantes.

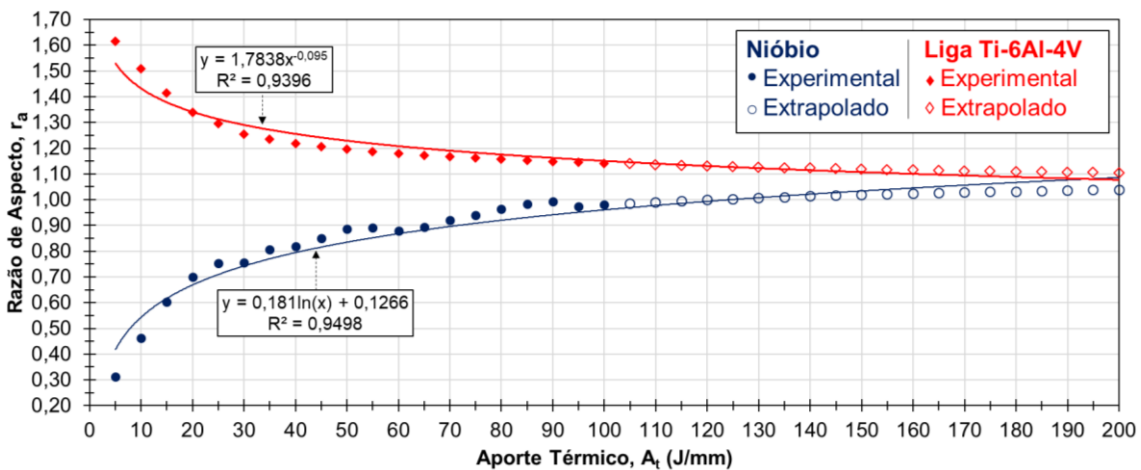
Neste sentido, empregando-se aportes  $A_t$  em torno de 115 J/mm, infere-se que seria possível realizar a soldagem dissimilar entre chapas destes materiais com cerca de 2,5 mm de espessura, a despeito das diferentes propriedades termofísicas do nióbio e da liga Ti-6Al-4V, embora esta premissa demande uma comprovação empírica posterior.

Portanto, destaca-se que, na hipótese de realizar a soldagem dissimilar entre estes materiais, a simetria dos cordões de solda resultantes, em termos de suas áreas  $A_{zf}$  fundidas, deva ser analisada experimentalmente. De acordo com Torkamany, Ghaini e Poursalehi (2016), os cordões de solda dissimilares obtidos para o nióbio e a liga Ti-6Al-4V tipicamente apresentam seções transversais assimétricas que devem ser controladas, pois podem ser deletérias às propriedades mecânicas da junta resultante. Além disso, sabe-se a partir de Gao, Liu e Zhang (2018) que os cordões de solda dissimilares entre o nióbio e a liga

Ti-6Al-4V tendem a fraturar no lado do nióbio, apresentando tensões limites de resistência da ordem de 250 Mpa.

Finalmente, a razão de aspecto ( $r_a$ ) dos cordões de solda para cada material também varia em função do aporte  $A_t$  empregado, conforme apresentado na carta de processamento da Figura 4.14.

Figura 4.14 – Razões de aspecto dos cordões de solda de nióbio e da liga Ti-6Al-4V em função do aporte térmico empregado.



Fonte: Produção do autor.

Na carta de processamento da Figura 4.14, as razões  $r_a$  observadas para os cordões de solda foram tratadas por regressão, de modo que as curvas de tendência para o nióbio ( $R^2 = 94,98\%$ ) e para a liga Ti-6Al-4V ( $R^2 = 93,96\%$ ) também fossem ajustadas adequadamente aos valores obtidos.

Deste modo, a variação da razão  $r_a$  dos cordões de solda de nióbio e da liga Ti-6Al-4V em relação ao aporte  $A_t$  empregado ocorre proporcionalmente segundo as funções indicadas nas Equações 4.10 e 4.11, respectivamente.

$$r_a = \left( 0,181 \ln A_t + \frac{0,1266 \text{ J}}{\text{mm}} \right) \frac{\text{mm}^2}{\text{J}} \quad (4.10)$$

$$r_a = 1,7838 A_t^{-0,095} \frac{\text{mm}^{2,905}}{\text{J}^{0,905}} \quad (4.11)$$

Por meio da carta de processamento da Figura 4.14 e das Equações 4.10 e 4.11, estima-se que para aportes  $A_t$  acima de 200 J/mm, a razão  $r_a$  dos cordões de solda de nióbio e da liga Ti-6Al-4V tende a convergir para um valor próximo ( $r_a \cong 1$ ), o que possibilitaria a obtenção de cordões de solda mais simétricos, embora esta assunção também demande uma investigação empírica posterior.

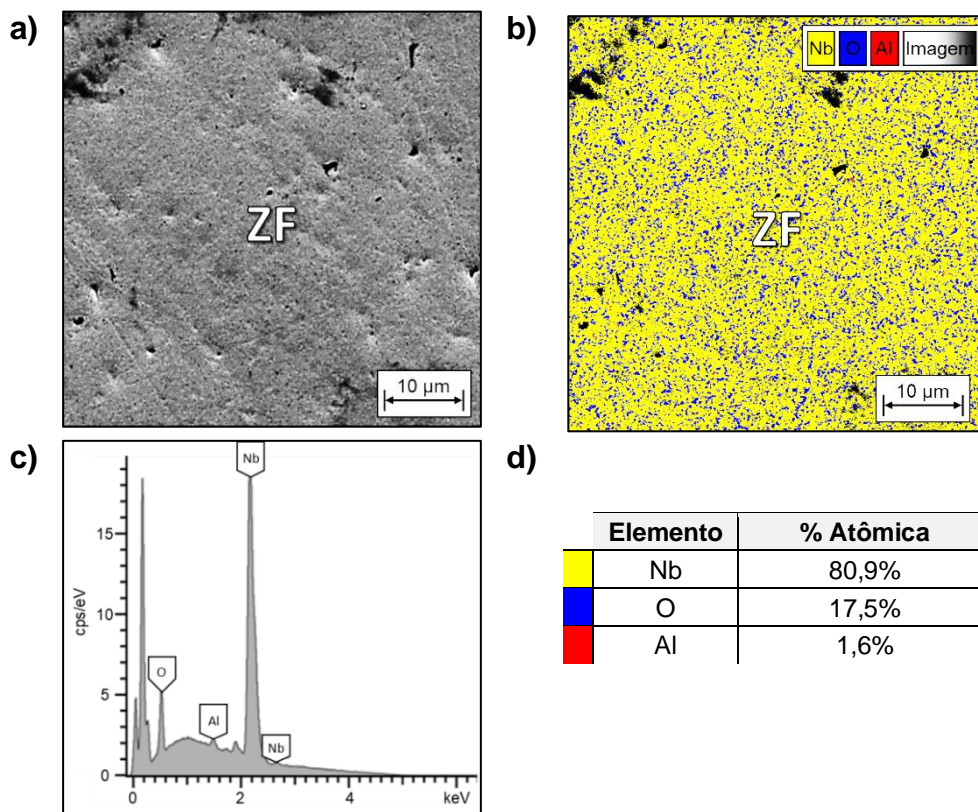
#### 4.2.1 Caracterização cristalográfica e da composição química

Os resultados da caracterização cristalográfica e da composição química dos cordões de solda por EDS e DRX serão apresentados e discutidos para cada material a seguir.

##### 4.2.1.1 Nióbio metálico

Foi realizada a espectroscopia por energia dispersiva na ZF do cordão de solda de nióbio obtido a 75 J/mm, conforme apresentado na Figura 4.15.

Figura 4.15 – Espectroscopia por energia dispersiva analisada na zona fundida do cordão de solda de nióbio obtido a 75 J/mm.



Fonte: Produção do autor.

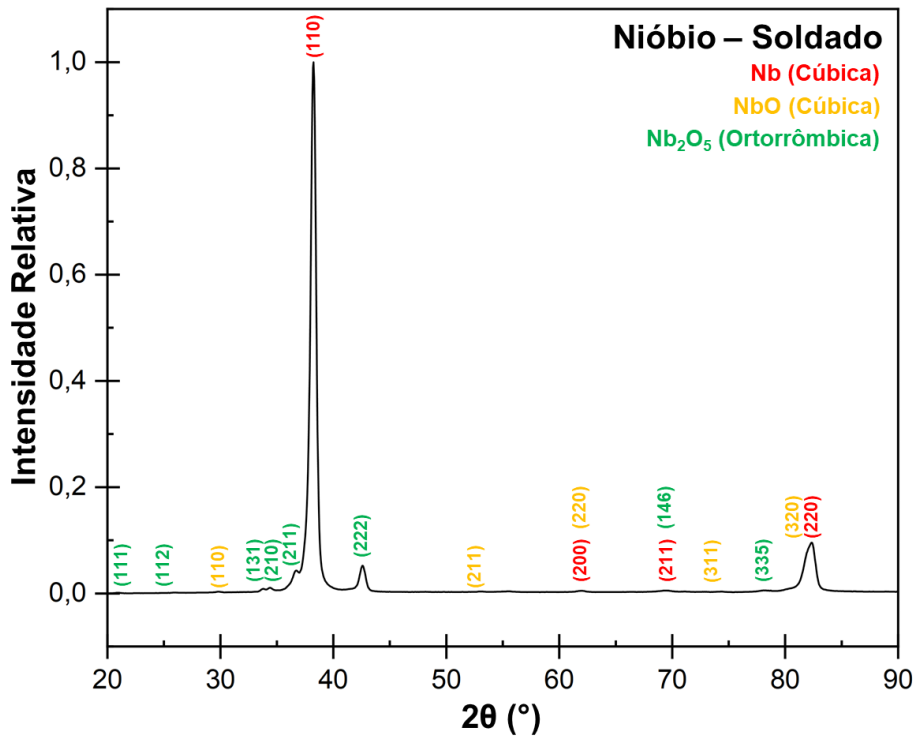
Analisando-se a Figura 4.15, observa-se que, após a soldagem, evidenciou-se na região da ZF do cordão de solda uma concentração significativa de átomos de O (17,5% at.). Este resultado sugere a hipótese de que tenha ocorrido a difusão intersticial do O através do retículo cristalino da ZF do cordão de solda (KAH; MARTIKAINEN, 2013).

Além disso, supõe-se a formação de fases de óxidos estáveis de nióbio do tipo  $Nb_xO_y$  na ZF, oriundas da oxidação sob elevadas temperaturas atingidas na poça de fusão durante a soldagem (KLOPP; SIMS; JAFFEE, 1957). No entanto, ressalta-se que a presença efetiva destes será avaliada adiante na análise cristalográfica por DRX.

Quanto à concentração de átomos de Al (1,6% at.) observada, destaca-se que este valor é ligeiramente superior à concentração analisada anteriormente por XRF (0,09% at.) para o nióbio recebido. No entanto, supõe-se que os átomos de Al estejam difundidos no retículo cristalino (*bulk*) do nióbio, devido à baixa concentração relativa observada.

O espectro de difração de raios X e os dados cristalográficos obtidos para o cordão de solda de nióbio são apresentados na Figura 4.16 e na Tabela B. 3, respectivamente.

Figura 4.16 – Espectro de difração de raios X do cordão de solda de nióbio.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se o espectro de difração de raios X da Figura 4.16 e os dados cristalográficos da Tabela B. 3 observados e calculados para o nióbio soldado, evidencia-se o surgimento das fases de óxidos de nióbio NbO cúbica e Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ortorrômbica. Assim, os picos e famílias de planos identificados possuem suas respectivas posições, intensidades difratadas e distâncias interplanares calculadas compatíveis com as indicadas nas referências mp-2311 e mp-776896, respectivamente.

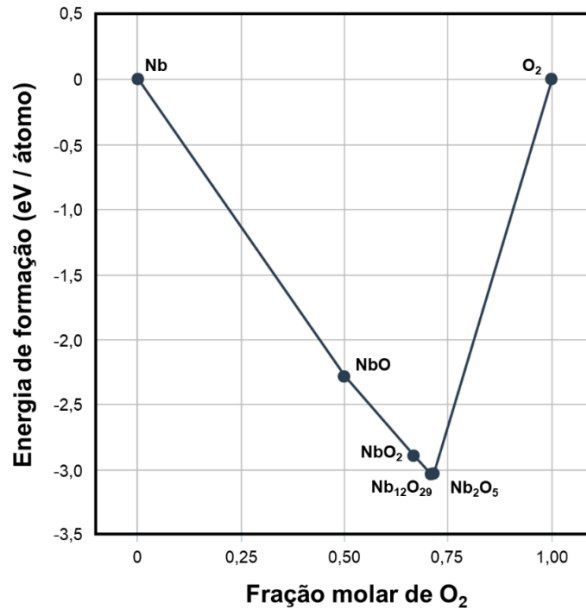
Deste modo, confirmou-se a hipótese de formação das fases de óxidos estáveis de nióbio na ZF, oriundas da introdução e difusão do O<sub>2</sub> atmosférico na poça de fusão durante a soldagem, bem como a posterior reação de oxidação entre o elemento O e os demais átomos metálicos.

Portanto, em decorrência da soldagem, houve o resfriamento e a solidificação dos elementos dissolvidos na poça de fusão, possibilitando que a energia para a formação dos óxidos estáveis fosse minimizada, permitindo sua formação



conforme apresentado no diagrama de fases composicional da Figura 4.17 e nos dados energéticos da Tabela C. 1.

Figura 4.17 – Diagrama de fases composicional dos óxidos estáveis de nióbio.



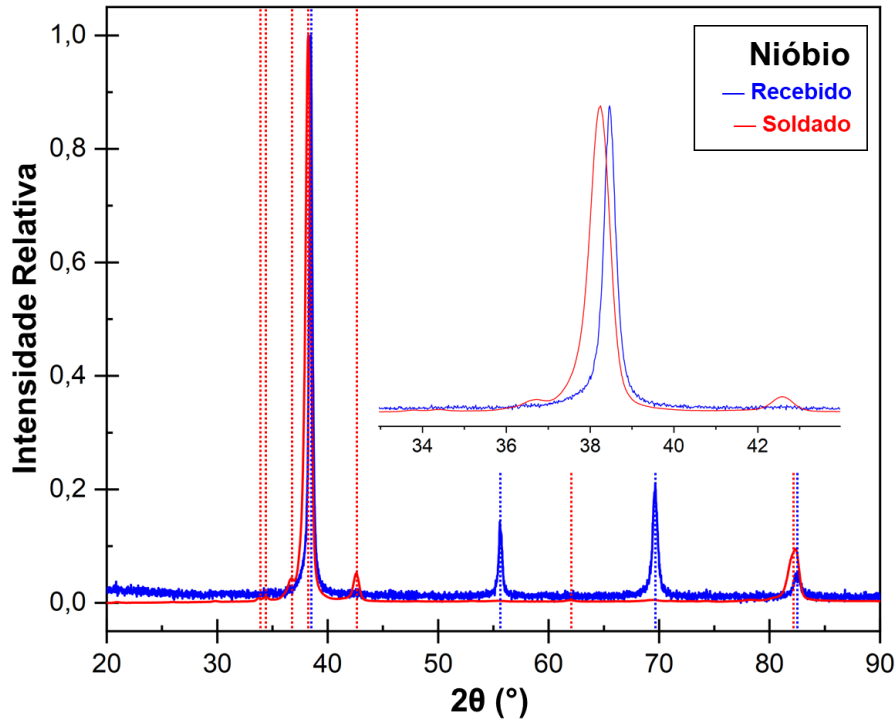
Fonte: Adaptado de Materials Project (2022).

Analisando-se o diagrama de fases composicional dos óxidos estáveis de nióbio da Figura 4.17 e os respectivos valores energéticos apresentados na Tabela C. 1, infere-se que a energia livre foi minimizada durante a soldagem para níveis máximos da ordem de  $-2,975$  eV / átomo.

Assim, foram formadas apenas as fases NbO cúbica ( $-2,288$  eV / átomo) e Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ortorrômbica ( $-2,975$  eV / átomo). Além disso, não houve favorecimento energético para a formação da fase NbO<sub>2</sub> tetragonal ( $-2,898$  eV / átomo), tampouco ocorreu a minimização da energia livre para níveis máximos da ordem de  $-3,000$  eV / átomo, o que possivelmente resultaria na formação das fases Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> monoclínica ( $-3,034$  eV / átomo) e/ou Nb<sub>12</sub>O<sub>29</sub> ortorrômbica ( $-3,039$  eV / átomo). Por outro lado, não se descarta a hipótese de difusão intersticial de átomos de O no *bulk* do retículo cristalino na ZF do cordão de solda, dada a elevada concentração de O (17,5% at.) estimada previamente nesta região na análise por EDS realizada da Figura 4.15.

Na Figura 4.18, apresenta-se uma comparação entre os espectros de difração obtidos para o nióbio recebido e soldado.

Figura 4.18 – Espectros de difração obtidos para o nióbio recebido e soldado.



Fonte: Produção do autor.

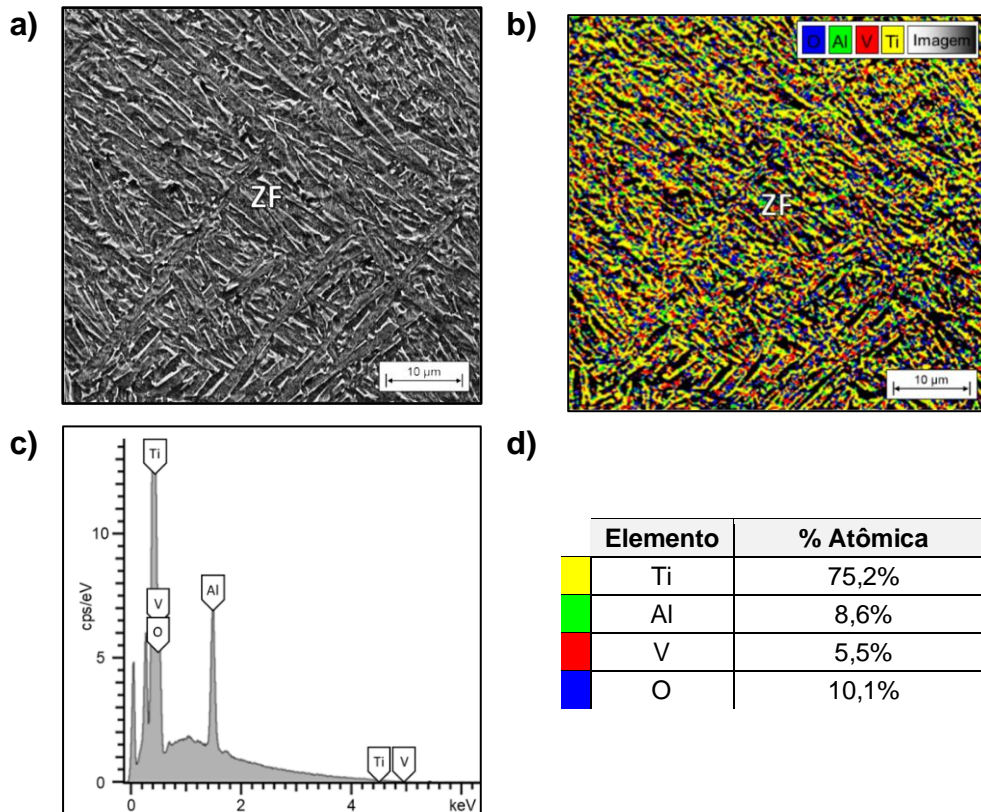
Analisando-se a comparação entre os espectros de difração da Figura 4.18, observa-se que, em decorrência da soldagem, houve a eliminação dos ângulos de difração  $55,58^\circ$  e  $69,65^\circ$ , ambos referentes à fase cúbica do nióbio. Além disso, destaca-se que a soldagem promoveu o surgimento de tensões residuais, as quais são evidenciadas pelos desvios angulares observados (ANDEROGLU, 2004).

Assim, após a soldagem, houve o desvio relativo à esquerda dos ângulos  $38,20^\circ$  ( $38,46^\circ$ ) e  $69,54^\circ$  ( $69,65^\circ$ ), também referentes à fase cúbica do nióbio, indicando o tensionamento trativo da rede cristalina na ZF. De modo semelhante, evidenciou-se o desvio relativo à direita dos ângulos  $55,70^\circ$  ( $55,58^\circ$ ) e  $82,39^\circ$  ( $83,23^\circ$ ), indicando o tensionamento compressivo da rede cristalina na ZF.

#### 4.2.1.2 Liga Ti-6Al-4V

Foi realizada a espectroscopia de energia dispersiva na ZF do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 25 J/mm, conforme apresentado na Figura 4.19.

Figura 4.19 – Espectroscopia por energia dispersiva analisada na zona fundida do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 25 J/mm.

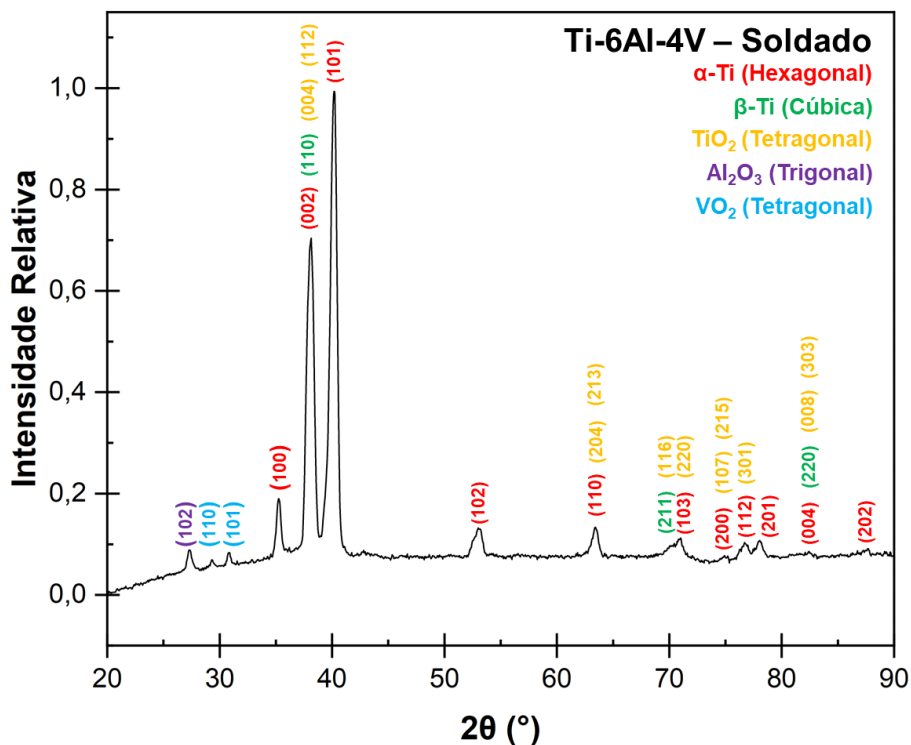


Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.19, observa-se que, após a soldagem, evidenciou-se na região da ZF uma concentração significativa de átomos de O (10,1% at.). Novamente, este resultado contribui para a hipótese de que tenha ocorrido a difusão intersticial de O no retículo cristalino da ZF do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V. Similarmente, supõe-se, a possível formação de fases de óxidos estáveis de titânio (do tipo  $Ti_xO_y$ ), de alumínio (do tipo  $Al_xO_y$ ) e/ou vanádio (do tipo  $V_xO_y$ ) nesta região, resultantes das elevadas temperaturas atingidas pela liga Ti-6Al-4V durante a soldagem (SHARIFI et al., 2019).

Destaca-se que, conforme apresentado anteriormente na análise de DRX da Figura 4.2, a liga Ti-6Al-4V recebida já exibia em seu espectro de difração indícios da fase de óxido  $\text{TiO}_2$ , oriunda do processamento metalúrgico do titânio e/ou do processo natural de oxidação superficial. No entanto, observou-se que ocorreu um aumento percentual volumétrico significativo das fases de óxidos estáveis na ZF do cordão de solda, conforme o espectro de difração de raios X e os dados cristalográficos obtidos para o cordão de solda da liga Ti-6Al-4V apresentados na Figura 4.20 e na Tabela B. 4, respectivamente.

Figura 4.20 – Espectro de difração de raios X do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V.



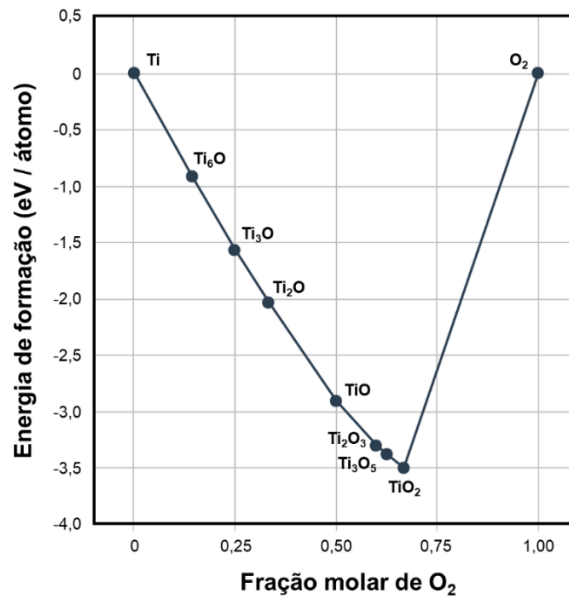
Fonte: Produção do autor.

Analisando-se o espectro de difração de raios X da Figura 4.20 e os dados cristalográficos da Tabela B. 4 observados e calculados para a liga Ti-6Al-4V soldada, nota-se o surgimento das fases de óxidos de alumínio  $\text{Al}_2\text{O}_3$  trigonal e de vanádio  $\text{VO}_2$  tetragonal. Assim, os picos e famílias de planos identificados possuem suas respectivas posições, intensidades difratadas e distâncias interplanares calculadas compatíveis com as indicadas nas referências mp-1143 e mp-19094, respectivamente.

Portanto, confirmou-se a hipótese de formação das fases adicionais de óxidos estáveis de alumínio e vanádio na ZF, bem como o aumento da concentração da fase de óxido estável de titânio  $\text{TiO}_2$ , ambas oriundas da introdução e difusão do  $\text{O}_2$  atmosférico na poça de fusão durante a soldagem e da posterior reação de oxidação entre o elemento O e os demais átomos metálicos.

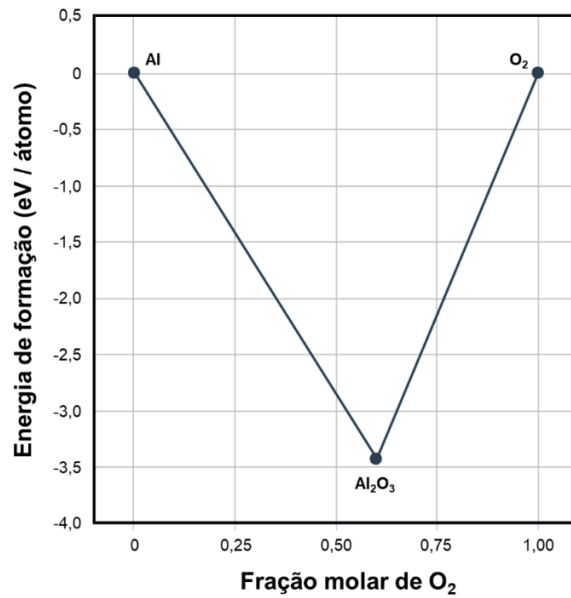
Assim, em decorrência da soldagem, houve o resfriamento e a solidificação dos elementos dissolvidos na poça de fusão, possibilitando que a energia para a formação dos óxidos estáveis de titânio, alumínio e vanádio fosse minimizada, permitindo, respectivamente, sua formação conforme apresentado nos diagramas de fases composicionais da Figura 4.21, Figura 4.22 e Figura 4.23, bem como nos dados energéticos da Tabela C. 2.

Figura 4.21 – Diagrama de fases composicional dos óxidos estáveis de titânio.



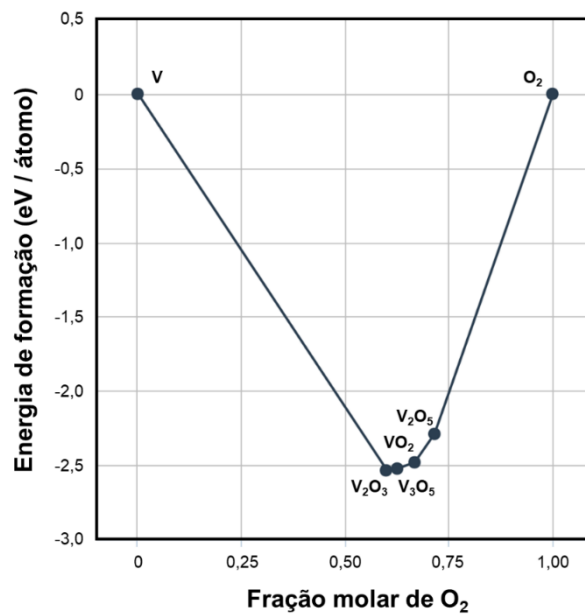
Fonte: Adaptado de Materials Project (2022).

Figura 4.22 – Diagrama de fases composicional dos óxidos estáveis de alumínio.



Fonte: Adaptado de Materials Project (2022).

Figura 4.23 – Diagrama de fases composicional dos óxidos estáveis de vanádio.



Fonte: Adaptado de Materials Project (2022).

Analisando-se os diagramas de fases composicionais dos óxidos estáveis de titânio, alumínio e vanádio das Figura 4.21, Figura 4.22 e Figura 4.23 os respectivos valores energéticos apresentados na Tabela C. 2, infere-se que a

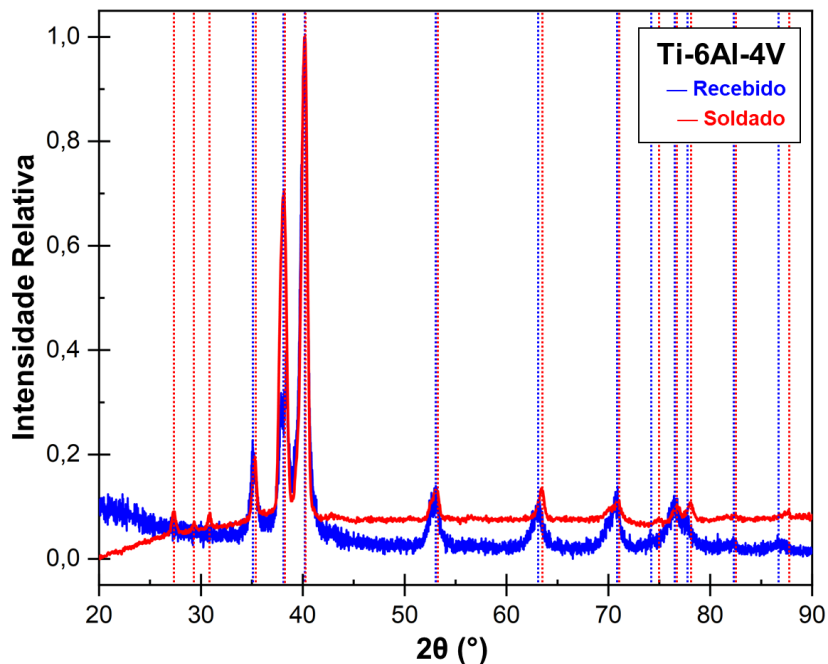
energia livre foi minimizada durante a soldagem para níveis máximos da ordem de  $-3,495$  eV / átomo.

Assim, foram formadas apenas as fases de óxidos estáveis  $\text{TiO}_2$  tetragonal ( $-3,495$  eV / átomo),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  trigonal ( $-3,427$  eV / átomo) e  $\text{VO}_2$  tetragonal ( $-2,480$  eV / átomo). Portanto, não houve favorecimento energético para a formação das demais fases, tampouco ocorreu a minimização da energia livre para níveis máximos da ordem de  $-3,500$  eV / átomo, o que possivelmente resultaria na formação da fase  $\text{TiO}_2$  monoclinica ( $-3,502$  eV / átomo).

Por outro lado, não se descarta também a hipótese de difusão intersticial de átomos de O no *bulk* do retículo cristalino na ZF do cordão de solda, dada a elevada concentração de O (10,5% at.) estimada previamente nesta região na análise por EDS realizada da Figura 4.20.

Na Figura 4.24, apresenta-se uma comparação entre os espectros de difração obtidos para a liga Ti-6Al-4V recebida e soldada.

Figura 4.24 – Espectros de difração obtidos para a liga Ti-6Al-4V recebida e soldada.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a comparação entre os espectros de difração da Figura 4.24, observa-se que, em decorrência da soldagem, houve o surgimento dos picos para os ângulos de difração 27,35°, 29,34° e 30,89°.

Inferese que os ângulos de difração identificados são possivelmente referentes às fases de óxidos estáveis de alumínio  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (27,35°) e de vanádio  $\text{VO}_2$  (29,34° e 30,89°), tendo estas fases sido formadas a partir da dissolução de  $\text{O}_2$  na poça de fusão e pela consequente oxidação em altas temperaturas (SHARIFI et al., 2019).

Por fim, destaca-se que a soldagem promoveu o surgimento de tensões residuais, as quais são evidenciadas pelos desvios relativos nos ângulos de difração observados (ANDEROGLU, 2004).

Assim, após a soldagem, houve o desvio relativo à direta dos ângulos de difração 35,24° (35,07°), 63,43° (63,10°), 71,01° (70,92°), 76,70° (76,33°), 78,08° (77,35°), ambos referentes à fase  $\alpha$  do titânio, indicando o tensionamento compressivo da rede cristalina na ZF.

## **4.2.2 Caracterização estrutural**

Os resultados da caracterização química dos cordões de solda por MO e MEV serão apresentados e discutidos para cada material a seguir.

### **4.2.2.1 Macroscopia óptica**

A macroscopia óptica realizada na seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 5 J/mm é apresentada na Figura 4.25.



Figura 4.25 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 5 J/mm.



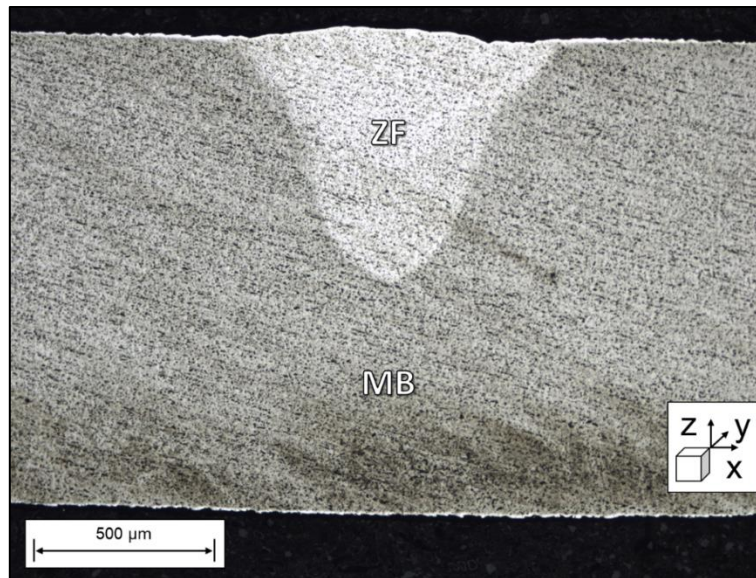
Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.25, observa-se que a geometria da ZF sugere que a soldagem a 5 J/mm ocorreu exclusivamente em regime por condução, devido à formação de uma calota hemisférica fundida próxima a superfície da chapa na qual o feixe *laser* incidiu.

Assim, considera-se que a propagação térmica resultante ocorreu, majoritariamente, na direção bidimensional (eixos x e y) orientada em relação à superfície do cordão de solda. Além disso, pode-se dizer que o cordão de solda resultante apresenta uma geometria com seção transversal em “C”.

A macroscopia óptica realizada na seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 30 J/mm é apresentada na Figura 4.26.

Figura 4.26 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 30 J/mm.



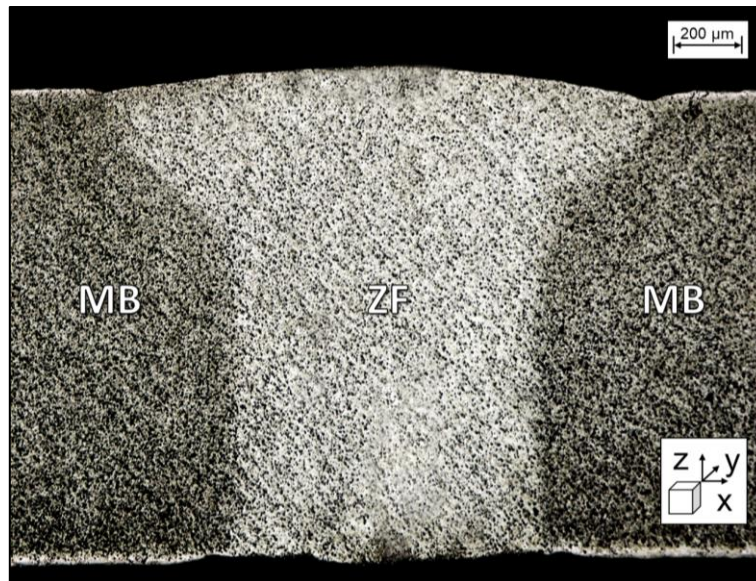
Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.26, observa-se que a geometria da ZF resultante sugere que a soldagem a 30 J/mm ocorreu na transição do regime de condução para o regime por penetração (*keyhole*).

Logo, observou-se a formação de uma calota hemisférica fundida próximo a superfície da chapa na qual o feixe *laser* incidiu, seguida pelo aprofundamento da raiz do cordão de solda por meio do *keyhole* formado em direção à extremidade oposta da chapa (isto é, em direção ao eixo z). Portanto, considera-se que a propagação térmica resultante ocorreu tridimensional e proporcionalmente nas direções dos eixos x, y e z. Além disso, pode-se dizer que o cordão de solda resultante apresentou uma geometria com seção transversal em “U”.

A macroscopia óptica realizada na seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 65 J/mm é apresentada na Figura 4.27.

Figura 4.27 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 65 J/mm.

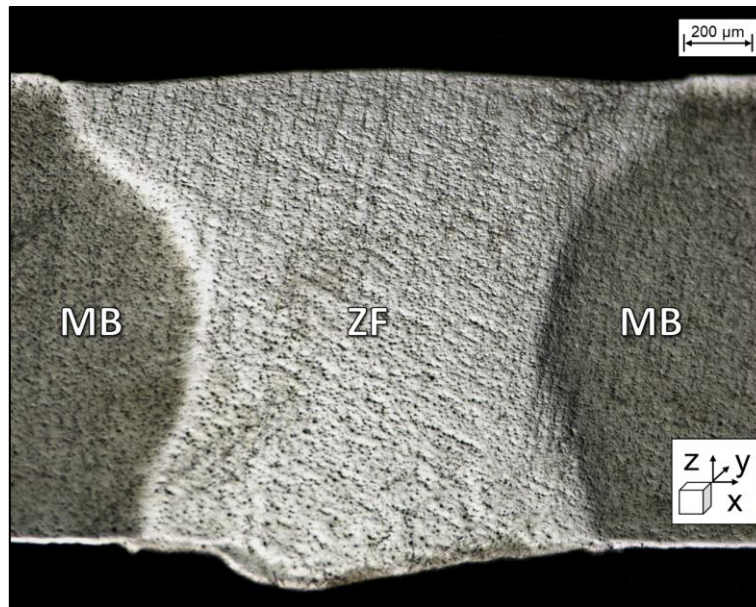


Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.27, observa-se que a geometria da ZF resultante sugere que a soldagem a 65 J/mm ocorreu em regime por penetração, sendo a propagação térmica acentuada na direção do eixo z devido ao aprofundamento do *keyhole* observado, quando comparado ao caso anterior da Figura 4.26. Nota-se também que houve uma moderada condução térmica na superfície da chapa em direção ao eixo x, alargando o cordão de solda. Conseqüentemente, considera-se que o cordão de solda resultante apresentou uma geometria com seção transversal em “T”.

A macroscopia óptica realizada na seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 90 J/mm é apresentada na Figura 4.28.

Figura 4.28 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 90 J/mm.



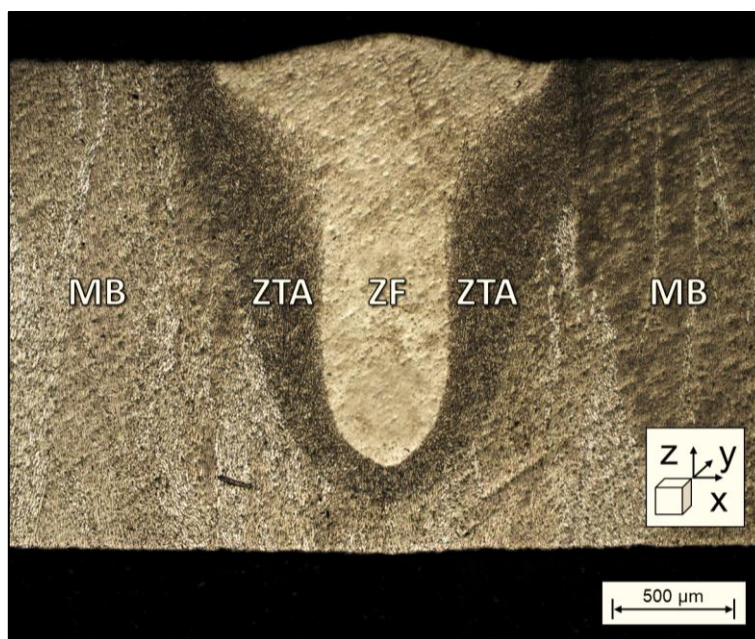
Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.28, observa-se que, devido ao aumento do aporte  $A_t$  para valores da ordem de 90 J/mm ou superiores, a geometria da ZF resultante exibiu uma penetração excessiva na raiz do cordão de solda, resultando na condução térmica acentuada em direção ao eixo x em ambas as superfícies da chapa, havendo a formação de excesso de metal na raiz do cordão de solda e de meniscos superficiais. Assim, considera-se que o cordão de solda resultante apresentou uma geometria com seção transversal em “X”.

A macroscopia óptica realizada na seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 20 J/mm é apresentada na Figura 4.29.



Figura 4.29 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 20 J/mm.



Fonte: Produção do autor.

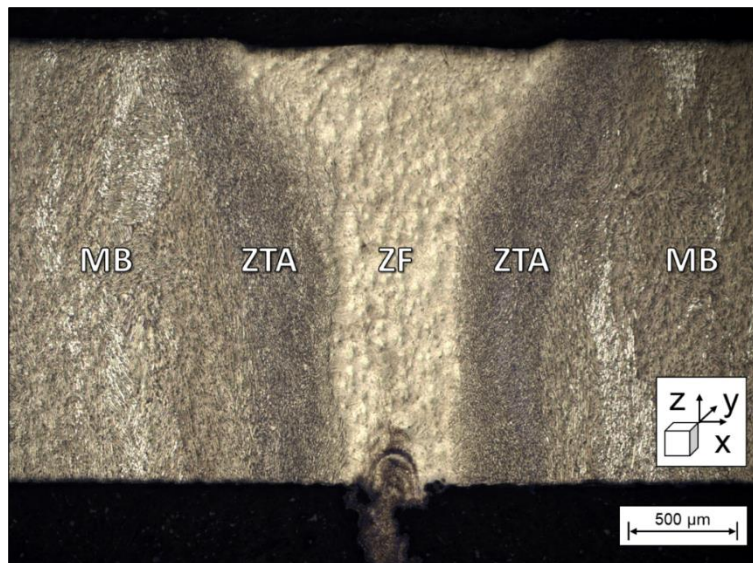
Analisando-se a Figura 4.29, observa-se que a geometria da ZF sugere que a soldagem a 20 J/mm ocorreu no regime por penetração (*keyhole*).

O mecanismo de transferência de calor por condução térmica possibilitou a formação de uma calota hemisférica fundida próximo a superfície da chapa soldada na qual o feixe *laser* incidiu, indicando a propagação térmica em direção ao eixo x e a formação de uma ZTA significativa.

Por outro lado, também se observa a formação de um canal cilíndrico pronunciado do tipo *keyhole*, o qual se estende majoritariamente em direção à profundidade da espessura da chapa soldada (isto é, na direção do eixo z), oposta à superfície na qual o feixe *laser* incidiu. Consequentemente, pode-se dizer que o cordão de solda resultante possui uma geometria com seção transversal em “T”.

A macroscopia óptica realizada na seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 25 J/mm é apresentada na Figura 4.30.

Figura 4.30 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 25 J/mm.

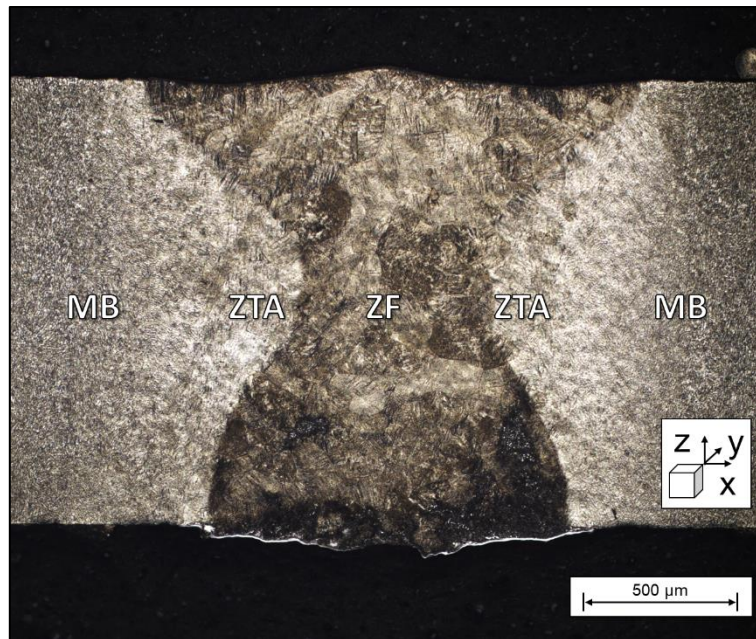


Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.30, observa-se que a geometria da ZF resultante sugere que, uma vez atingida a penetração total do *keyhole* até a espessura da chapa, ocorrerá a propagação acentuada na direção do eixo x, aumentando a extensão da ZTA ao redor de toda a seção transversal do cordão de solda.

Assim, a macroscopia óptica realizada na seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 70 J/mm é apresentada na Figura 4.31.

Figura 4.31 – Macrografia da seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 70 J/mm.



Fonte: Produção do autor.

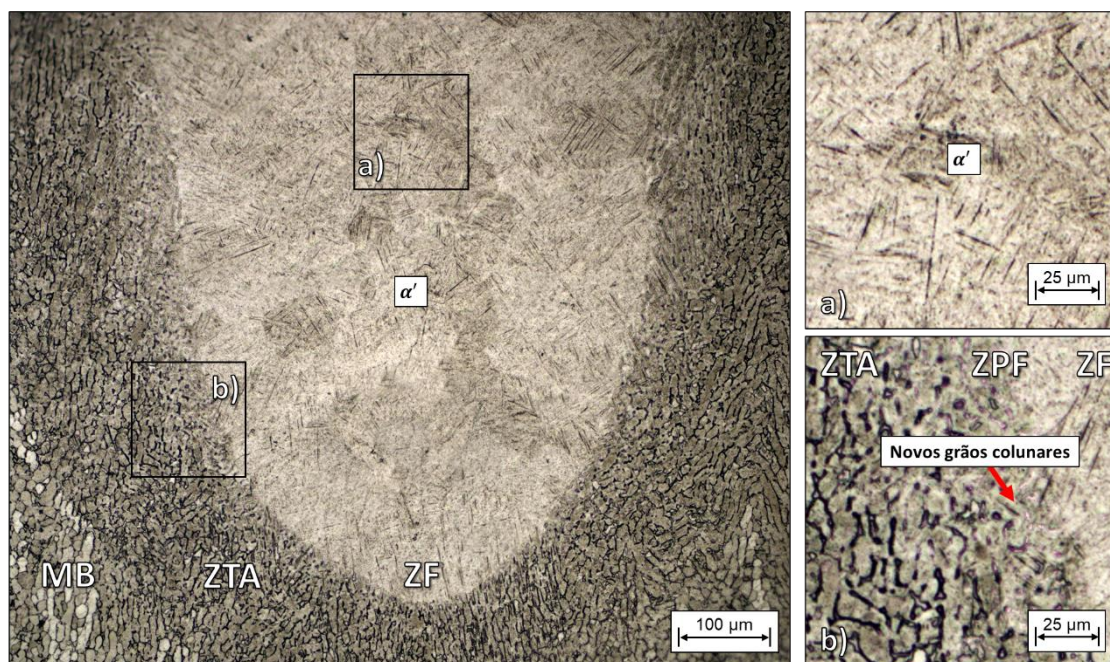
Analisando-se a Figura 4.31, observa-se na ZF resultante a formação simultânea de calotas hemisféricas próximas à superfície e à raiz do cordão de solda, indicando que a propagação térmica resultante foi acentuada na direção do eixo x, ocasionando o aumento expressivo da ZTA e das calotas hemisféricas fundidas em ambas as superfícies. Conseqüentemente, pode-se dizer que o cordão de solda resultante possui uma geometria com seção transversal em “X”.

#### 4.2.2.2 Microscopia óptica

Realizou-se a microscopia óptica na seção transversal do cordão de solda obtido a 20 J/mm para a liga Ti-6Al-4V, cuja microestrutura resultante é apresentada na Figura 4.32.



Figura 4.32 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda obtido a 20 J/mm para a liga Ti-6Al-4V.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.32, observa-se que a microestrutura na ZF do cordão de solda obtido a 20 J/mm para a liga Ti-6Al-4V é constituída pela fase acicular martensítica  $\alpha'$ . Considera-se que a fase  $\alpha'$  foi formada a partir de uma solução sólida supersaturada, sendo majoritariamente substitucional (devido aos elementos dissolvidos na poça de fusão) e parcialmente intersticial (devido aos elementos atmosféricos introduzidos na poça de fusão) (BU et al., 2021).

Portanto, a fase  $\alpha'$  apresenta microconstituintes martensíticos típicos das ligas de titânio  $\alpha + \beta$ , tais como maclas, ripas e/ou agulhas martensíticas finas, formadas a partir do resfriamento rápido da fase  $\beta$  na poça de fusão durante seu resfriamento e solidificação, podendo a fase  $\beta$  permanecer retida entre os microconstituintes martensíticos formados (BU et al., 2021).

Ademais, observa-se no detalhe da letra b), na interface entre a ZF e a ZTA o surgimento de uma região de transição microestrutural denominada zona



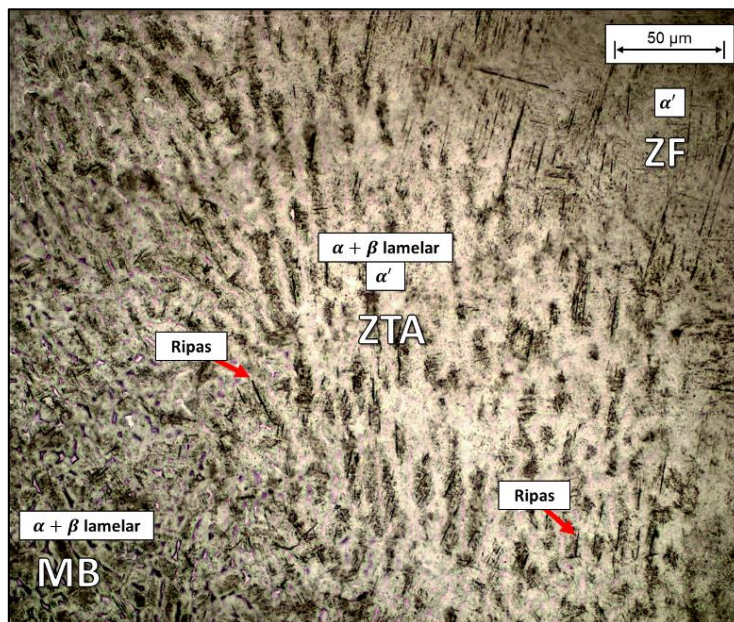
parcialmente fundida (ZPF), na qual os grãos colunares foram localmente fundidos e ressolidificados (CAO et al., 2011).

Assim, na ZPF, evidencia-se a formação de novos grãos colunares das fases  $\alpha$  lamelar e  $\beta$  intergranular (ou interlamelar), cuja nucleação e crescimento foram preferencialmente orientados em uma frente planar orientada na direção do fluxo térmico resultante da soldagem (CAO et al., 2011).

Na ZTA, destaca-se que sua microestrutura é também constituída por grãos colunares das fases  $\alpha$  lamelar e  $\beta$  intergranular (ou interlamelar), porém com tamanhos inferiores aos grãos observados para o MB inalterado adjacente (CAO et al., 2011).

Além disso, ao longo da extensão da ZTA, também se evidenciam microconstituintes martensíticos finos da fase  $\alpha'$  dispersos, resultantes da liquefação localizada de fases sólidas em regiões de contornos de grãos, posteriormente submetidas às elevadas taxas de resfriamento durante a soldagem, conforme detalhado na Figura 4.33 (CAO et al., 2011).

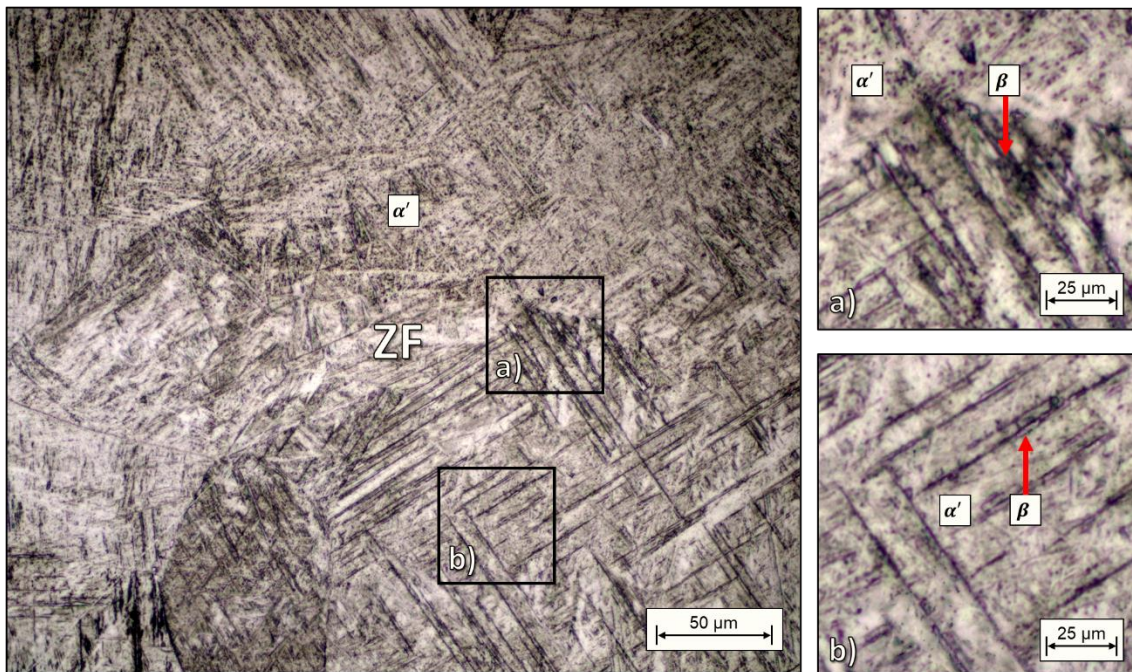
Figura 4.33 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda obtido a 20 J/mm para a liga Ti-6Al-4V.



Fonte: Produção do autor.

Realizou-se também a microscopia óptica na seção transversal do cordão de solda obtido a 90 J/mm para a liga Ti-6Al-4V, sendo este aporte  $A_t$  muito superior ao aporte  $A_t$  de 20 J/mm empregado anteriormente. Assim, a microestrutura do cordão de solda resultante é apresentada na Figura 4.34.

Figura 4.34 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda obtido a 90 J/mm para a liga Ti-6Al-4V.



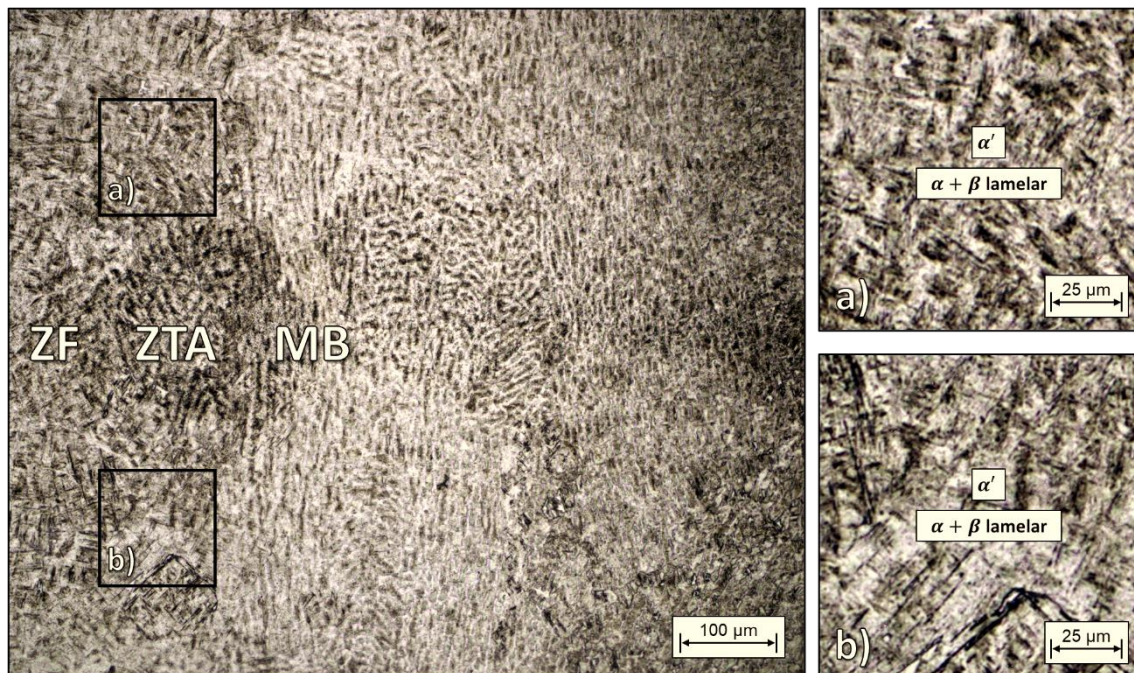
Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.34, observa-se que, devido ao aumento do aporte  $A_t$  empregado, a microestrutura resultante na ZF do cordão de solda obtido a 90 J/mm para a liga Ti-6Al-4V, embora também constituída pela fase  $\alpha'$ , apresenta tamanhos dos microconstituintes martensíticos e frações volumétricas da fase  $\beta$  retida superiores aos observados na Figura 4.32 para o cordão de solda obtido a 20 J/mm.

Para avaliar a influência do aporte  $A_t$  de 90 J/mm sobre a microestrutura da ZTA e sua extensão, apresenta-se a Figura 4.35.



Figura 4.35 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda obtido a 90 J/mm para a liga Ti-6Al-4V.



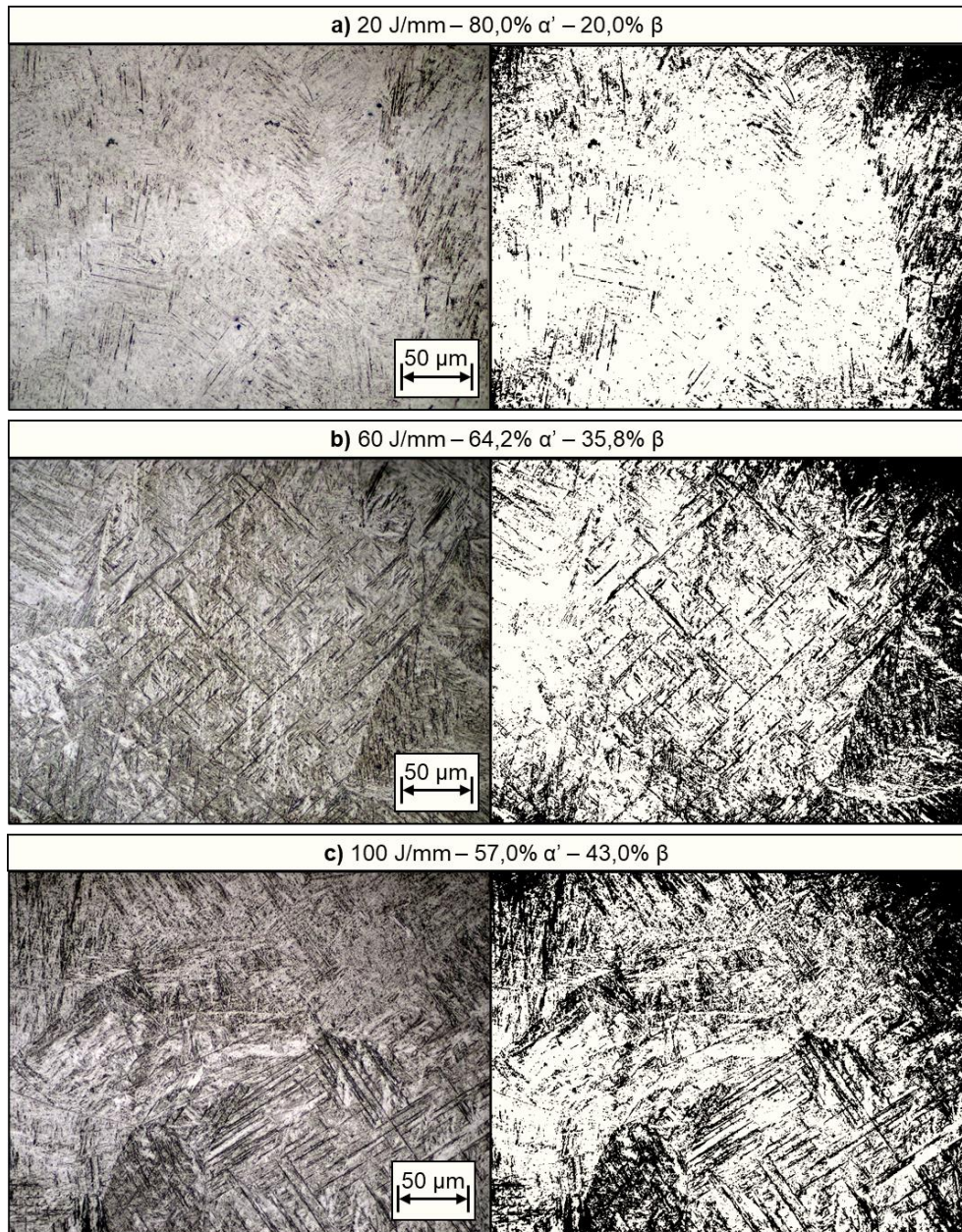
Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.35, observa-se também os microconstituintes martensíticos finos da fase  $\alpha'$  dispersos ao longo da extensão da ZTA.

Por fim, a macroscopia óptica realizada na seção transversal da zona fundida cordões de solda da liga Ti-6Al-4V para diferentes aportes térmicos em modo de soldagem por penetração é comparada na Figura 4.36, com o objetivo de determinar as respectivas frações volumétricas das fases  $\alpha'$  e  $\beta$ .



Figura 4.36 – Macrografia realizada na seção transversal dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V para diferentes aportes térmicos em modo de soldagem a laser por penetração.



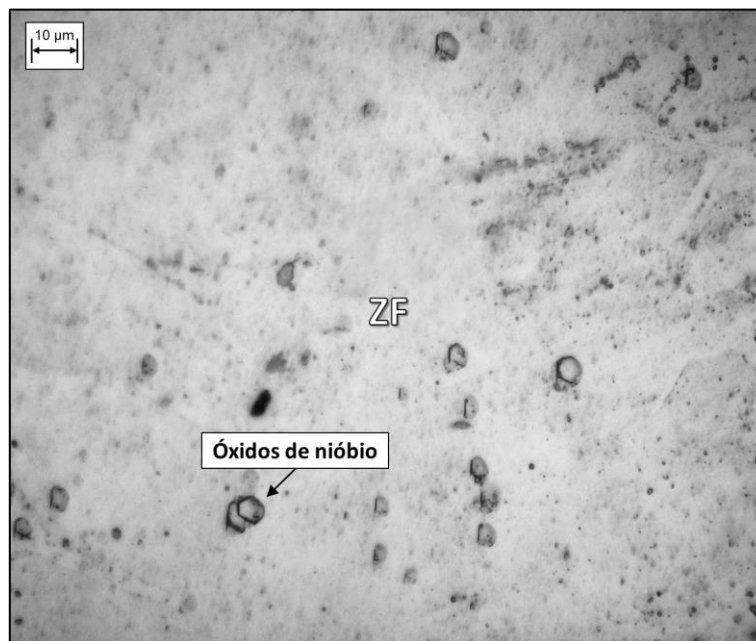
Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.36, observa-se que, em decorrência do aumento do aporte  $A_t$ , aumenta-se a fração volumétrica da fase  $\beta$  retida a partir do resfriamento rápido. Além disso, pode-se afirmar, de modo geral, que o aumento do aporte  $A_t$  promove o aumento de tamanho dos microconstituintes

martensíticos resultantes, isto é, aumentando a espessura das maclas e ripas formadas na ZF, oriundas da soldagem (KUMAR et al., 2020).

A microscopia óptica realizada na seção transversal da ZF do cordão de solda obtido para o nióbio a 75 J/mm é apresentada na Figura 4.37.

Figura 4.37 – Micrografia da seção transversal da zona fundida do cordão de solda obtido para o nióbio a 75 J/mm.



Fonte: Produção do autor.

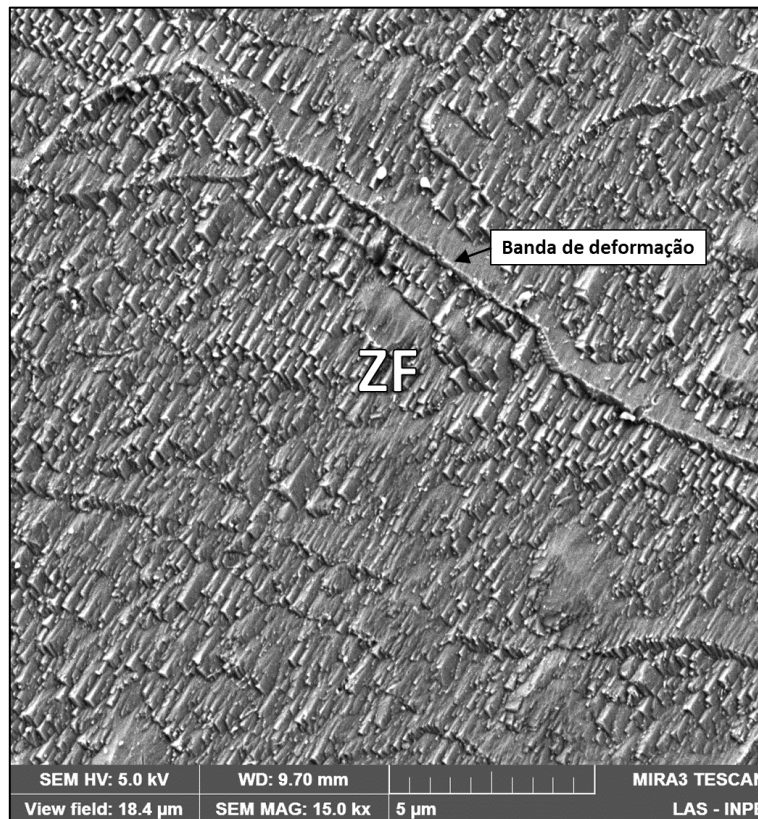
Analisando-se a Figura 4.37, observa-se que houve na ZF do cordão de solda obtido a 75 J/mm para o nióbio a precipitação das fases de óxidos de nióbio NbO e Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> com morfologia prismática.

A formação destas fases possivelmente resultou da dissolução do O<sub>2</sub> atmosférico para o interior da poça de fusão, a despeito do fluxo superficial de gás argônio utilizado durante a soldagem, conforme identificado previamente nas análises de EDS (Figura 4.15) e DRX (Figura 4.16) realizadas.

### 4.2.2.3 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 25 J/mm é apresentada na Figura 4.38.

Figura 4.38 – Microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal do cordão de solda de nióbio obtido a 25 J/mm.



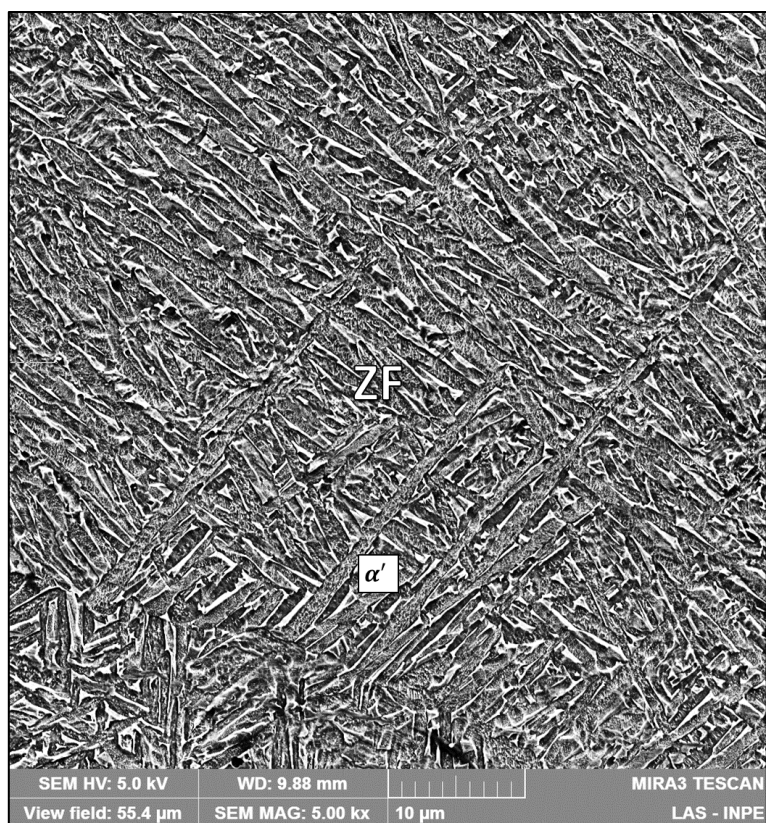
Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.38, observa-se o surgimento na ZF do cordão de solda de nióbio obtido a 25 J/mm de bandas de deformação, as quais são resultantes da rápida fusão e solidificação do metal líquido após a soldagem e consequente deformação plástica resultante (SANDIM et al., 2003). Além disso, evidencia-se que, a despeito das bandas de deformação geradas, a microestrutura na ZF preservou a morfologia inicial dos grãos de nióbio.

A microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal do cordão de solda obtido a 25 J/mm para a liga Ti-6Al-4V é apresentada na Figura 4.39.



Figura 4.39 – Microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal do cordão de solda obtido a 25 J/mm para a liga Ti-6Al-4V.

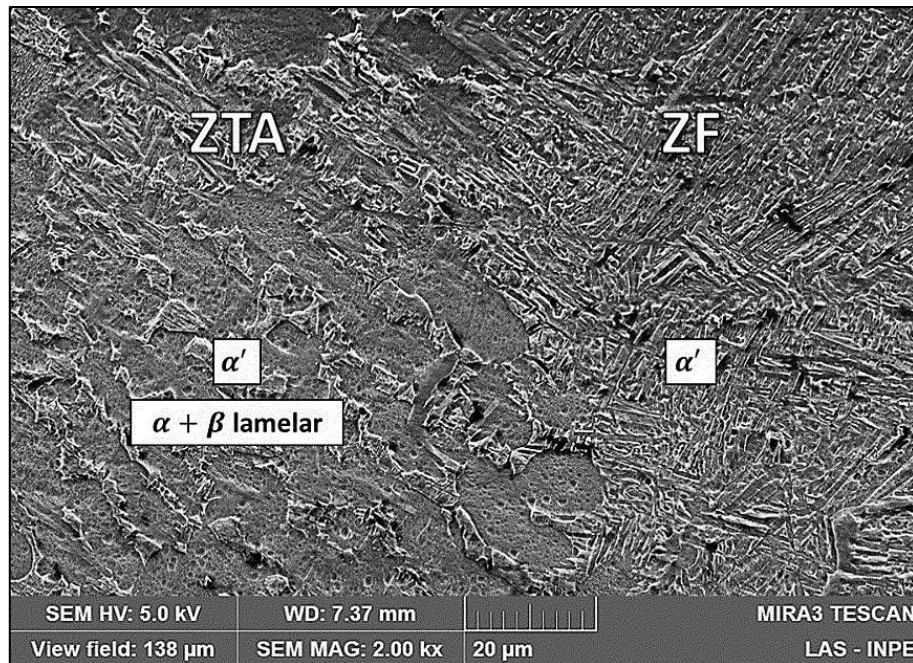


Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.39, observa-se que a microestrutura da ZF do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 25 J/mm é essencialmente martensítica, sendo constituída pelas fase  $\alpha'$  e  $\beta$  retida em regiões de contornos (BU et al., 2021). Assim, evidenciam-se os microconstituintes martensíticos típicos de maclas e ripas martensíticas finas, com espessuras da ordem de 1  $\mu\text{m}$ .

De modo a avaliar a região de transição microestrutural formada entre a ZF e ZTA, apresenta-se a Figura 4.40.

Figura 4.40 – Microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal do cordão de solda obtido a 25 J/mm para a liga Ti-6Al-4V.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.40, observa-se que ao longo de toda extensão da ZTA, evidenciam-se os microconstituintes martensíticos finos da fase  $\alpha'$  dispersos entre as colônias lamelares do tipo  $\alpha + \beta$  (CAO et al., 2011), os quais foram previamente identificados na Figura 4.32.

### 4.2.3 Caracterização mecânica

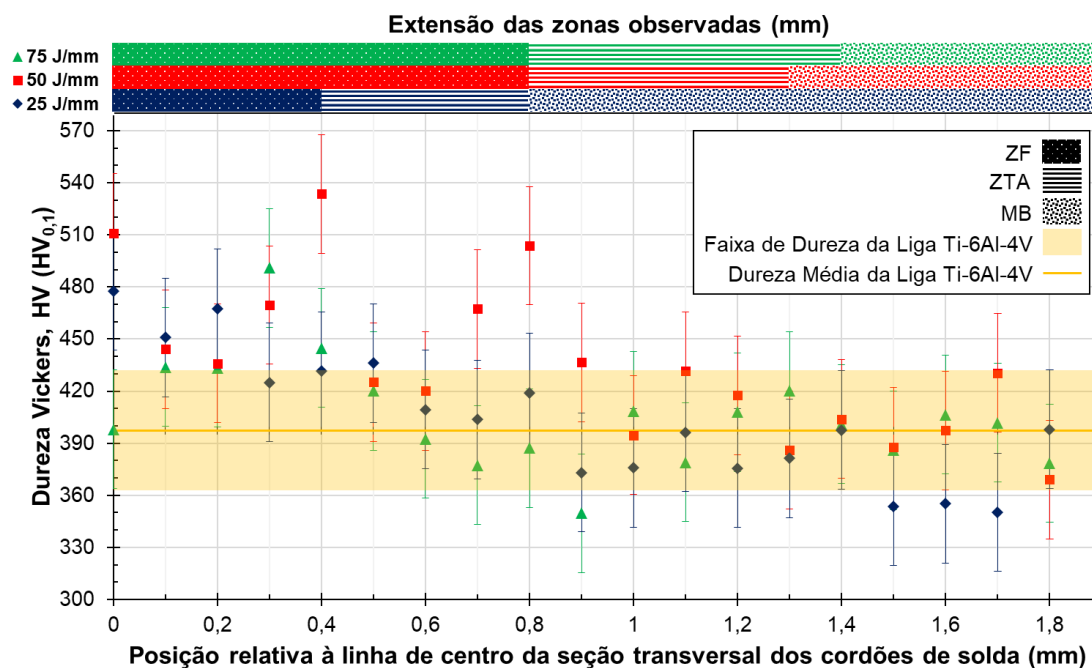
Os resultados da caracterização mecânica dos cordões de solda por meio do ensaio de dureza Vickers serão apresentados e discutidos a seguir.

#### 4.2.3.1 Ensaio de dureza Vickers

O perfil de dureza Vickers dos cordões de solda obtidos para a liga Ti-6Al-4V sob diferentes aportes térmicos é apresentado na Figura 4.41. Nela, são indicadas as extensões médias observadas da ZF e ZTA observadas, bem como o limiar do MB inalterado.



Figura 4.41 – Perfil de dureza Vickers dos cordões obtidos na soldagem a laser da liga Ti-6Al-4V para diferentes aportes térmicos.



Fonte: Produção do autor.

Em seguida, os valores de dureza Vickers observados na soldagem da liga Ti-6Al-4V sob diferentes aportes foram classificados em faixas conforme a Tabela 4.5. Nela, são indicados os respectivos aumentos percentuais máximos de dureza em relação à dureza Vickers média do material recebido.

Tabela 4.5 – Faixas de dureza Vickers observada para os cordões de solda obtidos para a liga Ti-6Al-4V para diferentes aportes térmicos.

| Aporte térmico | ZF                      |                        | ZTA                     |                        | MB                      |                        |
|----------------|-------------------------|------------------------|-------------------------|------------------------|-------------------------|------------------------|
|                | HV (HV <sub>0,1</sub> ) | % Aumento <sup>1</sup> | HV (HV <sub>0,1</sub> ) | % Aumento <sup>1</sup> | HV (HV <sub>0,1</sub> ) | % Aumento <sup>1</sup> |
| 25 J/mm        | 477,7 – 424,9           | 10,7%                  | 436,1 – 403,7           | 1,1%                   | 419,0 – 350,2           | – 2,9%                 |
| 50 J/mm        | 533,6 – 420,0           | 23,7%                  | 503,7 – 386,0           | 16,8%                  | 430,4 – 369,1           | – 0,2%                 |
| 75 J/mm        | 490,9 – 348,0           | 13,8%                  | 420,1 – 349,6           | – 2,6%                 | 406,3 – 361,2           | – 5,8%                 |

Nota<sup>1</sup>: O aumento percentual é máximo, sendo relativo à dureza Vickers média de 397,3 ± 34,1 HV<sub>0,1</sub> obtida previamente com microindentador para a liga Ti-6Al-4V recebida.

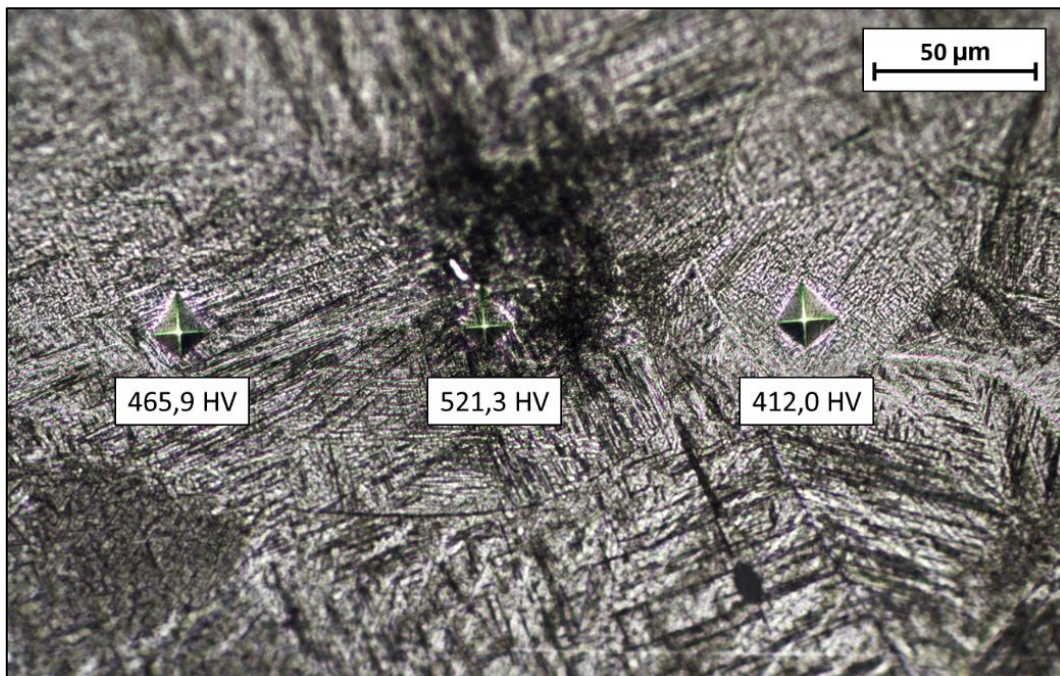
Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.41 e a Tabela 4.5, observa-se que, para todos os aportes térmicos empregados, houve o aumento moderado dos níveis de dureza Vickers na ZF.

Para o aporte  $A_t$  de 50 J/mm, foram observados os maiores níveis de dureza Vickers, sendo os máximos aumentos percentuais calculados de 23,7% e 16,8%, respectivamente para a ZF e a ZTA.

Assim, evidenciou-se que os elevados níveis de dureza Vickers obtidos para o aporte  $A_t$  de 50 J/mm estão possivelmente associados à presença de maiores frações volumétricas da fase  $\beta$  retida nas regiões indentadas e suas adjacências (OH et al. 2017), conforme medido experimentalmente na Figura 4.42.

Figura 4.42 – Variação da dureza Vickers na zona fundida da liga Ti-6Al-4V após a soldagem sob o aporte térmico de 50 J/mm.



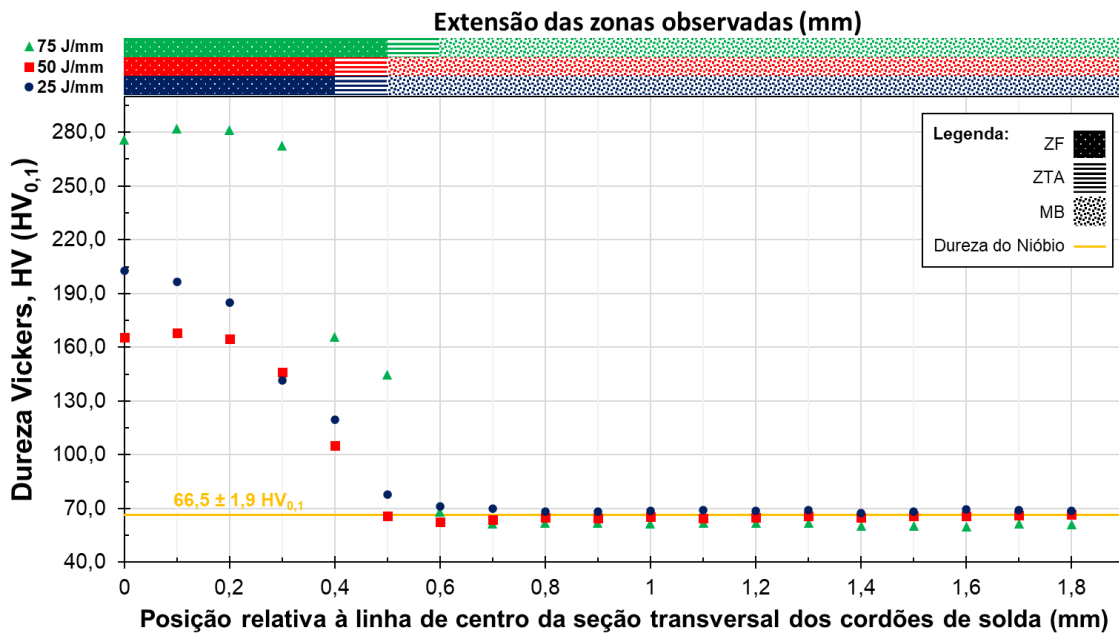
Fonte: Produção do autor.

Para o aporte  $A_t$  de 75 J/mm, os níveis de dureza Vickers observados foram inferiores aos obtidos para o aporte  $A_t$  de 50 J/mm.

Isto possivelmente ocorreu pois, devido às mais altas temperaturas atingidas durante a soldagem para este aporte  $A_t$ , a taxa de resfriamento foi mais lenta, possibilitando a formação de microconstituintes martensíticos com tamanhos de ripas e/ou agulhas maiores na ZF e na ZTA, os quais possuem menor dureza associada, ou ainda eventual transformação da fase  $\alpha'$  em  $\alpha$  (OH et al. 2017).

O perfil de dureza Vickers dos cordões obtidos na soldagem do nióbio para diferentes aportes térmicos é apresentado na Figura 4.43. Nela, também são indicadas as extensões aproximadas da ZF e da ZTA observadas, bem como o limiar do MB inalterado.

Figura 4.43 – Perfil de dureza Vickers dos cordões obtidos na soldagem do nióbio para diferentes aportes térmicos.



Fonte: Produção do autor.

Na sequência, os valores de dureza Vickers observados para cada aporte  $A_t$  empregado na soldagem do nióbio foram classificados em faixas conforme a Tabela 4.6. Nela, são indicados os respectivos aumentos percentuais máximos de dureza em relação à dureza Vickers média do material recebido.

Tabela 4.6 – Faixas de dureza Vickers observada para os cordões de solda obtidos para o nióbio para diferentes aportes térmicos.

| Aporte térmico | ZF                          |                      | ZTA                         |                      | MB                          |                      |
|----------------|-----------------------------|----------------------|-----------------------------|----------------------|-----------------------------|----------------------|
|                | Dureza (HV <sub>0,1</sub> ) | Aumento <sup>1</sup> | Dureza (HV <sub>0,1</sub> ) | Aumento <sup>1</sup> | Dureza (HV <sub>0,1</sub> ) | Aumento <sup>1</sup> |
| 25 J/mm        | 202,7 – 77,7                | 196,3%               | 77,7 – 71,0                 | 13,6%                | 71,0 – 67,7                 | 3,8%                 |
| 50 J/mm        | 168,0 – 105,3               | 145,6%               | 105,3 – 66,0                | 53,9%                | 66,0 – 62,7                 | - 3,5%               |
| 75 J/mm        | 282,0 – 144,6               | 312,3%               | 144,6 – 68,3                | 111,4%               | 68,3 – 59,7                 | - 0,1%               |

Nota<sup>1</sup>: O aumento percentual é máximo, sendo relativo à dureza Vickers média de 66,5 ± 1,9 HV<sub>0,1</sub> obtida previamente com microindentador para o nióbio recebido.

Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.43 e a Tabela 4.6, observa-se que, para todos os aportes térmicos empregados, também ocorreu o aumento significativo dos níveis de dureza Vickers na ZF e na ZTA.

Para o aporte A<sub>t</sub> de 75 J/mm, foram observados os maiores níveis de dureza Vickers, sendo os máximos aumentos percentuais calculados de 312,3% e 111,4%, respectivamente para a ZF e a ZTA.

O aumento expressivo dos níveis de dureza Vickers obtidos para a ZF e a ZTA com o aumento do aporte A<sub>t</sub> empregado, possivelmente resultou da dissolução do O<sub>2</sub> para o interior da poça de fusão, a despeito do fluxo superficial de gás argônio utilizado durante a soldagem (SCOTT; KNOWLSON, 1963), conforme identificado nas análises de EDS (Figura 4.15) e DRX (Figura 4.16) realizadas previamente.

Assim, uma vez que a poça de fusão se manteve aquecida acima do ponto de fusão do nióbio (2468°C) por tempo suficiente, um teor significativo de O<sub>2</sub> foi possivelmente dissolvido homogeneamente através desta.

Conseqüentemente, o oxigênio elementar foi difundido termicamente durante o resfriamento e a solidificação da poça de fusão, ficando aprisionado nos interstícios do retículo cristalino do nióbio resolidificado, distorcendo-o e

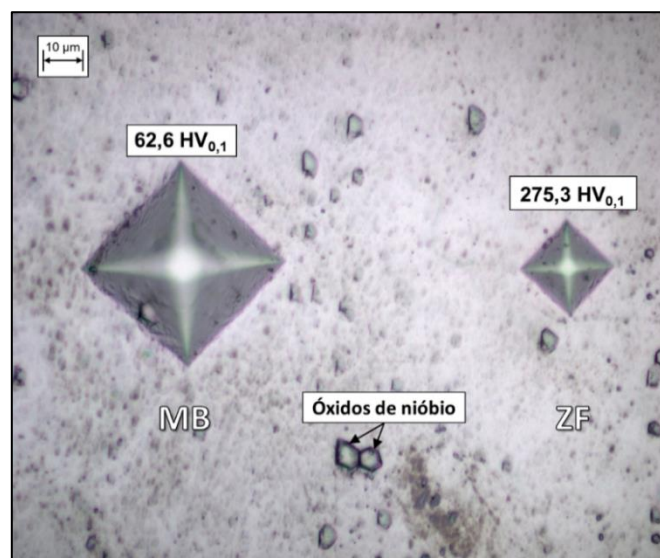
promovendo o endurecimento da ZF e da ZTA (ou seja, o respectivo aumento nos níveis de dureza observados nestas regiões) (SCOTT; KNOWLSON, 1963).

Além disso, é sabido que, para temperaturas acima de 1400°C, a oxidação do nióbio consiste em uma reação exotérmica, cuja energia de formação reduz exponencialmente com o aumento de temperatura. Portanto, durante a fusão acima de 2468°C, o O<sub>2</sub> dissolvido pode ter reagido quimicamente com o nióbio na poça de fusão, provavelmente formando óxidos estáveis de nióbio, tais como NbO, NbO<sub>2</sub> e/ou Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (KLOPP; SIMS; JAFFEE, 1957).

Sabe-se que os óxidos de nióbio, quando homogeneamente dispersos na estrutura da ZF e da ZTA, contribuem para o endurecimento por dispersão do nióbio e para o respectivo aumento dos níveis de dureza observados nestas regiões (SCOTT; KNOWLSON, 1963), o que pode, inclusive, ser deletério às propriedades de resistência à tração do cordão de solda resultante.

Este fenômeno de endurecimento da ZF dos cordões de solda de nióbio por meio da dispersão de óxidos de nióbio precipitados foi observado experimentalmente por meio do ensaio de microdureza Vickers, sendo apresentado na Figura 4.44.

Figura 4.44 – Endurecimento por dispersão dos óxidos de nióbio precipitados na ZF do cordão de solda de nióbio.



Fonte: Produção do autor.



### 4.3 Terceira fase: Implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT)

Nesta fase, serão apresentados e discutidos os resultados das caracterizações cristalográfica e da composição química, estrutural e mecânica de dureza dos cordões de solda tratados por 3IP-AT para cada material.

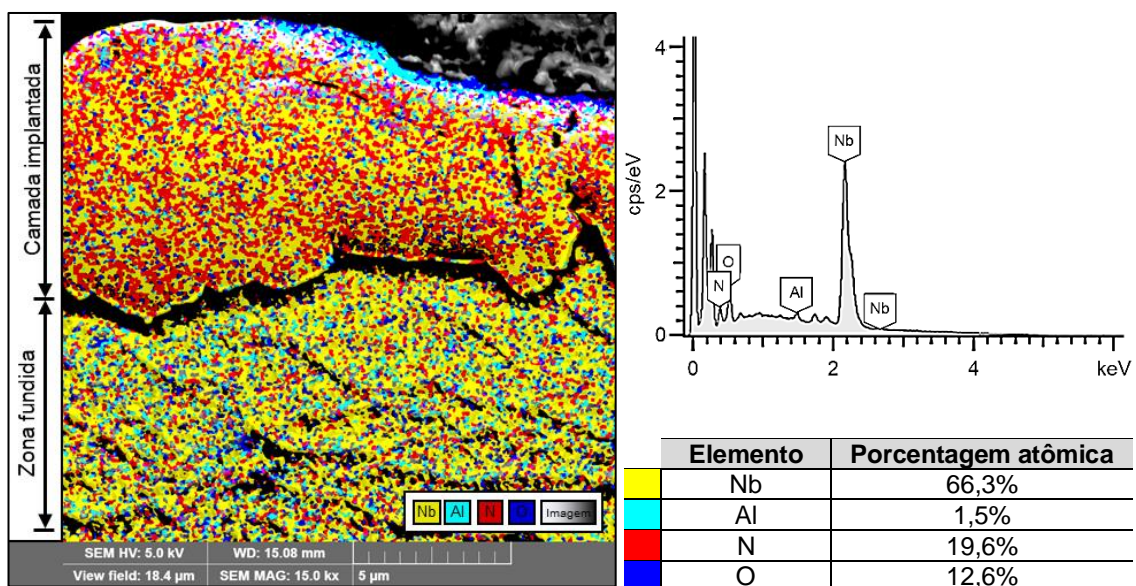
#### 4.3.1 Caracterização cristalográfica e da composição química

Os resultados da caracterização cristalográfica e da composição química por EDS e DRX dos cordões de solda tratados por 3IP-AT para cada material serão apresentados e discutidos a seguir.

##### 4.3.1.1 Nióbio metálico

O mapa de composições e o espectro de energia dispersiva dos elementos presentes nas proximidades da camada implantada formada sobre a superfície do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT é apresentado na Figura 4.45.

Figura 4.45 – Mapa de composições e espectro de energia dispersiva dos elementos presentes nas proximidades da camada implantada do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

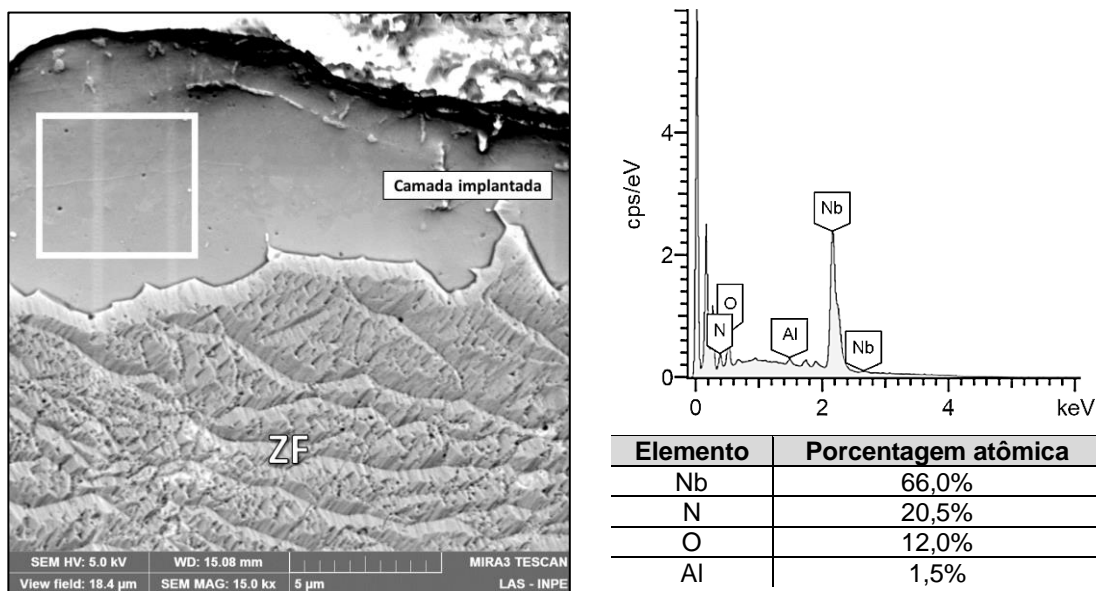
Analisando-se a Figura 4.45, observa-se na região da camada implantada uma distribuição homogênea dos elementos Nb, N e O. Este arranjo elementar é resultante do tratamento 3IP-AT, no qual ocorreu a implantação iônica de um teor de 19,6% de átomos de N na superfície do cordão de solda, bem como a difusão dos demais elementos previamente presentes na ZF para esta região.

O arranjo de distribuição elementar observado sugere a formação de uma camada implantada composta por nitretos de nióbio do tipo  $Nb_xN_y$ , oxinitretos de nióbio do tipo  $NbO_xN_y$  e/ou óxidos de nióbio do tipo  $Nb_xO_y$  (HOSHIDA, 2019).

Ademais, evidencia-se que o N implantado na superfície do cordão de solda foi difundido termicamente para o *bulk* da ZF, ocupando homogeneamente os interstícios e/ou vacâncias do retículo cristalino nesta região, possivelmente correspondendo à solução sólida  $\alpha-Nb(N)$  (HOSHIDA, 2019).

Em seguida, foi realizada a análise por EDS na região da camada implantada formada sobre a superfície do cordão de solda de nióbio, de modo a estimar semi-quantitativamente sua composição química, conforme apresentado na Figura 4.46.

Figura 4.46 – EDS analisada na região da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.46, reforça-se a hipótese de que a camada implantada seja composta pelas fases de nitretos de nióbio do tipo  $Nb_xN_y$ , oxinitretos de nióbio do tipo  $NbO_xN_y$  e/ou óxidos de nióbio do tipo  $Nb_xO_y$  (HOSHIDA, 2019), devido ao teor dos elementos N (20,5% at.%) e O (12,0% at.%) estimados nesta região.

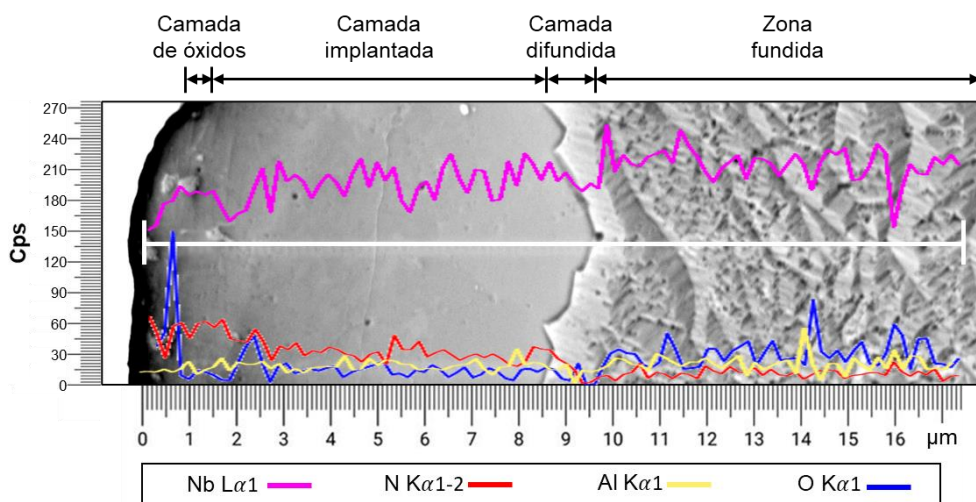
Ademais, a presença do oxigênio elementar identificado na camada implantada é um indício da difusão deste elemento a partir da ZF do cordão de solda. Durante a soldagem, embora tenha sido empregado um fluxo constante de gás argônio para a proteção oxidativa da poça de fusão, pode ter ocorrido apenas a redução parcial da dissolução de elementos oriundos da atmosfera na ZF, os quais ficaram aprisionados no retículo cristalino do cordão de solda (GUPTA et al., 2020).

Outro fator que pode ter contribuído para a presença do oxigênio elementar na camada implantada seria o teor residual de átomos e/ou moléculas adsorvidas nas paredes internas da câmara do tratamento 3IP-AT, apesar de seu condicionamento prévio em vácuo, segundo estudado por Oliveira et al. (2019).

Finalmente, foi realizada a análise por EDS com varredura linear ao longo da camada implantada sobre a superfície cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT, conforme apresentado na Figura 4.47.



Figura 4.47 – Espectro de energia dispersiva analisado linearmente ao longo da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

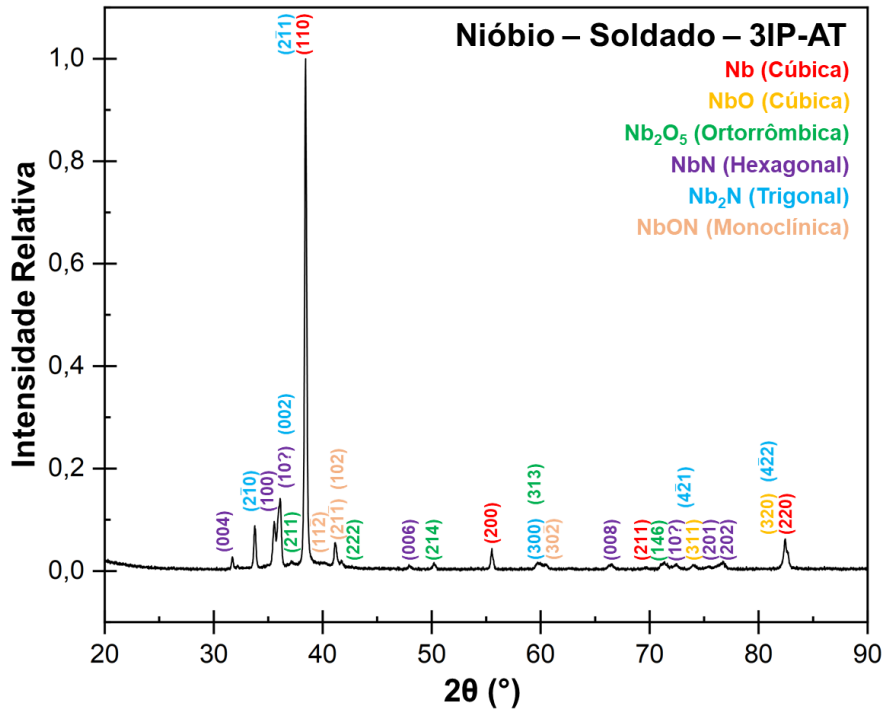
Analisando-se a Figura 4.47, evidencia-se que as maiores contagens espectrais dos elementos O e N para a faixa de 0 – 1 μm contribuem para a hipótese de formação de uma camada superficial submicrométrica composta por óxidos de nióbio do tipo  $Nb_xO_y$  e/ou oxinitretos de nióbio do tipo  $NbO_xN_y$  (HOSHIDA, 2019).

A partir da varredura linear, supõe-se que tenha ocorrido a formação de uma camada difundida na faixa espectral de 8 – 10 μm, a qual possui composição química distinta da ZF (KERTSCHER; BRUNATTO, 2020). Esta hipótese é reforçada pelas menores contagens observadas para os elementos Al, N e O nesta faixa espectral.

Portanto, infere-se que o N implantado na superfície do cordão de solda, bem como os elementos Al e O previamente presentes nas proximidades de sua superfície, foram difundidos termicamente durante o tratamento 3IP-AT para o *bulk* da ZF, conforme indicado na Figura 4.47 pela faixa espectral de 10 – 16 μm (KERTSCHER; BRUNATTO, 2020). Destaca-se, inclusive, o aumento nas contagens espectrais observado para estes elementos nesta faixa espectral.

O espectro de difração de raios X e os dados cristalográficos obtidos para o cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT são apresentados na Figura 4.48 e na Tabela B. 5, respectivamente.

Figura 4.48 – Espectro de difração de raios X do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se o espectro de difração de raios X da Figura 4.48 e os dados cristalográficos da Tabela B. 5 observados e calculados para o nióbio soldado e tratado por 3IP-AT, evidencia-se a formação das fases estáveis de nitretos de nióbio NbN hexagonal (fase  $\eta$ ) e Nb<sub>2</sub>N trigonal (fase  $\beta$ ), bem como a fase de oxinitreto de nióbio NbON monoclínica, cujos picos e famílias de planos identificados possuem suas respectivas posições, intensidades difratadas e distâncias interplanares calculadas compatíveis com as indicadas nas referências mp-2634, mp-1079585 e mp-7596, respectivamente.

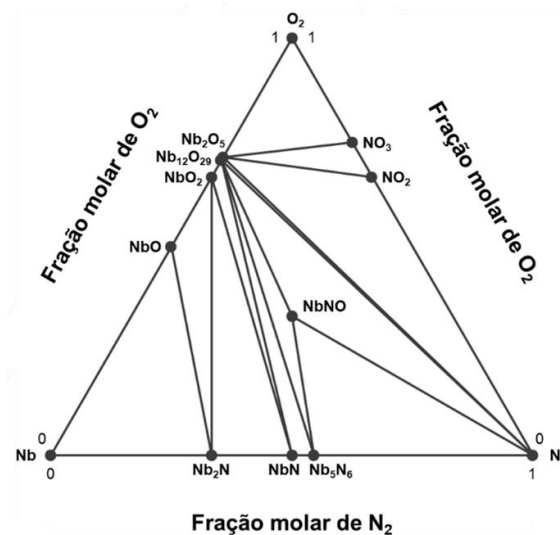
Assim, confirmou-se a hipótese de que a camada implantada possua uma estrutura majoritariamente composta por distintas frações volumétricas das fases

estáveis de nitretos de nióbio NbN hexagonal e Nb<sub>2</sub>N trigonal, bem como da fase de oxinitreto de nióbio NbON monoclinica.

Portanto, em decorrência do tratamento 3IP-AT, houve a implantação de átomos de N a partir da superfície do cordão de solda e a difusão dos demais elementos da ZF para a região da camada implantada (OĞURTANI; UYGUR, 1972).

Conseqüentemente, o tratamento 3IP-AT permitiu que a energia de formação dos nitretos e oxinitretos estáveis de nióbio fosse minimizada, possibilitando, respectivamente, sua formação conforme o diagrama de fases composicional ternário da Figura 4.49 e nos dados energéticos da Tabela C. 3.

Figura 4.49 – Diagrama de fases composicional dos nitretos, oxinitretos e óxidos estáveis de nióbio.



Fonte: Adaptado de Materials Project (2022).

Analisando-se o diagrama de fases composicional de nitretos, oxinitretos e óxidos estáveis de nióbio da Figura 4.49 e os respectivos valores energéticos apresentados na Tabela C. 3, infere-se que a energia livre foi minimizada durante o tratamento 3IP-AT para níveis máximos da ordem de – 1,977 ev / átomo.

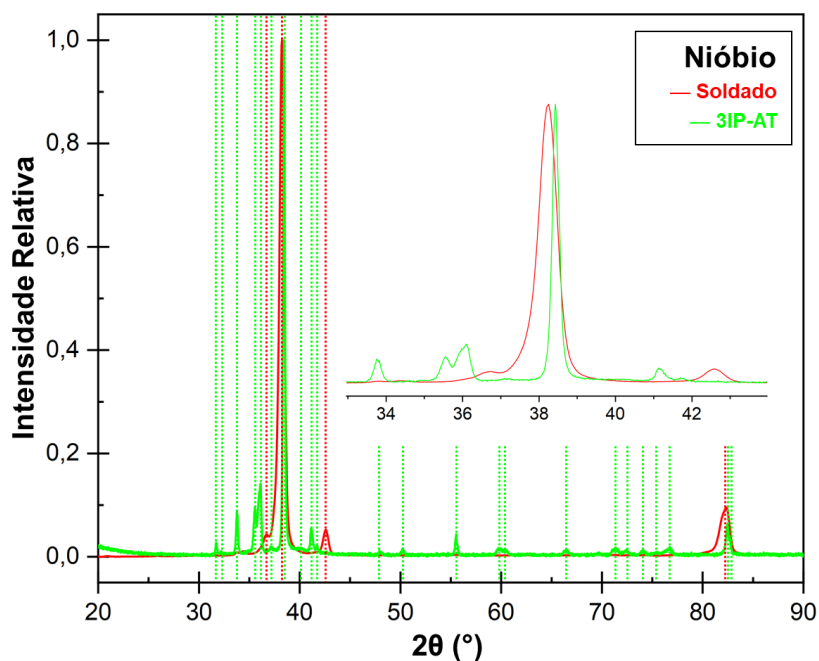
Portanto, foram formadas apenas as fases NbN hexagonal (– 1,248 ev / átomo), Nb<sub>2</sub>N trigonal (– 0,996 ev / átomo) e NbON monoclinica (– 1,977 ev / átomo).

Além disso, não houve favorecimento energético para a formação da fase intermediária Nb<sub>5</sub>N<sub>6</sub> hexagonal (– 1,207 eV / átomo), devido à proximidade energética para formação desta em relação à fase NbN hexagonal. Tampouco ocorreu favorecimento entálpico para a formação de fases de nitretos e/ou oxinitretos metaestáveis, devido à temperatura (1200 °C) e ao tempo (2 horas) empregados no tratamento 3IP-AT.

Além disso, não se descarta a hipótese de que o N implantado a partir da superfície do cordão de solda e/ou os demais elementos difundidos termicamente da ZF em direção à superfície tenham ocupado os interstícios e/ou vacâncias do retículo cristalino na região da camada implantada, conforme observado anteriormente na análise por EDS da Figura 4.45 (KERTSCHER; BRUNATTO, 2020).

Na Figura 4.50, apresenta-se a comparação entre os espectros de difração do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT e o do cordão de solda previamente apresentado na Figura 4.16.

Figura 4.50 – Comparação entre os espectros de difração obtidos para o nióbio soldado e tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a comparação entre os espectros de difração da Figura 4.50, observa-se que, em decorrência do tratamento 3IP-AT, observou-se a eliminação do pico difratado para o ângulo de  $42,55^\circ$  referente à fase cúbica do nióbio.

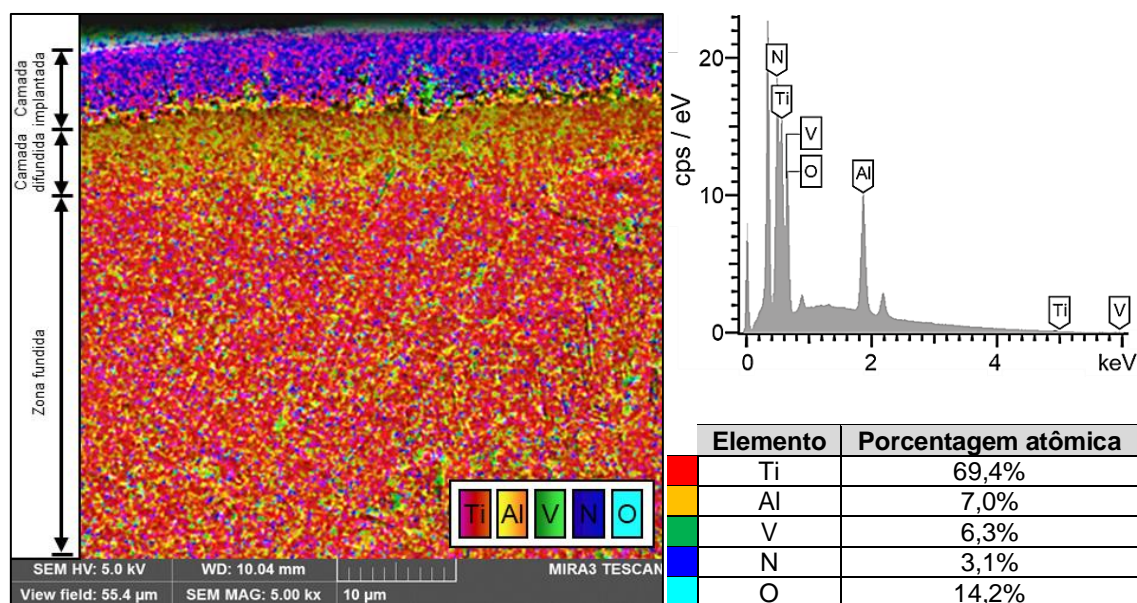
Ademais, destaca-se que o tratamento 3IP-AT modificou as tensões internas do cordão de solda, as quais são evidenciadas pelos desvios angulares observados (ANDEROGLU, 2004).

Assim, após o tratamento 3IP-AT, houve o desvio relativo à direita dos ângulos  $38,43^\circ$  ( $38,20^\circ$ ),  $69,63^\circ$  ( $69,54^\circ$ ) e  $82,45^\circ$  ( $82,39^\circ$ ), ambos referentes à fase cúbica do nióbio, indicando o tensionamento compressivo da rede cristalina na ZF modificada pelo tratamento 3IP-AT. De modo semelhante, observou-se o desvio relativo à esquerda do ângulo  $55,54^\circ$  ( $55,70^\circ$ ) referente à fase cúbica do nióbio, indicando o tensionamento trativo da rede cristalina na ZF modificada pelo tratamento 3IP-AT.

#### **4.3.1.2 Liga Ti-6Al-4V**

O mapa de composições e o espectro de energia dispersiva dos elementos presentes nas proximidades da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT é apresentado na Figura 4.51.

Figura 4.51 – Mapa de composições e espectro de energia dispersiva dos elementos presentes nas proximidades da camada implantada do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.51, observa-se na região da camada implantada uma distribuição homogênea dos elementos Ti, N e O. Este arranjo elementar é oriundo do tratamento 3IP-AT, no qual possivelmente ocorreu a implantação iônica de N a partir da superfície do cordão de solda, bem como a difusão dos demais elementos previamente presentes na ZF.

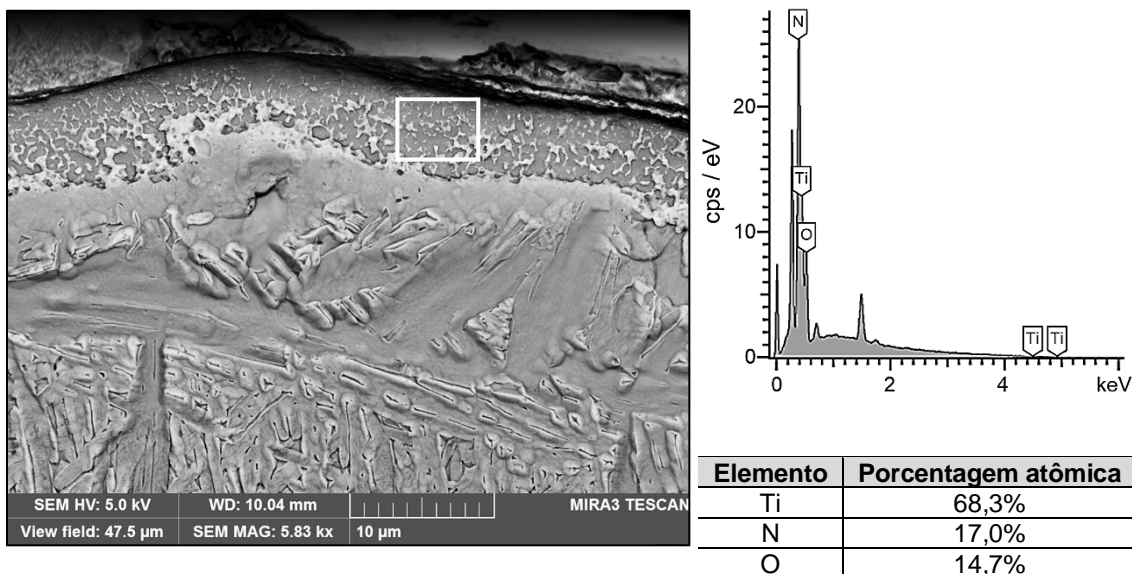
O arranjo de distribuição elementar observado sugere a formação de uma camada superficial implantada composta por nitretos de titânio do tipo  $Ti_xN_y$ , óxidos de titânio do tipo  $Ti_xO_y$  e/ou oxinitretos de titânio do tipo  $Ti_xO_yN_z$  (ROLIŃSKI, 2016).

Ademais, evidencia-se que o N implantado na superfície do cordão de solda foi difundido termicamente para o *bulk* da ZF, ocupando homoganeamente os interstícios e/ou vacâncias do retículo cristalino nesta região (ROLIŃSKI, 2016).

Em seguida, foi realizada a análise por EDS na região da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT, de

modo a investigar sua composição química, conforme apresentado na Figura 4.52.

Figura 4.52 – EDS analisada na região da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda para a liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

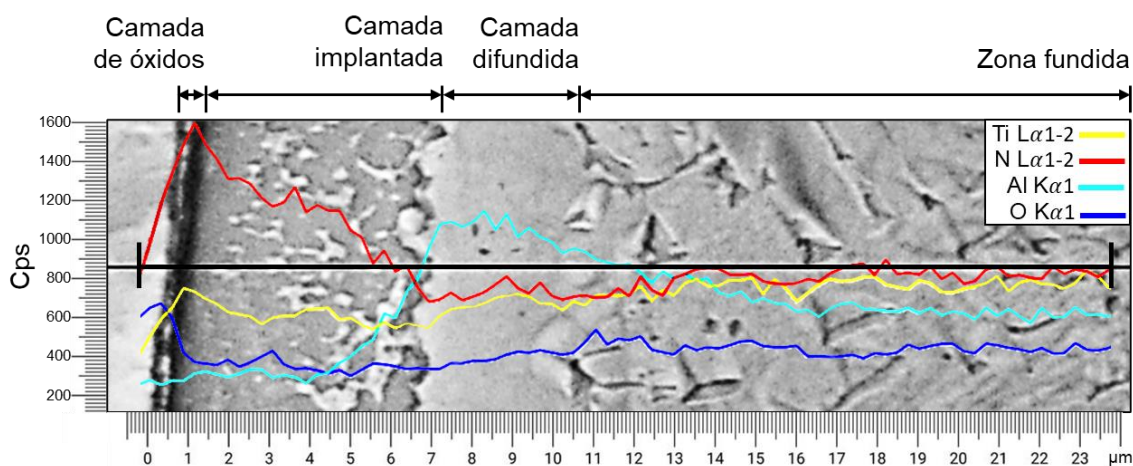
Analisando-se a Figura 4.52, reforça-se a hipótese de formação de compostos de natureza cerâmica entre os elementos identificados na região da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda.

Novamente, considera-se que a presença do oxigênio elementar nas proximidades da camada implantada e sua superfície pode ser explicada pela composição prévia da ZF resultante da soldagem e pela possível contaminação com átomos e moléculas adsorvidos nas paredes internas da câmara do tratamento 3IP-AT (OLIVEIRA et al, 2019).

Finalmente, foi realizada a análise por EDS com varredura linear ao longo da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT, conforme apresentado na Figura 4.53.



Figura 4.53 – Espectro de energia dispersiva analisado linearmente ao longo da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

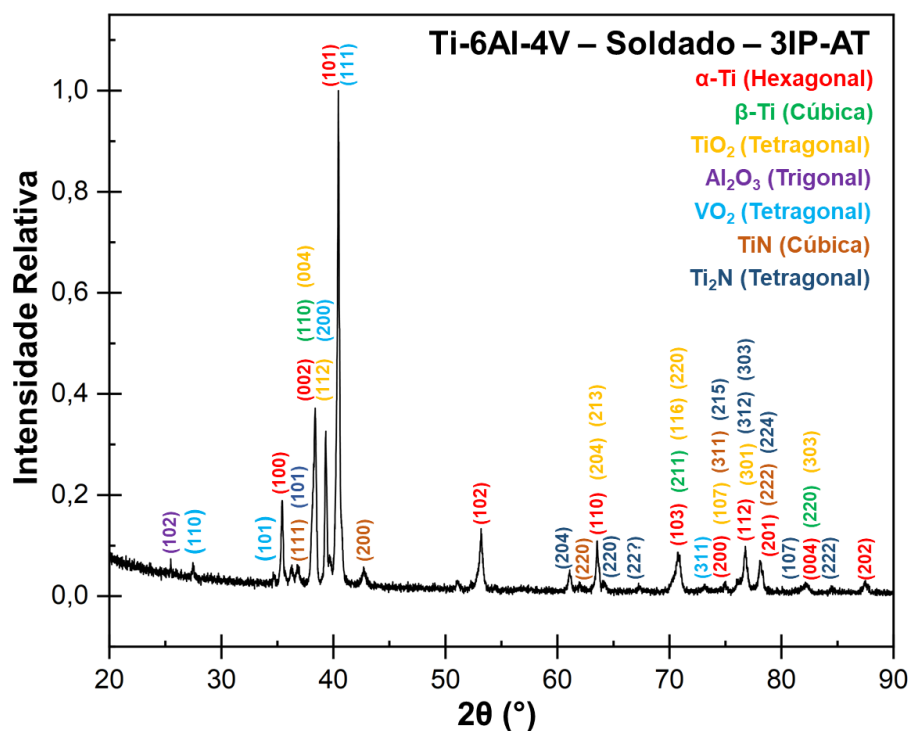
Analisando-se a Figura 4.53, evidencia-se que as maiores contagens espectrais dos elementos O e N para a faixa de 0 – 1 μm corroboram para a hipótese de formação de uma camada submicrométrica superficial composta por óxidos do tipo  $Ti_xO_y$  e/ou oxinitretos do tipo  $Ti_xO_yN_z$  (EL-HOSSARY et al. 2015).

A análise EDS por varredura linear da Figura 4.53 também validou a hipótese de formação de uma camada difundida com composição química distinta da ZF (YILDIZ et al., 2008). Nela, observa-se que o espectro obtido para o elemento Al indica uma maior concentração deste elemento faixa espectral de 6,5 – 11 μm, em comparação às menores concentrações observadas na ZF e nas camadas implantada e de óxidos.

O espectro de difração de raios X e os dados cristalográficos obtidos para o cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT são apresentados na Figura 4.54 e na Tabela B. 6, respectivamente.



Figura 4.54 – Espectro de difração de raios X do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

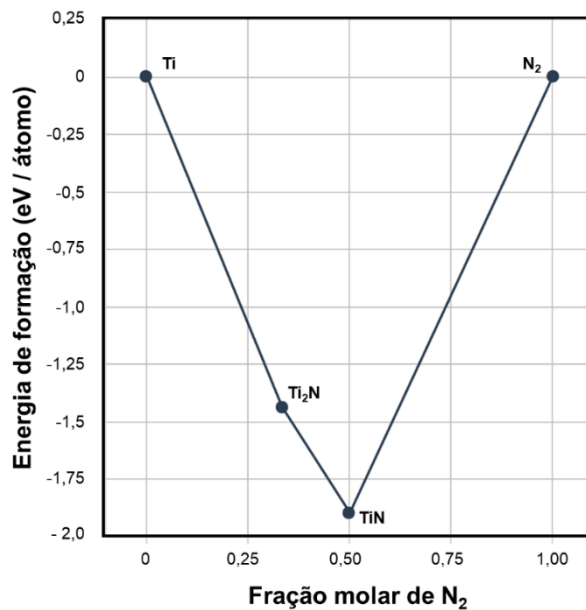
Analisando-se o espectro de difração de raios X da Figura 4.54 e os dados cristalográficos da Tabela B. 6 observados e calculados para o cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT, evidencia-se a formação das fases estáveis de nitretos de titânio TiN cúbica (fase δ) e Ti<sub>2</sub>N tetragonal (fase ε), cujos picos e famílias de planos identificados possuem suas respectivas posições, intensidades difratadas e distâncias interplanares calculadas compatíveis com as indicadas nas referências mp-492 e mp-8282, respectivamente.

Assim, confirmou-se a hipótese de que a camada implantada seja composta por distintas frações volumétricas das fases estáveis de nitretos de titânio TiN cúbica e Ti<sub>2</sub>N tetragonal (ROLIŃSKI et al., 1998; RAVEH et al., 1989; LAKSHMI et al., 2002).

Portanto, em decorrência do tratamento 3IP-AT, houve a implantação de átomos de N a partir da superfície do cordão de solda e a difusão dos demais elementos da ZF para a região da camada implantada.

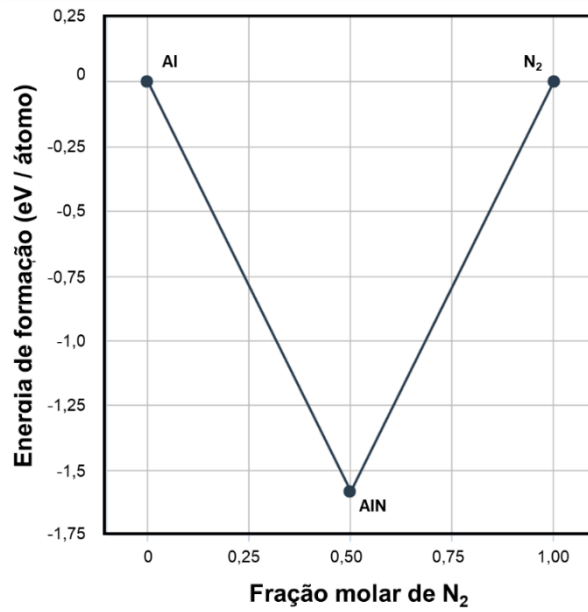
Conseqüentemente, o tratamento 3IP-AT possibilitou que a energia de formação dos nitretos estáveis fosse minimizada, permitindo, respectivamente, sua formação conforme os diagramas de fases composicionais binários da Figura 4.55, Figura 4.56 e Figura 4.57, bem como nos dados energéticos da Tabela C.4.

Figura 4.55 – Diagrama de fases composicional dos nitretos estáveis de titânio.



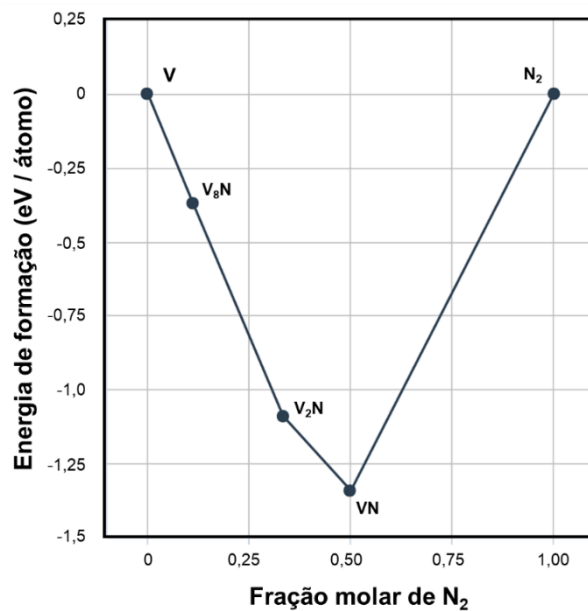
Fonte: Adaptado de Materials Project (2022).

Figura 4.56 – Diagrama de fases composicional dos nitretos estáveis de alumínio.



Fonte: Adaptado de Materials Project (2022).

Figura 4.57 – Diagrama de fases composicional dos nitretos estáveis de vanádio.



Fonte: Adaptado de Materials Project (2022).

Analisando-se os diagramas de fases composicionais de nitretos estáveis de titânio, alumínio e vanádio das Figura 4.55, Figura 4.56 e Figura 4.57, bem como

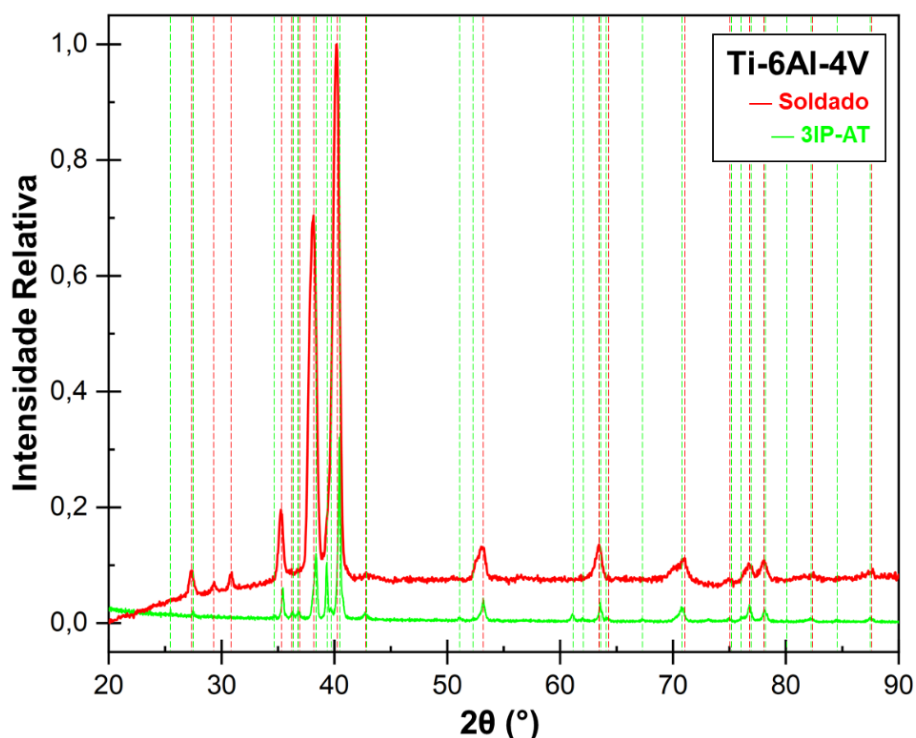
os respectivos valores energéticos apresentados na Tabela C. 4, infere-se que a energia livre foi minimizada durante o tratamento 3IP-AT para níveis máximos da ordem de  $-1,897 \text{ eV} / \text{átomo}$ .

Portanto, foram formadas apenas as fases de nitretos estáveis de titânio  $\text{Ti}_2\text{N}$  tetragonal ( $-1,438 \text{ eV} / \text{átomo}$ ) e  $\text{TiN}$  cúbica ( $-1,897 \text{ eV} / \text{átomo}$ ). Além disso, não houve favorecimento energético para a formação de fases de nitretos estáveis de alumínio e/ou vanádio, tampouco seus nitretos metaestáveis, devido à temperatura ( $820 \text{ }^\circ\text{C}$ ) e ao tempo (2 horas) empregados no tratamento 3IP-AT.

Além disso, não se descarta a hipótese de que o N implantado na superfície do cordão de solda e/ou os demais elementos difundidos termicamente da ZF em direção à superfície tenham ocupado os interstícios e/ou vacâncias do retículo cristalino na região da camada implantada, conforme observado anteriormente na análise por EDS da Figura 4.51 (ROLIŃSKI, 2016).

Na Figura 4.58, apresenta-se a comparação entre os espectros de difração do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT e o do cordão de solda de referência previamente apresentado na Figura 4.20.

Figura 4.58 – Espectros de difração obtidos para a liga Ti-6Al-4V soldada e tratada por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a comparação entre os espectros de difração da Figura 4.58, observou-se a eliminação dos picos difratados para os ângulos de 42,55° referente à fase cúbica do titânio.

Por fim, destaca-se que o tratamento 3IP-AT modificou as tensões internas do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V, as quais são evidenciadas pelos desvios angulares observados (ANDEROGLU, 2004).

Assim, após o tratamento 3IP-AT, houve o desvio relativo à direita dos ângulos 35,41° (35,24°), 38,37° (38,14°), 40,42° (40,18°), 53,15 (53,01°) e 63,5° (63,43°), ambos referentes à fase  $\alpha$  do titânio, bem como dos ângulos 38,7° (38,14°) e 70,74° (70,15°) referentes à fase  $\beta$  do titânio. Estes desvios indicam o tensionamento compressivo da rede cristalina na ZF modificada pelo tratamento 3IP-AT.

De modo semelhante, observou-se o desvio relativo à esquerda dos ângulos  $76,31^\circ$  ( $76,70^\circ$ ),  $78,06^\circ$  ( $78,08^\circ$ ),  $82,15^\circ$  ( $82,44^\circ$ ) e  $87,50^\circ$  ( $87,70^\circ$ ), ambos indicativos da fase  $\alpha$  do titânio, e do ângulo  $82,44^\circ$  ( $82,15^\circ$ ) referente à fase  $\beta$  do titânio. Estes desvios indicam o tensionamento trativo da rede cristalina na ZF modificada pelo tratamento 3IP-AT.

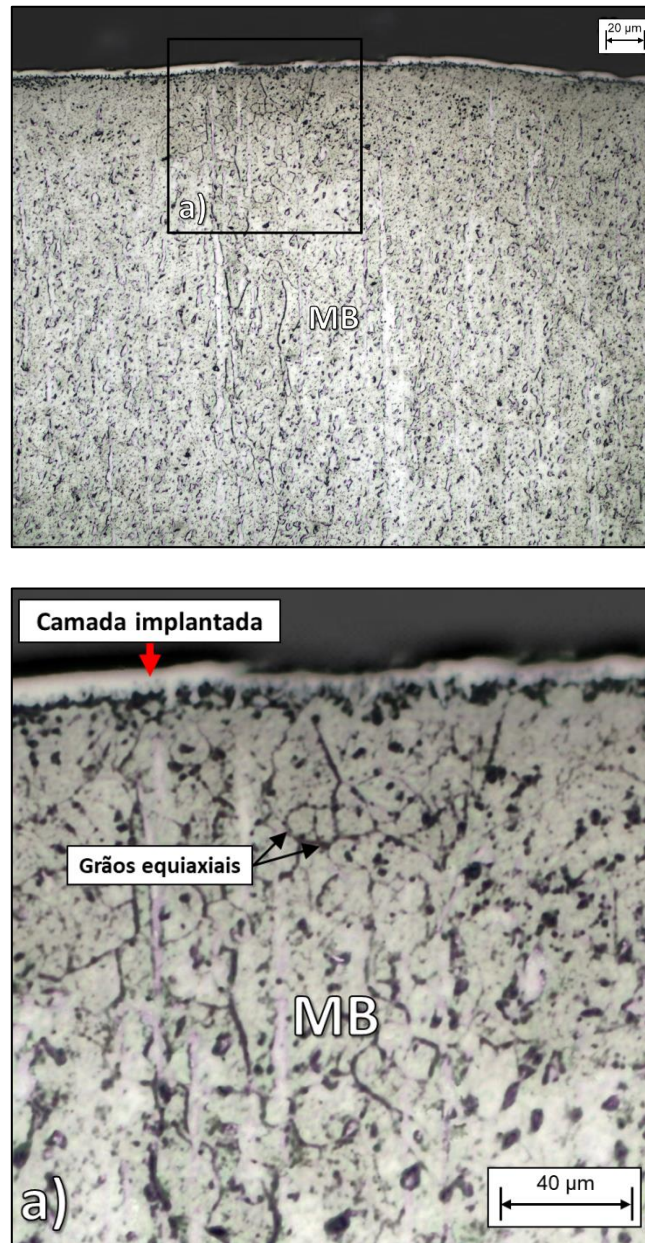
### **4.3.2 Caracterização estrutural**

Os resultados da caracterização química por MO e MEV dos cordões de solda tratados por 3IP-AT para cada material são apresentados e discutidos a seguir.

#### **4.3.2.1 Microscopia óptica**

A microscopia óptica realizada na seção transversal do nióbio tratado por 3IP-AT, evidenciando a formação de uma camada implantada sobre a superfície do MB, é apresentada na Figura 4.59.

Figura 4.59 – Micrografia da seção transversal do nióbio tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

A partir da Figura 4.59 e seu detalhamento, observa-se que o tratamento 3IP-AT realizado para o nióbio à temperatura máxima de 1200° C por 2 horas possibilitou a formação de uma camada implantada, que segundo as análises de DRX e EDS previamente realizadas, seria composta por nitretos (NbN e Nb<sub>2</sub>N) e oxinitretos (NbON) de nióbio na superfície do MB, apresentando uma espessura média de  $5 \pm 1 \mu\text{m}$  ao longo da região analisada.

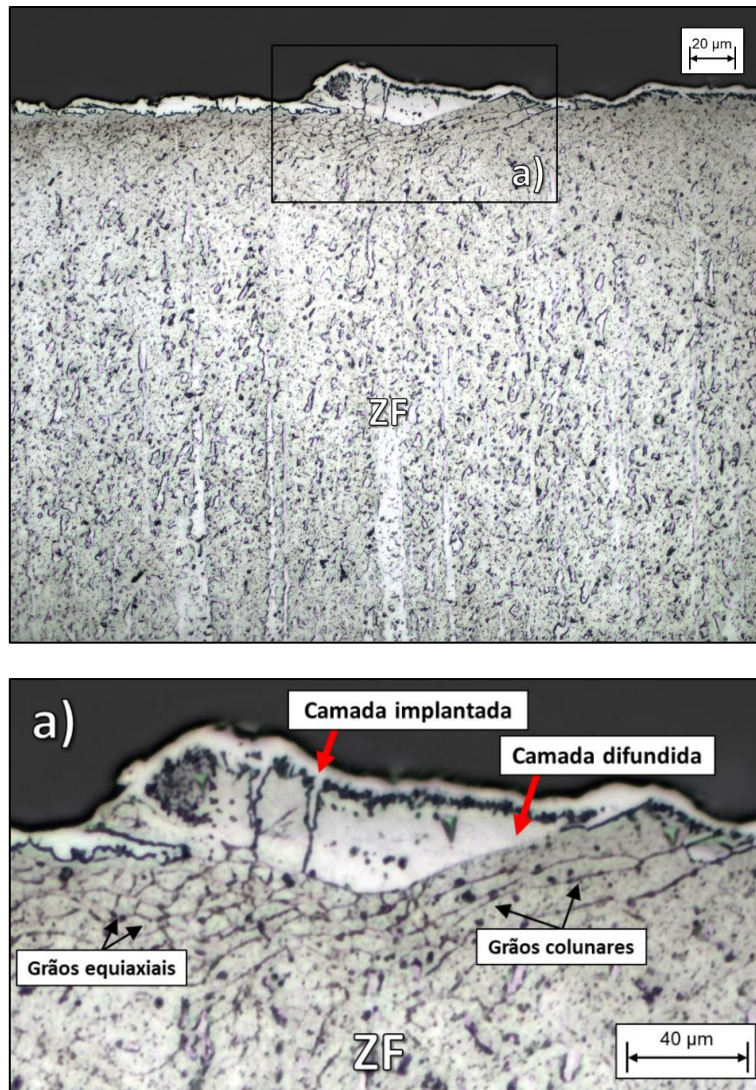
Além disso, em decorrência de possíveis distorções da rede cristalina resultantes da formação da camada implantada e demais elementos difundidos termicamente após o tratamento 3IP-AT realizado a 1200 °C, observou-se a recristalização estática dos grãos próximos à superfície modificada (SICILIANO; MONTEIRO; PADILHA, 1995).

Isto ocorreu porque a temperatura máxima de 1200 °C do tratamento 3IP-AT excedeu a temperatura de recristalização para o nióbio. Assim, houve a nucleação e o crescimento de novos grãos equiaxiais ultrafinos, com tamanhos de grãos com diâmetros da ordem de 10 µm ou até inferiores, equivalentes a tamanhos médios com tamanhos de grão ( $G$ )  $\geq 10$ , conforme a escala proposta pela norma ASTM E112 – 13.

A microscopia óptica realizada na seção transversal do cordão de solda do nióbio tratado por 3IP-AT, evidenciando a formação da camada implantada de nitretos e oxinitretos de nióbio sobre a superfície da ZF, é apresentada na Figura 4.60.



Figura 4.60 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.60 e seu detalhamento, observa-se que o tratamento 3IP-AT realizado para o cordão de solda de nióbio à temperatura máxima de 1200° C por 2 horas possibilitou a formação de uma camada implantada homogênea, possivelmente composta por nitretos ( $\text{NbN}$  e  $\text{Nb}_2\text{N}$ ) e oxinitretos ( $\text{NbON}$ ) de nióbio na superfície da ZF de acordo com as análises de DRX e EDS previamente realizadas, apresentando, portanto, uma espessura média de  $6 \pm 1$  µm ao longo da região analisada.

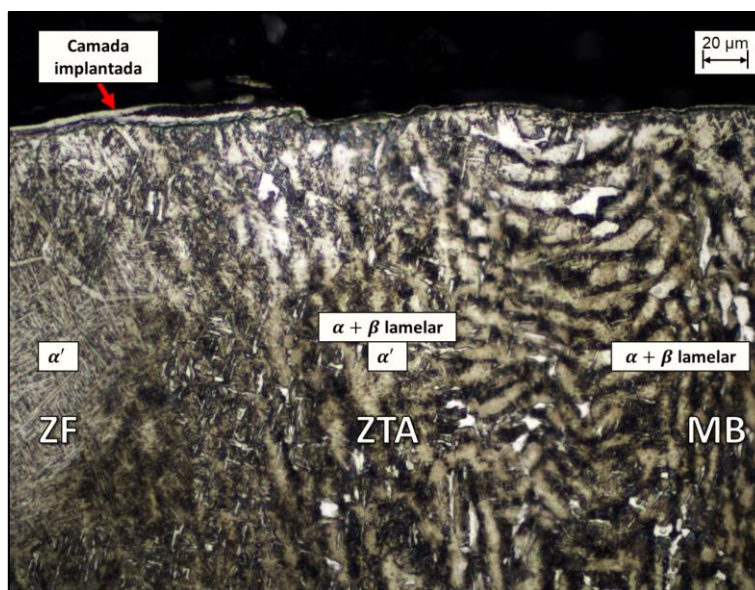
Além disso, em decorrência das tensões residuais resultantes da soldagem, bem como devido às distorções na rede cristalina oriundas da formação da camada implantada e dos demais elementos difundidos termicamente após o tratamento 3IP-AT realizado a 1200 °C, observou-se a recristalização estática dos grãos próximos à superfície modificada (OLIVEIRA et al., 2017).

Novamente, a recristalização estática dos grãos nesta região da ZF ocorreu uma vez que a temperatura máxima de 1200 °C do tratamento 3IP-AT excedeu a temperatura de recristalização para o nióbio (OLIVEIRA et al., 2017).

No entanto, observa-se que neste caso ocorreu a nucleação e o crescimento simultâneos de novos grãos equiaxiais e colunares ultrafinos. Logo, os grãos equiaxiais apresentaram diâmetros médios da ordem de 8  $\mu\text{m}$  (ou inferiores), equivalentes a tamanhos médios com  $G \geq 10$ , conforme a escala proposta pela norma ASTM E112 – 13. Consequentemente, estima-se também que os grãos colunares possuam razões de aspecto variando de 1:2 até 1:10 e apresentando comprimentos máximos na faixa de 40 – 50  $\mu\text{m}$ , em média.

A microscopia óptica realizada na seção transversal da liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP-AT, evidenciando a formação de uma camada implantada sobre a superfície do MB é apresentada na Figura 4.61.

Figura 4.61 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

A partir da Figura 4.61, observa-se que o tratamento 3IP-AT realizado para a liga Ti-6Al-4V à temperatura máxima de 820° C por 2 horas possibilitou a formação de uma sutil camada implantada ao longo da superfície do MB na região analisada.

No entanto, a observação dos detalhes morfológicos e microestruturais da camada implantada sobre a superfície do MB, bem como a determinação de sua espessura média, não puderam ser devidamente realizados por meio da MO, em razão da limitada magnificação disponível.

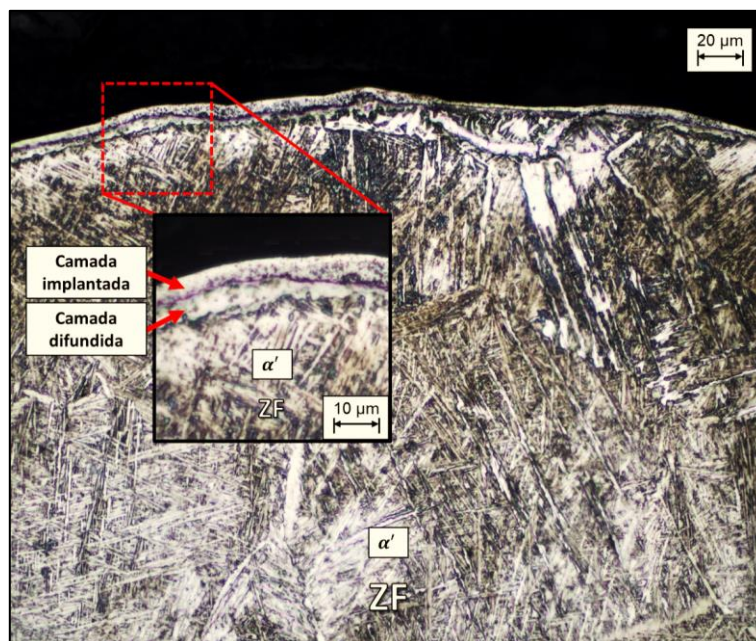
Assim, destaca-se que a camada implantada apresentou, de fato, espessuras médias distintas nas regiões da ZF e do MB, possivelmente devido às diferentes morfologias de superfícies e suas respectivas microestruturas.

Por outro lado, conforme observado na Figura 4.61, não houve indícios de transformações significativas na microestrutura bifásica (*bulk*) do MB tendo sido preservado seu arranjo microestrutural constituído por colônias lamelares das fases α e β intercaladas. Tampouco foram evidenciados defeitos microscópicos

significativos, tais como trincas e/ou poros, ou ainda distorções geométricas perceptíveis.

A microscopia óptica realizada na seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT, evidenciando a formação da camada implantada de nitretos sobre a superfície da ZF, é apresentada na Figura 4.62.

Figura 4.62 – Micrografia da seção transversal do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

A partir da Figura 4.62, observa-se que o tratamento 3IP-AT realizado para o cordão de solda da liga Ti-6Al-4V à temperatura máxima de 820° C por 2 horas possibilitou a formação de uma camada implantada homogênea e esbranquiçada na superfície da ZF, sendo composta por nitretos de titânio TiN e Ti<sub>2</sub>N, conforme as análises por DRX (Figura 4.54) e EDS (Figura 4.52) realizadas, apresentando espessura média na faixa de 6 ± 1 µm ao longo da região analisada.

Além disso, imediatamente abaixo desta, observa-se a formação da camada difundida (α-case), homogênea e esbranquiçada, porém com tons mais claros

que a camada implantada, indicando maiores frações volumétricas da fase  $\alpha$  e concentrações de Al em sua composição, conforme identificado previamente na análise por EDS da Figura 4.53 (YILDIZ et al., 2008).

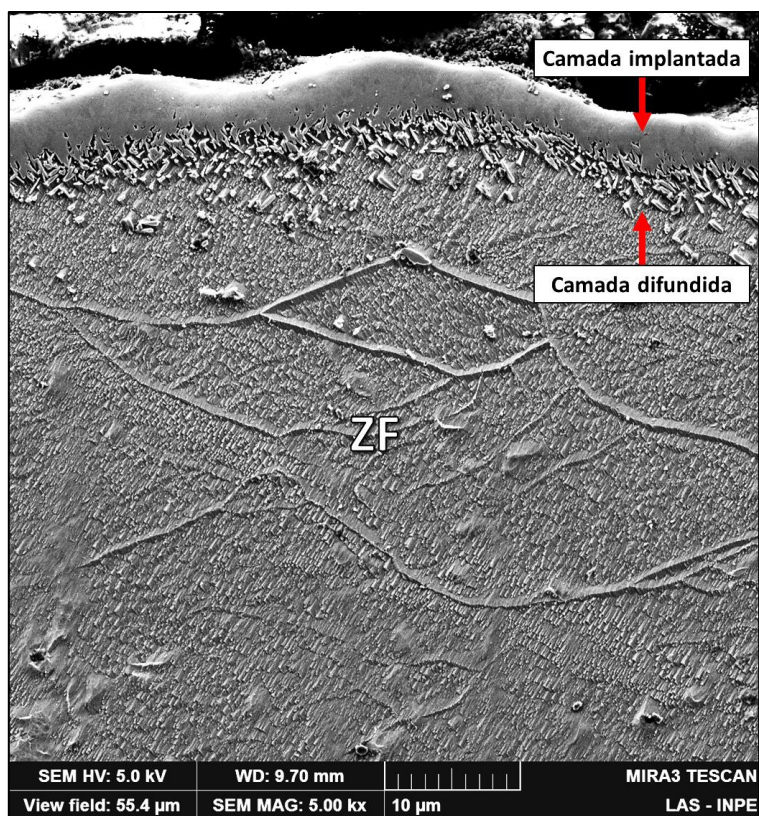
Além disso, não houve indícios de transformações significativas na microestrutura da fase  $\alpha'$  no *bulk* da ZF, sendo preservado seu arranjo com microconstituintes finos do tipo agulha e/ou ripas, bem como o respectivo padrão microestrutural do tipo *Basketweave* observado previamente nesta região na Figura 4.34.

#### **4.3.2.2 Microscopia eletrônica de varredura**

A microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT é apresentada na Figura 4.63. Nela, evidencia-se a formação das camadas implantada e difundida sobre a superfície da ZF do cordão de solda.



Figura 4.63 – Microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.63, observa-se que o tratamento 3IP-AT realizado à temperatura máxima de 1200° C por 2 horas possibilitou a formação de uma camada implantada composta por nitretos (NbN e Nb<sub>2</sub>N) e oxinitretos (NbON) estáveis de nióbio (conforme as análises prévias por DRX da Figura 4.48 e EDS da Figura 4.46), com microestrutura e composição homogêneas, bem como geometria regular sobre a superfície da ZF, cuja espessura média foi da ordem de  $6 \pm 1 \mu\text{m}$  ao longo da região analisada.

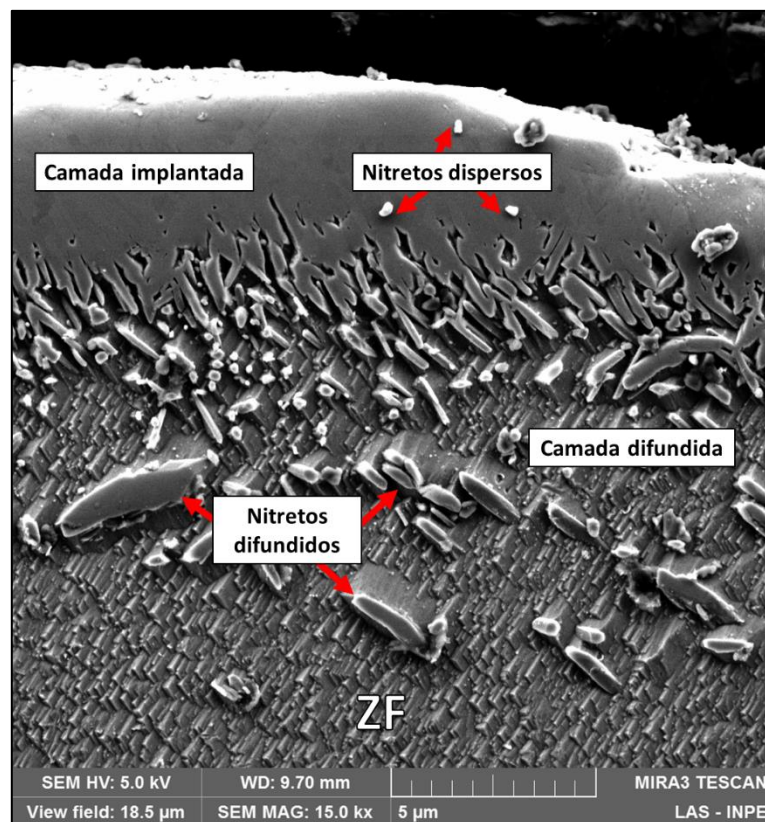
Além disso, observa-se imediatamente abaixo da camada implantada a formação de uma região de transição elementar na camada difundida, cuja espessura média foi da ordem de  $3 \pm 1 \mu\text{m}$  ao longo da região analisada. Nesta região, os elementos implantados na superfície do cordão de solda e/ou

previamente presentes na superfície foram difundidos termicamente em direção ao *bulk* da ZF, conforme a análise por EDS da Figura 4.47.

Especificamente na região da ZF, evidencia-se a preservação das bandas de deformação, as quais são resultantes da rápida fusão e solidificação do metal líquido após a soldagem (SANDIM et al., 2003).

A seguir, apresenta-se na Figura 4.64 os detalhes da camada implantada composta por nitretos e oxinitretos estáveis de nióbio, formada sobre a superfície do cordão de solda, bem como da camada difundida formada imediatamente abaixo desta.

Figura 4.64 – Camada implantada de nitretos e oxinitretos estáveis de nióbio formada sobre a superfície do cordão de solda.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.64, observa-se a camada implantada sobre a superfície do cordão de solda, sendo composta por nitretos e oxinitretos estáveis de nióbio

(ver Figura 4.48 e Figura 4.46) e possuindo morfologia homogênea e regular. Além disso, evidencia-se nas proximidades desta região, a presença de eventuais nitretos e/ou oxinitretos dispersos com diâmetros da ordem de 1  $\mu\text{m}$ .

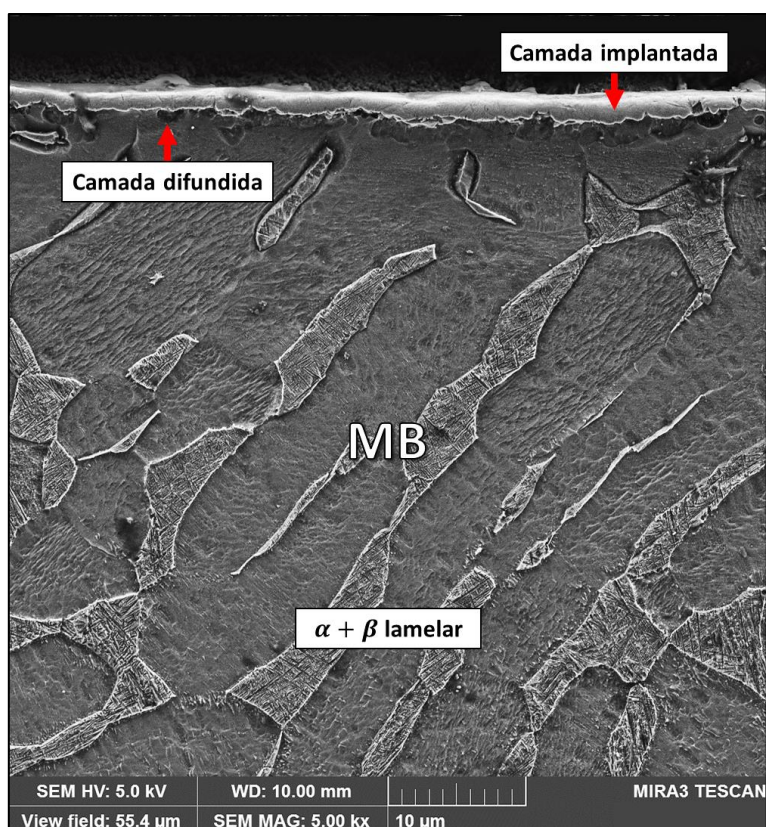
Imediatamente acima da camada implantada de nitretos e oxinitretos estáveis de nióbio, destaca-se também que deve ter ocorrido a formação de uma camada superficial submicrométrica, majoritariamente composta pelas fases de óxido de nióbio ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) e/ou oxinitreto de nióbio ( $\text{NbON}$ ), ambas identificadas previamente nas análises por EDS da Figura 4.46 e por DRX da Figura 4.48 e da Tabela B. 5 (HOSHIDA, 2019).

Abaixo da camada implantada de nitretos e oxinitretos estáveis de nióbio, a formação da camada difundida apresentou fases de nitretos e oxinitretos de nióbio distribuídas majoritariamente ao longo de uma faixa de espessura média de  $3 \pm 1 \mu\text{m}$ , com fases dispersas e difundidas até cerca de 12  $\mu\text{m}$  a partir da superfície.

A microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal do cordão de solda obtido para a liga Ti-6Al-4V é apresentada na Figura 4.65.



Figura 4.65 – Microscopia eletrônica de varredura realizada na seção transversal da liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.65, observa-se que não houve transformações significativas na microestrutura bifásica do MB, tendo sido preservado seu arranjo microestrutural de colônias lamelares das fases  $\alpha$  e  $\beta$  intercaladas.

Ademais, evidencia-se ao longo da superfície analisada a formação de uma camada implantada de nitretos estáveis de titânio TiN e Ti<sub>2</sub>N (conforme as análises prévias por DRX da Figura 4.54 e EDS da Figura 4.52), de coloração mais clara, apresentando  $2 \pm 1 \mu\text{m}$  de espessura média.

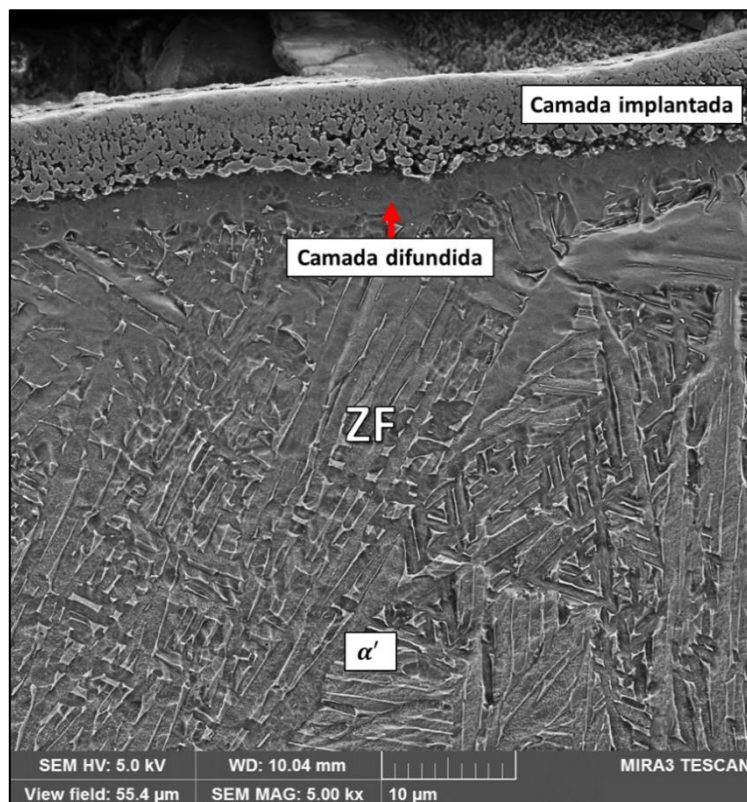
Imediatamente abaixo desta, houve a formação de uma sutil camada difundida ( $\alpha$ -case), uma região de transição microestrutural constituída pela difusão dos elementos implantados e/ou previamente presentes na superfície do cordão de solda em direção ao bulk da ZF, resultando em fases dispersas de nitretos de

titânio distribuídas ao longo de uma faixa de espessura de  $2 \pm 1 \mu\text{m}$ , sendo esta região majoritariamente composta pela fase  $\alpha$  (YILDIZ et al., 2008).

Além disso, não foram observados em ambas as regiões a ocorrência de defeitos geométricos significativos, tais como trincas e/ou poros, tampouco distorções perceptíveis.

Por outro lado, para a região do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT, as transformações microestruturais na ZF nas camadas superficial implantada e difundida foram significativas, conforme apresentado na Figura 4.66.

Figura 4.66 – Microestrutura da zona fundida no cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT, analisada por MEV.



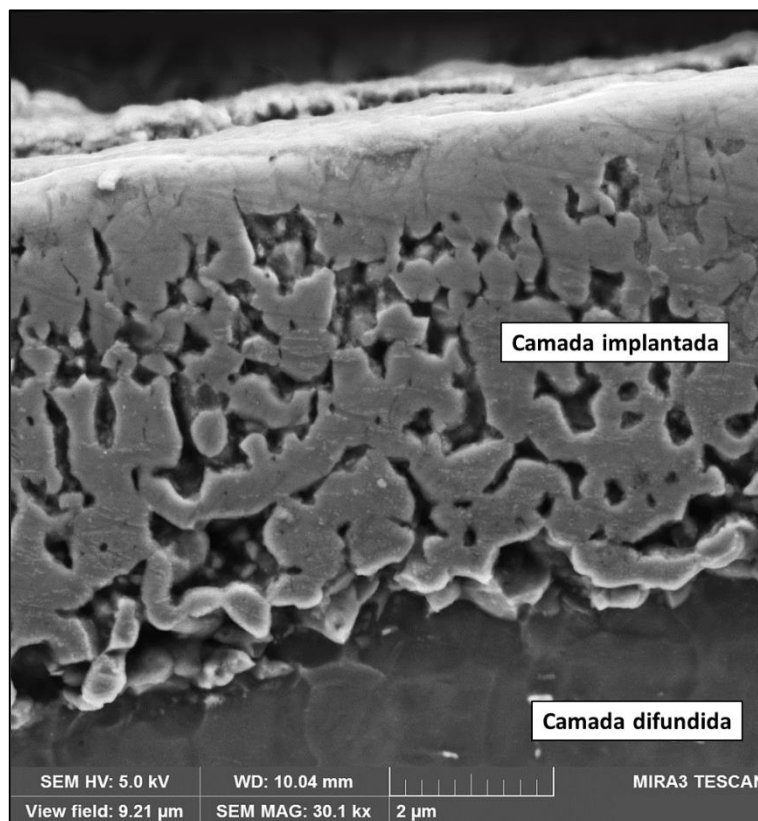
Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.66, observa-se que a microestrutura martensítica do *bulk* da ZF foi mantida após o tratamento 3IP-AT, preservando-se a fase  $\alpha'$  com microconstituintes finos do tipo agulha e/ou ripas.

Evidencia-se também que, imediatamente acima da ZF, houve a formação de uma camada difundida homogênea mais espessa do que no MB (vide Figura 4.65), apresentando  $4 \pm 1 \mu\text{m}$  de espessura média.

Além disso, o tratamento 3IP-AT possibilitou a formação de uma camada implantada de nitretos de titânio na superfície da ZF, com morfologia superficial regular, mas internamente porosa, apresentando cerca de  $6 \pm 1 \mu\text{m}$  de espessura média, conforme detalhado na Figura 4.67.

Figura 4.67 – Microestrutura da camada implantada no cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT, analisada por MEV.



Fonte: Produção do autor.

Imediatamente acima da camada implantada de nitretos de titânio, destaca-se também que pode ter sido formada uma camada superficial de óxidos estáveis de titânio, de ordem submicrométrica, majoritariamente composta pela fase  $TiO_2$  identificada previamente nas análises por EDS da Figura 4.52 e por DRX da Figura 4.54 e da Tabela B. 6.

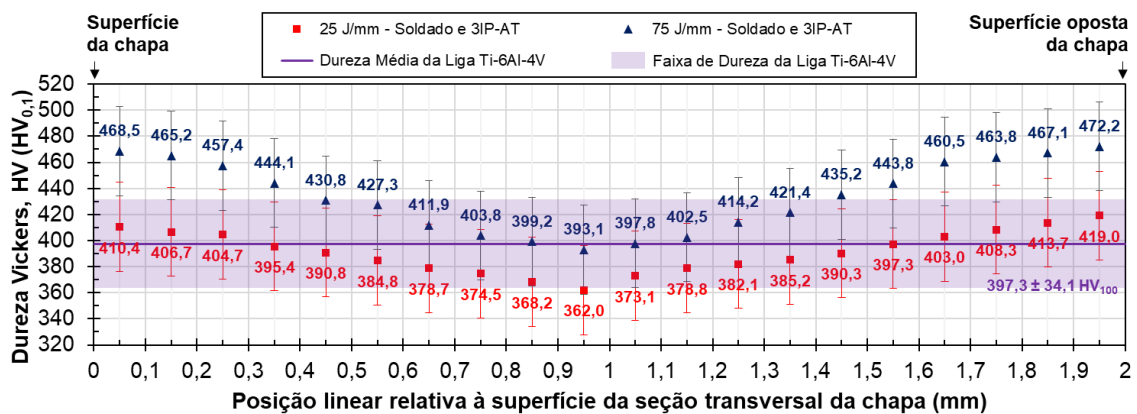
### 4.3.3 Caracterização mecânica

Os resultados da caracterização mecânica pelos ensaios de dureza Vickers e instrumentada realizados nos cordões de solda tratados por 3IP-AT para cada material serão apresentados e discutidos a seguir.

#### 4.3.3.1 Ensaio de dureza Vickers

Avaliou-se a influência do tratamento 3IP-AT realizado a 800 °C por 2 horas sobre a dureza Vickers da ZF em cordões de solda da liga Ti-6Al-4V obtidos sob diferentes aportes térmicos. Assim, foram tomadas impressões lineares de dureza na linha de centro dos cordões de solda, tomando-se como referência a direção da espessura das chapas (com base na metodologia apresentada na Figura 3.12), resultando no gráfico da Figura 4.68.

Figura 4.68 – Perfis de dureza Vickers distribuída ao longo da espessura das chapas da liga Ti-6Al-4V soldadas a *laser* sob diferentes aportes térmicos e tratadas por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se o gráfico da Figura 4.68, observa-se que o tratamento 3IP-AT realizado para o cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtido a 25 J/mm promoveu uma redução máxima de dureza Vickers para 362,0 HV<sub>0,1</sub>, tomada nas proximidades da região central da chapa tratada (isto é, para posições ao redor de 0,95 mm de sua espessura).

Por outro lado, o tratamento 3IP-AT também possibilitou um aumento máximo de dureza Vickers para 419,0 HV<sub>0,1</sub>, tomada nas proximidades das superfícies da chapa tratada (ou seja, para posições abaixo de 0,05 mm de suas extremidades superficiais).

Além disso, evidenciaram-se níveis de dureza Vickers da ordem de 400 HV<sub>0,1</sub> (ou superiores) para posições até 0,35 mm abaixo das extremidades superficiais da chapa tratada. Este fato sugere que pode ter ocorrido a difusão intersticial do nitrogênio tridimensionalmente implantado até esta profundidade do *bulk* da liga Ti-6Al-4V.

Já para o cordão de solda da liga Ti-6Al-4V obtida a 75 J/mm, observa-se no gráfico da Figura 4.68 que o tratamento 3IP-AT realizado promoveu um aumento máximo significativo de dureza Vickers até 472,2 HV<sub>0,1</sub>, tomada nas proximidades das superfícies da chapa tratada (isto é, para posições 0,05 mm abaixo das extremidades superficiais da chapa).

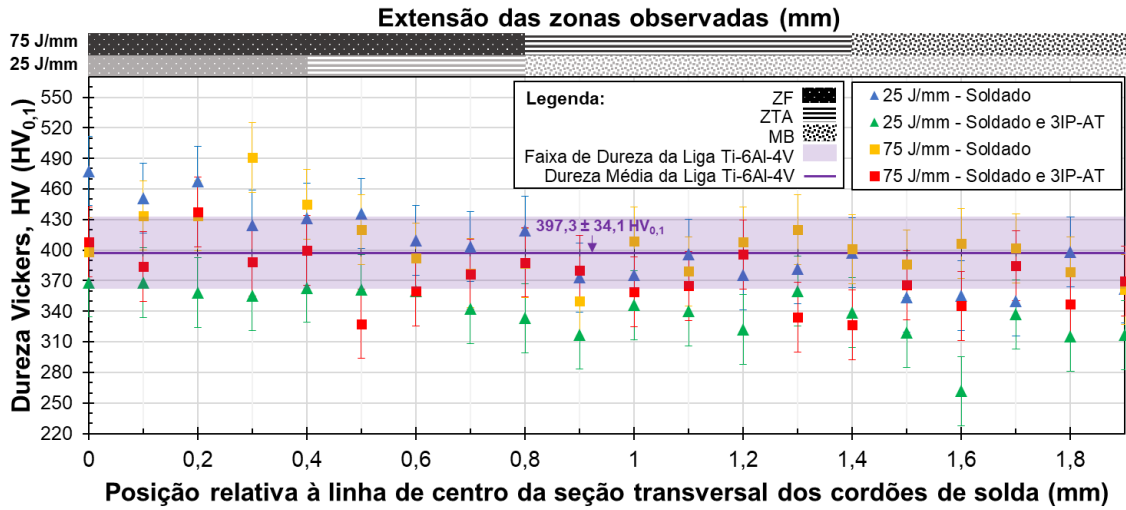
Ademais, observou-se a redução gradual da dureza Vickers a partir das extremidades superficiais da chapa tratada em direção à sua região central, até que fosse atingido um nível de dureza Vickers da ordem da dureza da liga Ti-6Al-4V recebida.

A redução gradual da dureza Vickers observada sugere que pode ter ocorrido a difusão progressiva do nitrogênio intersticialmente implantado em toda a faixa de espessura (ou *bulk*) da chapa tratada.

O perfil de dureza Vickers dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V obtidos para diferentes aportes térmicos e tratados por 3IP-AT é apresentado na Figura 4.69.

Nela, são indicadas as extensões aproximadas da ZF e ZTA observadas, bem como o limiar do MB inalterado.

Figura 4.69 – Perfis de dureza Vickers dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V obtidos para diferentes aportes térmicos e tratados por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Em seguida, os valores de dureza Vickers observados para os cordões de solda da liga Ti-6Al-4V obtidos para diferentes aportes térmicos e tratados por 3IP-AT foram classificados em faixas, sendo comparados em relação aos cordões de solda não-tratados conforme a Tabela 4.7. Nela, são indicadas as respectivas reduções percentuais máximas de dureza em relação aos menores níveis de dureza Vickers obtidos para os cordões de solda não-tratados.



Tabela 4.7 – Faixas de dureza Vickers observada para os cordões de solda da liga Ti-6Al-4V obtidos para diferentes aportes térmicos e tratados por 3IP-AT.

| Aporte térmico | ZF                      |           | ZTA                     |           | MB                      |           |
|----------------|-------------------------|-----------|-------------------------|-----------|-------------------------|-----------|
|                | HV (HV <sub>0,1</sub> ) | % Redução | HV (HV <sub>0,1</sub> ) | % Redução | HV (HV <sub>0,1</sub> ) | % Redução |
| 25 J/mm        | 368,4 – 355,4           | 16,3%     | 363,2 – 333,1           | 17,5%     | 359,8 – 261,6           | 25,3%     |
| 75 J/mm        | 437,5 – 327,7           | 5,8%      | 395,6 – 334,3           | 4,4%      | 384,4 – 326,7           | 9,5%      |

Nota: A redução percentual calculada é máxima, sendo relativa aos menores valores de dureza Vickers obtidos para os cordões de solda previamente obtidos (não-tratados por 3IP-AT), medidos nas regiões da ZF, ZTA e MB.

Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.69 e a Tabela 4.7, observa-se que, para todos os aportes térmicos empregados, houve a redução moderada dos níveis de dureza Vickers na ZF, ZTA e no MB nas proximidades do limiar considerado.

Para o aporte  $A_t$  de 25 J/mm, foi observada a maior redução nos níveis de dureza Vickers, sendo as máximas reduções percentuais calculadas de 16,3%, 17,5% e 25,3%, respectivamente para a ZF, a ZTA e o MB.

A redução nos níveis de dureza Vickers observados para o aporte  $A_t$  de 25 J/mm decorreu do alívio das tensões residuais oriundas da soldagem, após ter sido realizado o tratamento 3IP-AT (OLIVEIRA et al., 2018).

Já para o aporte  $A_t$  de 75 J/mm, foi observada uma ligeira redução nos níveis de dureza Vickers, sendo as máximas reduções percentuais calculadas de 5,8%, 4,4% e 9,5%, respectivamente para a ZF, a ZTA e o MB.

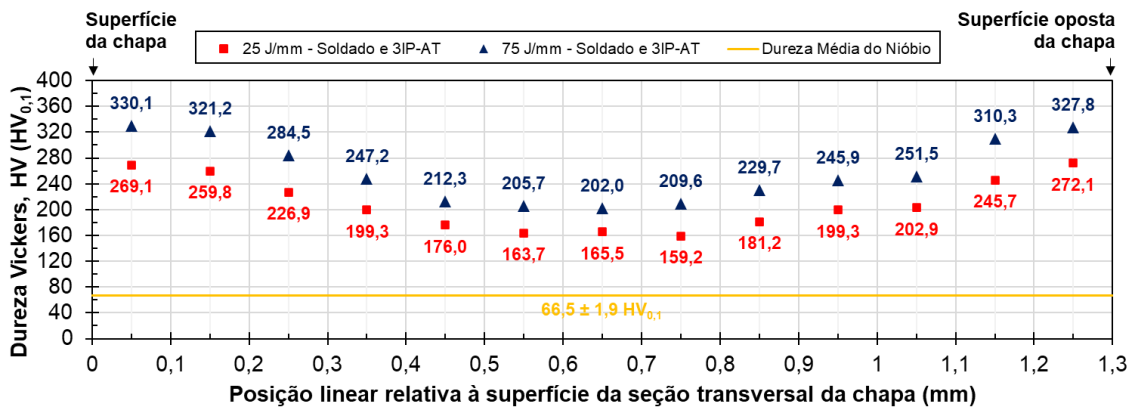
Em resumo, para o aporte  $A_t$  de 25 J/mm, a dureza Vickers da liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP-AT variou dispersamente na faixa de 260 – 370 HV<sub>0,1</sub>. Já para o aporte  $A_t$  de 75 J/mm, a dureza Vickers da liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP-AT variou dispersamente na faixa de 325 – 440 HV<sub>0,1</sub>.

Esta menor redução nos níveis de dureza Vickers observados para o aporte  $A_t$  de 75 J/mm, quando comparada à redução observada para o aporte  $A_t$  de 25

J/mm, sugere que o aumento de  $A_t$  resulta em maiores tensões residuais, principalmente nas ZF e ZTA, as quais foram parcialmente aliviadas.

Avaliou-se a influência do tratamento 3IP-AT realizado a 1200 °C sobre a dureza Vickers da ZF em cordões de solda de nióbio obtidos sob diferentes aportes térmicos. Assim, foram tomadas impressões lineares de dureza na linha de centro dos cordões de solda, tomando-se como referência a direção da espessura das chapas (com base na metodologia apresentada na Figura 3.12), resultando no gráfico da Figura 4.70.

Figura 4.70 – Perfis de dureza Vickers distribuída ao longo da espessura das chapas de nióbio soldadas a laser sob diferentes aportes térmicos e tratadas por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se o gráfico da Figura 4.70, observa-se que o tratamento 3IP-AT realizado, respectivamente, para os cordões de solda de nióbio obtidos a 25 J/mm e 75 J/mm, promoveu um expressivo aumento de dureza Vickers em ambos os casos.

Assim, nas proximidades das superfícies das chapas tratadas, para posições 0,05 mm abaixo de suas extremidades superficiais, os aumentos máximos de dureza Vickers observados foram de 297,8% (272,1 HV<sub>0,1</sub>) e 382,6% (330,1 HV<sub>0,1</sub>), respectivamente para os aportes térmicos de 25 J/mm e 75 J/mm.

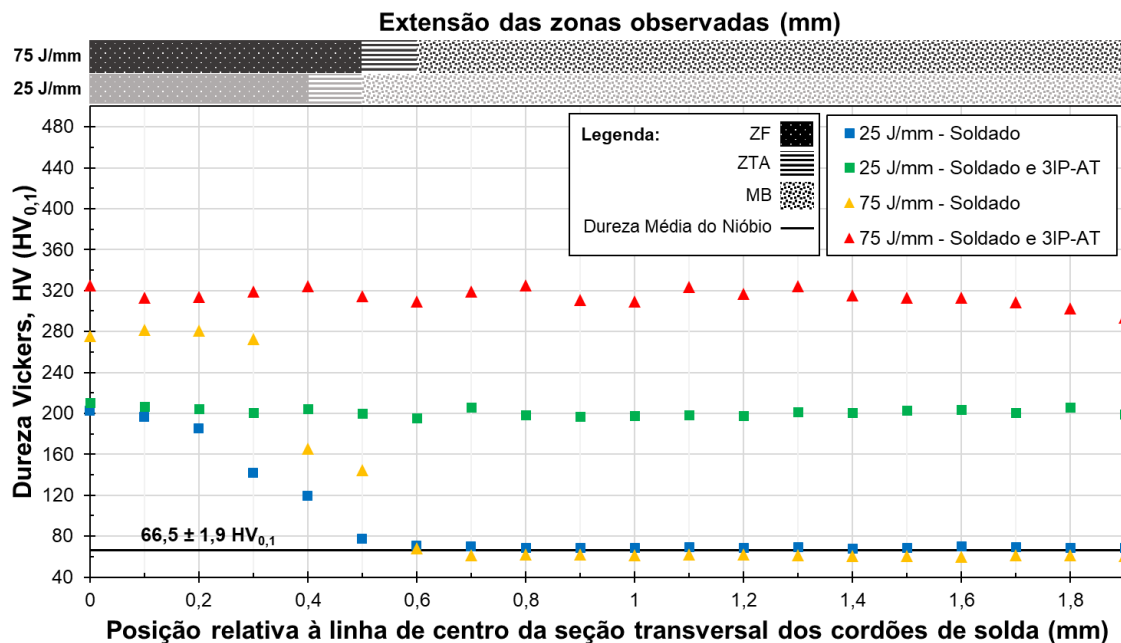


Ademais, evidenciou-se a redução gradual da dureza Vickers a partir das extremidades superficiais das chapas tratadas em direção à sua região central. Conseqüentemente, em torno da posição central de 0,65 mm das chapas tratadas, os valores de dureza Vickers observados foram da ordem de 160 HV<sub>0,1</sub> e 200 HV<sub>0,1</sub>, respectivamente para os aportes térmicos de 25 J/mm e 75 J/mm.

A redução gradual da dureza Vickers observada também sugere que pode ter ocorrido a difusão progressiva do nitrogênio intersticialmente implantado durante o tratamento 3IP-AT em toda a faixa de espessura (*bulk*) da chapa tratada.

O perfil de dureza Vickers dos cordões de solda de nióbio obtidos para diferentes aportes térmicos e tratados por 3IP-AT é apresentado na Figura 4.71. Nela, são indicadas as extensões aproximadas da ZF e ZTA observadas, bem como o limiar do MB inalterado.

Figura 4.71 – Perfis de dureza Vickers dos cordões de solda de nióbio obtidos para diferentes aportes térmicos e tratados por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Em seguida, os valores de dureza Vickers observados para os cordões de solda de nióbio obtidos para diferentes aportes térmicos e tratados por 3IP-AT foram

classificados em faixas, sendo comparados em relação aos cordões de solda não-tratados conforme a Tabela 4.8. Nela, são indicados os respectivos aumentos percentuais máximos de dureza em relação aos maiores níveis de dureza Vickers obtidos para os cordões de solda não-tratados.

Tabela 4.8 – Faixas de dureza Vickers observada para os cordões de solda de nióbio obtidos para diferentes aportes térmicos e tratados por 3IP-AT.

| Aporte térmico | ZF                      |           | ZTA                     |           | MB                      |           |
|----------------|-------------------------|-----------|-------------------------|-----------|-------------------------|-----------|
|                | HV (HV <sub>0,1</sub> ) | % Aumento | HV (HV <sub>0,1</sub> ) | % Aumento | HV (HV <sub>0,1</sub> ) | % Aumento |
| <b>25 J/mm</b> | 210,8 – 204,4           | 4,0%      | 204,4 – 199,7           | 163,1%    | 206,2 – 195,7           | 190,4%    |
| <b>75 J/mm</b> | 324,2 – 313,0           | 15,0%     | 324,2 – 309,7           | 124,2%    | 324,9 – 293,4           | 375,7%    |

Nota: O aumento percentual calculado é máximo, sendo relativo aos menores valores de dureza Vickers obtidos para os cordões de solda previamente obtidos (não-tratados por 3IP-AT), medidos nas regiões da ZF, ZTA e MB.

Fonte: Produção do autor.

Analisando-se a Figura 4.71 e a Tabela 4.8, observa-se que, para todos os aportes térmicos empregados, houve o aumento significativo dos níveis de dureza Vickers na ZF, ZTA e no MB nas proximidades do limiar considerado.

Para o aporte  $A_t$  de 25 J/mm, foi observado apenas um sutil aumento percentual máximo calculado de 4,0% na dureza Vickers para a ZF do cordão de solda tratado por 3IP-AT. Por outro lado, foram expressivos os aumentos percentuais de dureza Vickers calculados de 163,1% e 190,4%, respectivamente para a ZTA e o MB.

Já para o aporte  $A_t$  de 75 J/mm, foi observado um sutil aumento percentual máximo calculado de 15,0% na ZF do cordão de solda tratado por 3IP-AT. Porém foram expressivos os aumentos percentuais máximos de dureza Vickers calculados de 124,2% e 375,7%, respectivamente para a ZTA e o MB.

No entanto, para ambos os aportes térmicos, observa-se uma relativa homogeneidade nos níveis de dureza Vickers ao longo das ZF e ZTA, bem como no próprio MB não-soldado.

Em suma, para o aporte  $A_t$  de 25 J/mm, a dureza Vickers do nióbio tratado por 3IP-AT variou homogeneamente na faixa de 195 – 210 HV<sub>0,1</sub>. Já para o aporte  $A_t$  de 75 J/mm, a dureza Vickers do nióbio tratado por 3IP-AT variou homogeneamente na faixa de 295 – 325 HV<sub>0,1</sub>.

Conseqüentemente, supõe-se que, em decorrência da soldagem e do tratamento 3IP-AT realizado a 1200 °C por 2 horas, os elementos previamente dissolvidos na ZF e na ZTA, bem como o nitrogênio implantado através da superfície e difundido térmica e intersticialmente para o *bulk* metálico, foram complemente distribuídos e homogeneizados através da chapa de nióbio simultaneamente à recristalização, alterando sua composição química e distorcendo sua microestrutura, resultando nos significativos aumentos de dureza Vickers observados.

#### 4.3.3.2 Ensaio de dureza instrumentada

As durezas instrumentadas médias das camadas implantadas formadas sobre a superfície da ZF dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V e do nióbio tratados por 3IP-AT são apresentadas na Tabela 4.9.

Tabela 4.9 – Ensaio de dureza instrumentado realizados na camada implantada sobre a superfície da zona fundida dos cordões de solda para cada material tratado por 3IP-AT.

| Material  | H <sub>IT</sub> (MPa) | HV <sub>IT</sub> (HV <sub>IT</sub> ) |
|-----------|-----------------------|--------------------------------------|
| Ti-6Al-4V | 17190,2 ± 3703,5      | 1592,0 ± 343,0                       |
| Nióbio    | 9738,3 ± 6204,7       | 901,9 ± 574,6                        |

Fonte: Produção do autor.

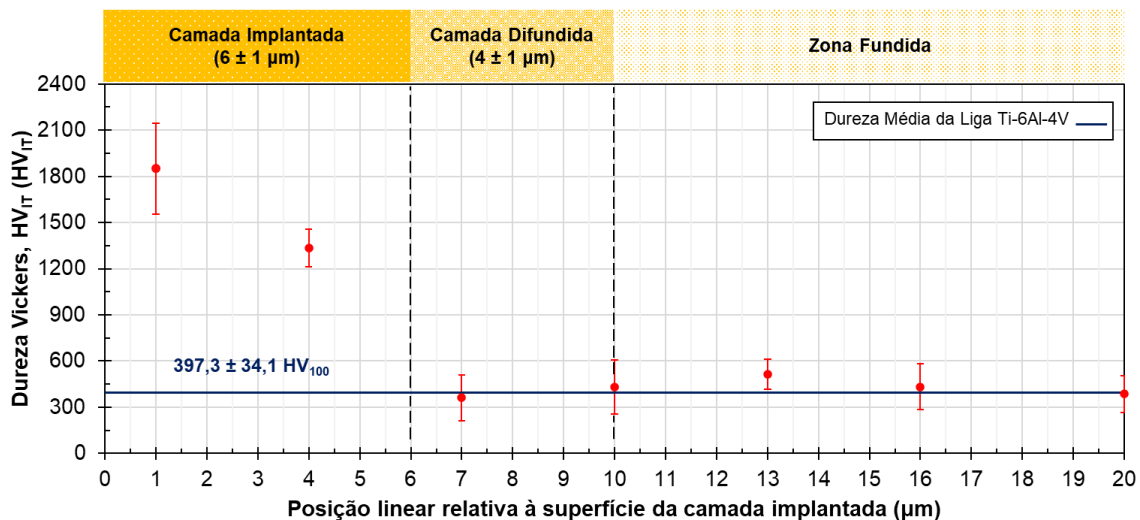
Analisando-se a Tabela 4.9, observa-se que, para o cordão de solda da liga Ti-6Al-4V, a dureza instrumentada média HV<sub>IT</sub> da camada implantada de nitretos

de titânio estáveis formada sobre a superfície da ZF foi de  $1592,0 \pm 343,0$  HV<sub>IT</sub>, variando ao longo de uma faixa de espessura de  $6 \pm 1$  µm.

Para o cordão de solda de nióbio, a dureza instrumentada média HV<sub>IT</sub> da camada implantada de nitretos e oxinitretos estáveis de nióbio formada sobre a superfície da ZF foi de  $901,9 \pm 574,6$  HV<sub>IT</sub>, variando ao longo de uma faixa de espessura de  $6 \pm 1$  µm.

No sentido de avaliar a influência do tratamento 3IP-AT sobre a distribuição da dureza instrumentada HV<sub>IT</sub> a partir da superfície do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado, foi tomado linearmente o perfil de dureza apresentado no gráfico da Figura 4.72, sendo cada ponto do gráfico uma média de 3 indentações alinhadas, resultando em variações nos desvios-padrão calculados.

Figura 4.72 – Perfil de dureza instrumentada tomado linearmente a partir da superfície do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT.

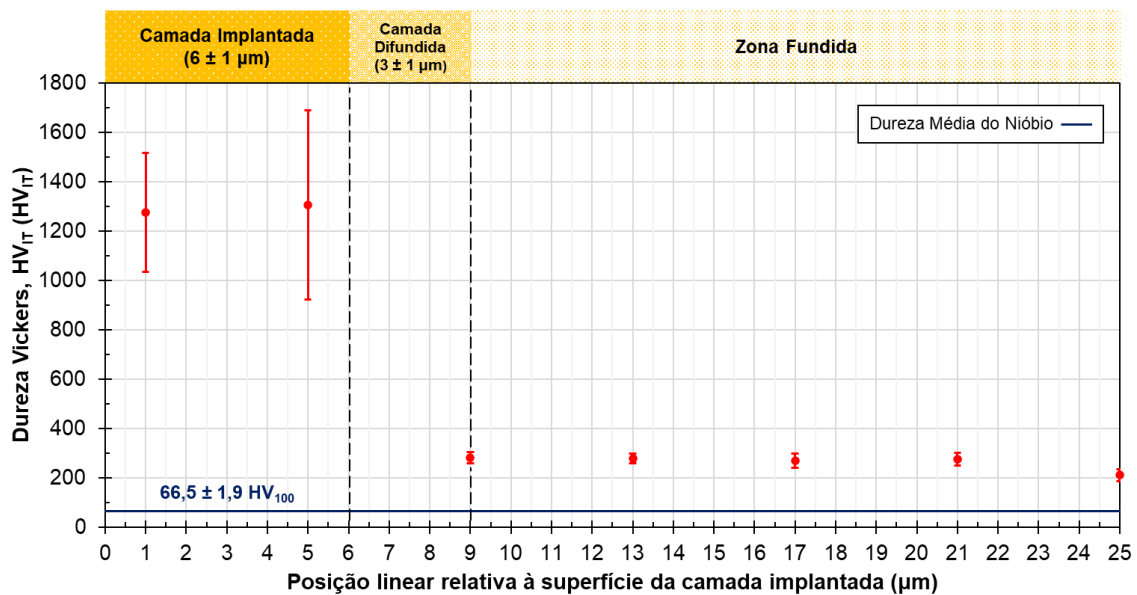


Fonte: Produção do autor.

Analisando-se o gráfico da Figura 4.72, observa-se que a dureza instrumentada HV<sub>IT</sub> da camada implantada variou na faixa de 1850,1 – 675,0 HV<sub>IT</sub>, distribuída ao longo de uma espessura média de  $6 \pm 1$  µm. Para a camada difundida, a dureza instrumentada HV<sub>IT</sub> variou na faixa de 675,0 – 363,1 HV<sub>IT</sub>, distribuída ao longo de uma espessura média de  $4 \pm 1$  µm. Para a ZF, a dureza instrumentada HV<sub>IT</sub> variou na faixa de 513,1 – 385,3 HV<sub>IT</sub>.

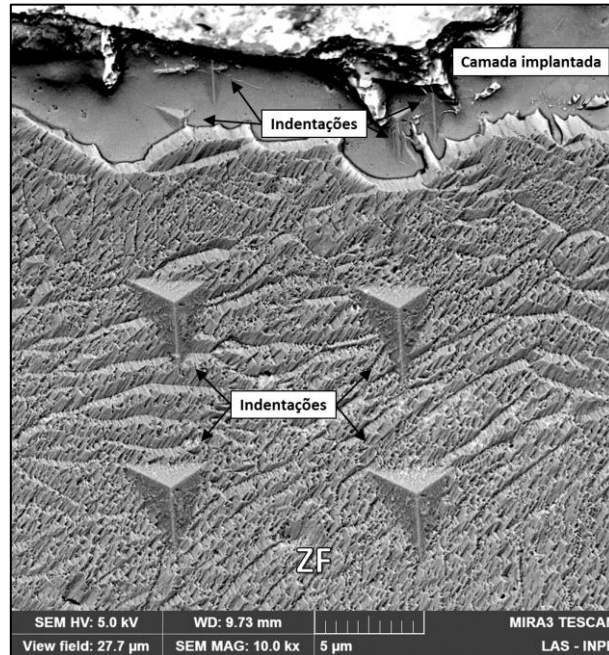
No sentido de avaliar a influência do tratamento 3IP-AT sobre a distribuição de dureza instrumentada  $HV_{IT}$  ao longo da seção transversal da ZF do cordão de solda do nióbio tratado, foi tomado linearmente o perfil de dureza apresentado no gráfico da Figura 4.73 e na micrografia da Figura 4.74, sendo cada ponto do gráfico uma média de 3 indentações alinhadas, resultando em variações nos desvios-padrão calculados.

Figura 4.73 – Perfil de dureza instrumentada tomado linearmente a partir da superfície da zona fundida do cordão de solda do nióbio tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Figura 4.74 – Perfil de dureza instrumentada tomado linearmente a partir da camada implantada sobre a superfície do cordão de solda do nióbio tratado por 3IP-AT.



Fonte: Produção do autor.

Analisando-se o gráfico da Figura 4.73, observa-se que a dureza instrumentada  $HV_{IT}$  da camada implantada variou na faixa de 1305,9 – 1050,0  $HV_{IT}$ , distribuída ao longo de uma espessura média de  $6 \pm 1 \mu\text{m}$ . Para a camada difundida, a dureza instrumentada  $HV_{IT}$  variou na faixa de 1050,0 – 282,3  $HV_{IT}$ , distribuída ao longo de uma espessura média de  $3 \pm 1 \mu\text{m}$ . Para a ZF, a dureza instrumentada  $HV_{IT}$  variou na faixa de 282,3 – 210,8  $HV_{IT}$ .

## 5 CONCLUSÃO

Na primeira fase, as caracterizações preliminares realizadas para os materiais recebidos possibilitaram conhecer sua composição química, estrutura (micro e macro) e propriedades de natureza cristalográfica e mecânicas de dureza, subsidiando as caracterizações posteriores realizadas nas segunda e terceira fases e fornecendo referências para comparações subsequentes.

Na segunda fase, os parâmetros e a metodologia propostos para a soldagem autógena por *laser* Yb:fibra, bem como as cartas de processamento e equações geradas em função do aporte térmico empregado para cada material recebido, foram consideradas ferramentas úteis, pois permitirão que o processo seja posteriormente realizado com reprodutibilidade e repetibilidade, estimando-se com confiabilidade as características dimensionais e geométricas dos cordões obtidos para aportes térmicos de até 100 J/mm, e como uma referência preliminar para aportes térmicos extrapolados na faixa de 100 – 200 J/mm, embora seja necessária uma validação empírica futura.

Além disso, observou-se que o sistema de proteção gasosa empregado na soldagem em ambos os materiais não foi totalmente capaz de evitar a oxidação para níveis mínimos desejáveis (com concentrações da ordem de dezenas ou centenas de ppm ou sem que haja a formação de fases adicionais de óxidos estáveis), resultando no aumento dos níveis de dureza Vickers dos cordões de solda obtidos. Assim, foram obtidos aumentos sutis nos níveis de dureza de 23,7% e 16,8%, respectivamente para a ZF e ZTA de cordões de solda da liga Ti-6Al-4V obtidos a 50 J/mm, e aumentos expressivos de 312,3% e 111,4%, respectivamente para a ZF e ZTA de cordões de solda de nióbio obtidos a 75 J/mm. Logo, concluiu-se que o sistema de proteção gasosa deve ser posteriormente otimizado para mitigar o problema da oxidação, uma vez que teores excessivos de oxigênio na composição da ZF e ZTA dos cordões de solda podem ser deletérios às propriedades mecânicas de resistência à tração, à fadiga e à fluência, entre outras características.

Na terceira fase, os parâmetros e a metodologia propostos para o tratamento de implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio (3IP-AT) dos cordões de solda obtidos para ambos os materiais, mostraram-se eficazes na formação de camadas superficiais implantadas e modificadas compostas por suas respectivas fases de nitretos (e oxinitretos) estáveis, com composições, estruturas (micro e macroestruturais) e propriedades de natureza cristalográfica e mecânica de dureza significativamente distintas do *bulk* metálico da ZF e ZTA. Assim, em decorrência do tratamento 3IP-AT as camadas superficiais formadas apresentaram elevados níveis de dureza Vickers, sendo de  $1592,0 \pm 343,0$  HV<sub>IT</sub> e  $901,9 \pm 574,6$  HV<sub>IT</sub>, respectivamente para a liga Ti-6Al-4V e para o nióbio, além de alterar tridimensionalmente a distribuição de dureza Vickers ao longo de diferentes regiões dos cordões de solda analisados.

## 5.1 Sumário conclusivo

A partir dos resultados obtidos em cada fase deste trabalho experimental, apresenta-se a seguir um sumário com as principais conclusões para a segunda e terceira fases do trabalho experimental.

## 5.2 Segunda fase: soldagem autógena por *laser* Yb:fibra

As cartas de processamento e equações geradas para a soldagem autógena por *laser* Yb:fibra do nióbio e da liga Ti-6Al-4V possibilitaram:

- a) Determinar a respectiva influência do aporte  $A_t$  empregado sobre a eficiência  $\eta_f$  volumétrica e sobre os aspectos geométricos dos cordões de solda resultantes para cada material, tais como sua profundidade  $p_c$ , largura  $l_c$  e razão de aspecto  $r_a$ .

Por meio da caracterização cristalográfica e da composição química dos cordões de solda de nióbio, identificou-se que estes apresentaram:

- a) Uma concentração de 17,5% de átomos de O, indicando a provável dissolução de O<sub>2</sub> na poça de fusão aquecida durante a soldagem, bem como a conseqüente difusão intersticial de átomos de O no retículo



cristalino, corroborando para a hipótese de formação de óxidos estáveis de nióbio do tipo  $Nb_xO_y$  nesta região e suas proximidades, conforme as análises por EDS realizadas na região da ZF;

- b) A formação das fases de óxidos estáveis NbO (cúbica) e  $Nb_2O_5$  (ortorrômbica), ambas resultantes da oxidação durante a soldagem, a partir das análises por DRX realizadas.

Já para liga Ti-6Al-4V, a caracterização cristalográfica e da composição química dos cordões de solda possibilitou:

- a) Identificar a concentração de 10,1% de átomos de O na região da ZF, embora o material recebido apresentasse previamente em sua composição indícios da fase de óxido estável de titânio  $TiO_2$  (tetragonal) na superfície, por meio das análises por EDS realizadas;
- b) Identificar, além da presença da fase de óxido estável de titânio  $TiO_2$  (tetragonal) na ZF, a formação das fases de óxidos estáveis de alumínio  $Al_2O_3$  (trigonal) e de vanádio  $VO_2$  (tetragonal), por meio das análises de DRX realizadas.

A caracterização cristalográfica e da composição química dos cordões de solda realizada para ambos os materiais evidenciou o surgimento de tensões residuais de natureza trativa e compressiva na rede cristalina dos cordões de solda, devido aos desvios angulares observados nas análises de DRX realizadas.

Os resultados das análises de DRX e EDS também indicaram que houve a dissolução de  $O_2$  em teores significativos para o interior da poça de fusão na soldagem em ambos os materiais, resultando na formação de óxidos estáveis na ZF.

A partir da caracterização macroestrutural dos cordões de solda de nióbio por MO, observou-se que:

- a) Para aportes  $A_t$  da ordem de 5 J/mm, a soldagem ocorreu exclusivamente em modo por condução, tendo em vista a geometria de calota hemisférica formada na ZF;

- b) Aumentando-se o aporte  $A_t$  para valores em torno de 30 J/mm, a soldagem ocorreu na transição do modo de condução para o de penetração (*keyhole*), considerando-se a formação de uma calota hemisférica aprofundada na raiz do cordão de solda na ZF;
- c) Para aportes  $A_t$  mais elevados, superiores a 65 J/mm, a soldagem foi realizada majoritariamente em modo *keyhole*, resultando na penetração excessiva da energia do feixe *laser* na raiz do cordão de solda na ZF.

Já com o auxílio da caracterização macroestrutural dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V por MO, evidenciou-se que:

- a) O modo de soldagem por penetração (*keyhole*) ocorre para aportes  $A_t$  da ordem de 25 J/mm;
- b) A penetração excessiva da energia do feixe *laser* na raiz do cordão de solda na ZF ocorre para aportes  $A_t$  da ordem de 70 J/mm.

Por meio da caracterização microestrutural dos cordões de solda de nióbio, confirmou-se por meio das análises por MO e MEV que:

- a) Ocorreu a precipitação na ZF das fases de óxidos de nióbio NbO (cúbica) e Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (ortorrômbica), ambas com morfologia prismática, para quaisquer aportes térmicos empregados;
- b) Ocorreu a formação de bandas de deformação expressivas na ZF, oriundas da rápida fusão e ressolidificação da poça de fusão, embora tenha sido preservada a microtextura dos grãos de nióbio.

A partir da caracterização microestrutural dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V, observou-se por meio das análises por MO e MEV que estes são constituídos por:

- a) Uma microestrutura na ZF majoritariamente composta pela fase acicular martensítica  $\alpha'$ , tendo sido evidenciados nesta região a presença de microconstituintes martensíticos, tais como maclas, ripas e/ou agulhas martensíticas finas, com tamanhos da ordem de 1  $\mu\text{m}$ ;

- b) Diferentes frações volumétricas das fases  $\alpha'$  e  $\beta$  retida na ZF, variando de acordo com o aporte  $A_t$  empregado, uma vez que a energia de soldagem define as respectivas temperaturas, gradientes térmicos, taxas de resfriamento e solidificação da poça de fusão;
- c) Uma microestrutura na ZTA composta por grãos colunares das fases  $\alpha$  lamelar e  $\beta$  intergranular (ou interlamelar), bem como por microconstituintes martensíticos finos e dispersos da fase  $\alpha'$  acicular em toda sua extensão.

Em relação à caracterização mecânica de dureza Vickers com microindentador realizada para os cordões de solda de nióbio, observou-se que:

- a) Para todos os aportes térmicos empregados, ocorreu o aumento significativo dos níveis de dureza Vickers na ZF e na ZTA, bem como o acréscimo de dureza menos expressivo no MB, devido à dispersão de óxidos de nióbio precipitados;
- b) Os maiores níveis de dureza foram obtidos para o aporte  $A_t$  de 75 J/mm, tendo a dureza Vickers na ZF variado na faixa de 282,0 – 144,6 HV<sub>0,1</sub> e na ZTA variado na faixa de 144,6 – 68,3 HV<sub>0,1</sub>.

Em relação à caracterização mecânica de dureza Vickers com microindentador realizada para os cordões de solda da liga Ti-6Al-4V, identificou-se que:

- a) Ocorreu apenas o aumento moderado dos níveis de dureza Vickers na ZF e na ZTA para todos os aportes térmicos empregados;
- b) Os maiores níveis de dureza Vickers foram obtidos para o aporte  $A_t$  de 50 J/mm, tendo a dureza Vickers na ZF variado na faixa de 533,6 – 420,0 HV<sub>0,1</sub> e na ZTA variado na faixa de 503,7 – 386,0 HV<sub>0,1</sub>.

### **5.3 Terceira fase: implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT)**

Com o auxílio da caracterização cristalográfica e da composição química dos cordões de solda de nióbio tratados por 3IP-AT, identificou-se que:

- a) Houve uma concentração de 20,5% de átomos de N na região da camada implantada formada sobre a ZF, conforme análises por EDS de área realizadas nesta região;
- b) O N implantado na superfície do cordão de solda foi difundido termicamente para o bulk da ZF, ocupando homoganeamente os interstícios e/ou vacâncias do retículo cristalino nesta região, tendo sido localizado em profundidades superiores a 15  $\mu\text{m}$  abaixo da superfície, conforme as análises por EDS com varreduras lineares realizadas;
- c) Ocorreu a formação de uma camada difundida sob a camada implantada, apresentando uma espessura da ordem de algumas unidades de micrometros e exibindo composições químicas distintas da camada implantada e da ZF tratada, conforme as análises por EDS com varreduras lineares realizadas;
- d) Houve a formação das fases estáveis de nitretos de nióbio NbN hexagonal (fase  $\eta$ ) e Nb<sub>2</sub>N trigonal (fase  $\beta$ ) na camada implantada, bem como da fase de oxinitreto de nióbio NbON monoclinica, uma vez que seus picos e famílias de planos identificados, bem como suas respectivas posições, intensidades difratadas e distâncias interplanares calculadas foram compatíveis com as referências consideradas nas análises de DRX realizadas;
- e) O tratamento 3IP-AT modificou as tensões residuais internas do cordão de solda, dados os desvios angulares entre os picos difratados observados nas análises de DRX realizadas.

A caracterização cristalográfica e da composição química dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT confirmou que:

- a) Houve uma concentração de 17,0% de átomos de N na camada implantada sobre a ZF, conforme as análises de EDS de área realizadas nesta região;
- b) O N implantado através da superfície do cordão de solda foi difundido termicamente para o bulk da ZF, ocupando homoganeamente os interstícios e/ou vacâncias do retículo cristalino nesta região, tendo sido

localizado em profundidades superiores a 23  $\mu\text{m}$  sob a superfície, conforme as análises por EDS com varreduras lineares realizadas;

- c) Ocorreu a formação de uma camada difundida sob a camada implantada, com espessura da ordem de algumas unidades de micrometros, apresentando composições químicas distinta da camada implantada e da ZF tratada, conforme as análises por EDS com varreduras lineares realizadas;
- d) A formação das fases estáveis de nitretos de titânio TiN cúbica (fase  $\delta$ ) e  $\text{Ti}_2\text{N}$  tetragonal (fase  $\epsilon$ ) na camada implantada, uma vez que seus picos e famílias de planos identificados, bem como suas respectivas posições, intensidades difratadas e distâncias interplanares calculadas foram compatíveis com as referências consideradas nas análises de DRX realizadas;
- e) O tratamento 3IP-AT alterou as tensões residuais internas do cordão de solda, dados os desvios angulares entre os picos difratados observados nas análises de DRX realizadas.

No que tange a caracterização macroestrutural por MO dos cordões de solda tratados por 3IP-AT, tanto para os cordões de solda de nióbio e da liga Ti-6Al-4V, observou-se que:

- a) O tratamento 3IP-AT não ocasionou a formação de fases líquidas, isto é, evitando a conseqüente refusão e solidificação da ZF e tampouco resultou em deformações plásticas ou defeitos aparentes nas superfícies analisadas.

Na caracterização microestrutural por MO e MEV dos cordões de solda de nióbio tratados por 3IP-AT, identificou-se que:

- a) Ocorreu a formação de uma camada implantada composta por nitretos ( $\text{NbN}$  e  $\text{Nb}_2\text{N}$ ) e oxinitretos ( $\text{NbON}$ ) de nióbio na superfície do MB (com espessura média de  $5 \pm 1 \mu\text{m}$ ) e na ZF (com espessura média de  $6 \pm 1 \mu\text{m}$ );

- b) Tanto para o MB como para a ZF, ocorreu a recristalização estática dos grãos próximos à superfície modificada pelo tratamento 3IP-AT;
- c) Para o MB, houve a nucleação e o crescimento de novos grãos equiaxiais ultrafinos, com tamanhos de grãos com diâmetros da ordem de 10  $\mu\text{m}$  ou até inferiores;
- d) Para a ZF, evidenciou-se a nucleação e o crescimento simultâneos de novos grãos equiaxiais ultrafinos (com diâmetros médios da ordem de 8  $\mu\text{m}$ ) e grãos colunares (com comprimentos máximos na faixa de 40 – 50  $\mu\text{m}$  e razões de aspecto variando na faixa de 1:2 até 1:10);
- e) Houve a formação de uma camada difundida sob a camada implantada, com espessura média da ordem de  $3 \pm 1 \mu\text{m}$ ;
- f) Foram formados ao longo da camada difundida nitretos e/ou oxinitretos dispersos, com diâmetros da ordem de 1  $\mu\text{m}$ .

A caracterização microestrutural por MO e MEV dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V tratados por 3IP-AT possibilitou observar que:

- a) A camada implantada composta por nitretos de titânio ( $\text{TiN}$  e  $\text{Ti}_2\text{N}$ ) foi formada sobre a superfície do MB (com espessura média da ordem de  $2 \pm 1 \mu\text{m}$ ) e sobre a superfície da ZF (com espessura média da ordem de  $4 \pm 1 \mu\text{m}$ );
- b) O arranjo microestrutural do MB foi preservado, uma vez que foram observadas as colônias lamelares das fases  $\alpha$  e  $\beta$  intercaladas;
- c) O arranjo microestrutural da ZF foi preservado, uma vez que foram observados os microconstituintes martensíticos finos do tipo agulha e/ou ripas, com seu respectivo padrão do tipo *Basketweave*;
- d) Houve a formação de uma camada difundida sob a camada implantada no MB (com espessura média da ordem de  $2 \pm 1 \mu\text{m}$ ) e na ZF (com espessura média da ordem de  $4 \pm 1 \mu\text{m}$ ).

Por meio da caracterização mecânica de dureza dos cordões de solda de nióbio tratados por 3IP-AT, concluiu-se que:

- a) O tratamento 3IP-AT promoveu um expressivo aumento da dureza Vickers obtida com microindentador, independentemente do aporte  $A_t$  empregado, homogeneamente em todas as chapas tratadas;
- b) Para o aporte  $A_t$  de 25 J/mm, a dureza Vickers do nióbio tratado por 3IP-AT variou homogeneamente na faixa de 195 – 210  $HV_{0,1}$  ao longo da ZF, ZTA e MB;
- c) Para o aporte  $A_t$  de 75 J/mm, a dureza Vickers do nióbio tratado por 3IP-AT variou homogeneamente na faixa de 295 – 325  $HV_{0,1}$  ao longo da ZF, ZTA e MB;
- d) Nas proximidades das superfícies das chapas tratadas, na região da ZF, para posições 0,05 mm abaixo de suas extremidades superficiais, os aumentos máximos de dureza Vickers observados foram de 309,2% (272,1  $HV_{0,1}$ ) e 396,4% (330,1  $HV_{0,1}$ ), respectivamente para os aportes térmicos de 25 J/mm e 75 J/mm;
- e) Ocorreu a redução gradual da dureza Vickers a partir das extremidades superficiais das chapas tratadas em direção à sua região central, uma vez que, em torno da posição central de 0,65 mm das chapas tratadas, na região da ZF, os valores de dureza Vickers obtidos foram da ordem de 160  $HV_{0,1}$  e 200  $HV_{0,1}$ , respectivamente para os aportes térmicos de 25 J/mm e 75 J/mm;
- f) A dureza instrumentada média  $HV_{IT}$  da camada implantada de nitretos e oxinitretos estáveis de nióbio formada sobre a superfície da ZF foi de  $901,9 \pm 574,6$   $HV_{IT}$ , considerando-se a média dos valores de dureza cujas impressões foram tomadas ao longo de faixa de espessura de  $6 \pm 1$   $\mu\text{m}$  em relação à superfície do cordão de solda;
- g) Em uma varredura linear (ou perfil), a dureza instrumentada  $HV_{IT}$  da camada implantada variou na faixa de 1305,9 – 1050,0  $HV_I$ , distribuída ao longo de uma espessura média de camada com extensão de  $6 \pm 1$   $\mu\text{m}$ . Para a camada difundida, a dureza instrumentada  $HV_{IT}$  variou na faixa de 1050,0 – 282,3  $HV_{IT}$ , distribuída ao longo de uma espessura média de camada com extensão de  $3 \pm 1$   $\mu\text{m}$ . Para a ZF, a dureza instrumentada  $HV_{IT}$  variou na faixa de 282,3 – 210,8  $HV_{IT}$ .

Por meio da caracterização mecânica de dureza dos cordões de solda da liga Ti-6Al-4V tratados por 3IP-AT, determinou-se que:

- a) Para posições até 0,35 mm abaixo das extremidades superficiais das chapas tratadas, evidenciaram-se níveis de dureza Vickers da ordem de 400 HV<sub>0,1</sub> ou superiores, indicando que pode ter ocorrido a difusão intersticial do nitrogênio tridimensionalmente implantado até esta profundidade do *bulk*;
- b) Nas proximidades das superfícies das chapas tratadas, na região da ZF, para posições 0,05 mm abaixo de suas extremidades superficiais, os aumentos máximos de dureza Vickers observados foram de 5,5% (419,0 HV<sub>0,1</sub>) e 18,8% (472,2 HV<sub>0,1</sub>), respectivamente para os aportes térmicos de 25 J/mm e 75 J/mm;
- c) Para o aporte A<sub>t</sub> de 25 J/mm, a dureza Vickers da liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP-AT variou dispersamente na faixa de 260 – 370 HV<sub>0,1</sub> ao longo da ZF, da ZTA e do MB;
- d) Para o aporte A<sub>t</sub> de 75 J/mm, a dureza Vickers da liga Ti-6Al-4V tratada por 3IP-AT variou dispersamente na faixa de 325 – 440 HV<sub>0,1</sub> ao longo da ZF, da ZTA e do MB;
- e) A dureza instrumentada média HV<sub>IT</sub> da camada implantada de nitretos estáveis de titânio formada sobre a superfície da ZF foi de 1592,0 ± 343,0 HV<sub>IT</sub>, considerando-se a média dos valores de dureza cujas impressões foram tomadas ao longo de faixa de espessura de 6 ± 1 µm em relação à superfície do cordão de solda;
- f) Em uma varredura linear (ou perfil), a dureza instrumentada HV<sub>IT</sub> da camada implantada variou na faixa de 1850,1 – 675,0 HV<sub>IT</sub>, distribuída ao longo de uma espessura média de camada com extensão de 6 ± 1 µm. Para a camada difundida, a dureza instrumentada HV<sub>IT</sub> variou na faixa de 675,0 – 363,1 HV<sub>IT</sub>, distribuída ao longo de uma espessura média de camada com extensão de 4 ± 1 µm. Para a ZF, a dureza instrumentada HV<sub>IT</sub> variou na faixa de 513,1 – 385,3 HV<sub>IT</sub>.



## **6 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS**

Considerando-se o escopo deste trabalho experimental e os resultados obtidos, sugere-se a seguir possíveis temas e propostas de trabalhos futuros.

### **6.1 Ensaio de tração nos metais de base e corpos de prova soldados a *laser*, ambos tratados por 3IP-AT**

Realizar o ensaio de tração em corpos de prova contendo cordões de solda autógenos obtidos a *laser*, individualmente para cada material, e posteriormente para as respectivas juntas soldadas e tratadas por 3IP-AT para implantação e difusão de nitrogênio.

Utilizar como referência as cartas de processamento a *laser* geradas e os parâmetros do tratamento 3IP-AT empregados neste trabalho experimental.

Conseqüentemente, avaliar a eficiência das juntas soldadas e tratadas por 3IP-AT em relação ao MB. Determinar suas respectivas propriedades mecânicas de resistência à tração, módulo de elasticidade, ductilidade, resiliência e tenacidade.

Em seguida, realizar análises fractográficas das respectivas superfícies de fratura por meio de MEV.

### **6.2 Resistência à corrosão e/ou oxidação dos metais de base e cordões de solda autógenos obtidos a *laser*, ambos tratados por 3IP-AT**

Avaliar a resistência à corrosão e/ou oxidação dos metais de base tratados por 3IP-AT, bem como dos respectivos cordões de solda autógenos obtidos a *laser* e posteriormente tratados por 3IP-AT para a implantação e difusão de nitrogênio.

### **6.3 Resistência à fadiga e/ou fluência dos metais de base e cordões de solda autógenos obtidos a *laser*, ambos tratados por 3IP-AT**

Avaliar a resistência à fadiga e/ou fluência dos metais de base tratados por 3IP-AT, bem como dos respectivos cordões de solda autógenos obtidos a *laser* e posteriormente tratados por 3IP-AT para a implantação e difusão de nitrogênio.

#### **6.4 Fator de qualidade elétrico ( $Q_e$ ) de cordões de solda autógenos de nióbio obtidos a *laser* e tratados por 3IP-AT**

Avaliar o fator de qualidade elétrico ( $Q_e$ ) de cordões de solda autógenos obtidos a *laser* e tratados por 3IP-AT para a implantação e difusão de nitrogênio no nióbio.

#### **6.5 Soldagem autógena a *laser* dissimilar entre a liga Ti-6Al-4V e o nióbio e tratamento 3IP-AT dos cordões de solda dissimilares**

Realizar a soldagem a *laser* dissimilar entre a liga Ti-6Al-4V e o nióbio para diferentes aportes térmicos, utilizando-se como referência as cartas de processamento geradas neste trabalho. Caracterizar química, estrutural e mecanicamente os cordões de solda dissimilares obtidos.

Realizar o tratamento 3IP-AT para diferentes parâmetros de processo (por exemplo, tempos e temperaturas de tratamento) nos cordões de solda dissimilares obtidos na soldagem a *laser* entre a liga Ti-6Al-4V e o nióbio. Caracterizar química, estrutural e mecanicamente os cordões de solda dissimilares tratados por 3IP-AT obtidos.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN SOCIETY FOR METALS (ASM). **ASM handbook volume 3**: alloy phase diagrams. Kinsman Road Materials Park: ASM, 2016. 800 p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). **ASTM E384 – 17**: standard test method for microindentation hardness of materials. West Conshohocken, 2017. 40 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM E92 – 17**: standard test methods for Vickers hardness and Knoop hardness of metallic materials. West Conshohocken, 2017. 27 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM E539 – 19**: standard test method for analysis of titanium alloys by wavelength dispersive x-ray fluorescence spectrometry. West Conshohocken, 2019. 10 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM E2546 – 15**: standard practice for instrumented indentation testing. West Conshohocken, 2015. 24 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM E1508 - 12a**: standard guide for quantitative analysis by energy-dispersive spectroscopy. West Conshohocken, 2019. 9 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM B392 – 18**: standard specification for niobium and niobium alloy bar, rod, and wire. West Conshohocken, 2018. 4 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM B348 / B348M – 19**: standard specification for titanium and titanium alloy bars and billets. West Conshohocken, 2019. 9 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM E384 – 17**: standard test method for microindentation hardness of materials. West Conshohocken, 2017. 40 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM E112 – 13**: standard test methods for determining average grain size. West Conshohocken, 2013. 28 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM E3 - 11**: standard guide for preparation of metallographic specimens. West Conshohocken, 2017. 12 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM E7 - 17**: standard terminology relating to metallography. West Conshohocken, 2017. 33 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM E175-82**: standard terminology of microscopy. West Conshohocken, 2017. 4 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM E673-03**: standard terminology relating to surface analysis. West Conshohocken, 2017. 10 p.

\_\_\_\_\_. **ASTM E407 - 07e1**: standard practice for microetching metals and alloys. West Conshohocken, 2015. 22 p.

AMERICAN WELDING SOCIETY (AWS). **AWS A3.0M/A3.0:2020**: standard welding terms and definitions: including terms for adhesive bonding, brazing, soldering, thermal cutting, and thermal spraying. Miami, 2020. 190 p.

ANDEROGLU, O. **Residual stress measurement using x-ray diffraction**. 2004. 209 p. Dissertação (Mestrado) – Texas A&M University, Texas, 2004. Disponível em: <<https://core.ac.uk/download/pdf/4268964.pdf>> Acesso em: 30 jun. 2021.

BACCI, T. G. et al. Surface engineering and chemical characterization in ion-nitrided titanium and titanium alloys. **Journal of Materials Science**, v. 25, p. 4309–4314, 1990.

BASKUTIS, S.; VASAUSKAS, V.; ŽUNDA, A. Nano and microhardness testing of heterogeneous structures. **Mechanika**, v. 22, n. 2, p. 85-89, 2016.

BELL, T. H. W. et al. Surface engineering of titanium with nitrogen. **Surface Engineering**, v. 2, p. 133–143, 1986.

BERGSTRÖM, D. **The absorption of laser light by rough metal surfaces**. 2008. 209 p. Tese (Doutorado) - Luleå University of Technology, Luleå, 2008. Disponível em: <<http://www.diva-portal.org/smash/record.jsf?pid=diva2:113950>> Acesso em: 15 fev. 2020.

BIRD, R. B.; STEWART, W. E.; LIGHTFOOT, E. N. **Transport phenomena**. [S.l.]: John Wiley and Sons, 1960. 780 p.

BLACKBURN, J. Laser welding of metals for aerospace and other applications. In: CHATURVEDI, M. C. (Ed.). **Welding and joining of aerospace materials**. Cambridge: Woodhead, 2012. Chap. 3, p. 75-108.

- BOHM, D. Qualitative description of the arc plasma in a magnetic field. In: GUTHRIE, A.; WAKERLING, R. K. (Ed.). **The characteristics of electrical discharges in magnetic fields**. New York: McGraw-Hill, 1949, 2018. Chap. 1, p. 1-12.
- BORCZ, C.; LEPIENSKI, C. M.; BRUNATTO, S. F. Surface modification of pure niobium by plasma nitriding. **Surface & Coatings Technology**, v. 224, p. 114-119, 2013.
- BRÜCKNER, M.; SCHÄFER, J. H.; UHLENBUSCH, J. Ellipsometric measurement of the optical constants of solid and molten aluminum and copper at  $\lambda = 10.6 \mu\text{m}$ . **Journal of Applied Physics**, v. 66, p. 1326–1332, 1989.
- BRÜCKNER, M. et al. Measurements of the optical constants of solid and molten gold and tin at  $\lambda = 10.6 \mu\text{m}$ . **Journal of Applied Physics**, v. 70, p. 1642–1647, 1991.
- BU, H. et al. Comparative study on microstructure and aluminum distribution between laser beam welding and electron beam welding of Ti-6Al-4V alloy plates. **Metals and Materials International**, v. 27, p. 3449-3461, 2021.
- BURGUERS, W. G. On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium. **Physica**, v. 1, n. 7-12, p. 561-586, 1934.
- CAO, X. et al. Tolerances of joint gaps in Nd:YAG laser welded Ti-6Al-4V alloy with the addition of filler wire. **Journal of Laser Applications**, v. 23, e 012004, 2011.
- CHEN, F. F. **Introduction to plasma physics and controlled fusion**. Cham: Springer, 2016. 490 p.
- CHILD, C. D. Discharge from hot CaO. **Physical Review Journals Archive**, v. 32, n. 5, p. 492-511, 1911.
- CLEMMOW, P. C.; DOUGHERTY, J. P. **Electrodynamics of particles and plasmas**. [S.l.]: CRC Press, 1969. 484 p.

COHEN, M. I. Melting of half-space subjected to constant heat input. **Journal of the Franklin Institute**, v. 283, p. 271–285, 1967.

CONRAD, J. R. et al. Plasma source ion-implantation technique for surface modification of materials. **Journal of Applied Physics**, v. 62, p. 4591-4596, 1987.

DONACHIE, M. J. J. **Titanium: a technical guide**. [S.I.]: ASM International, 2000. 381 p.

DUCHARME, R.; KAPADIA, P.; DOWDEN, J. M. The collapse of the keyhole in the laser welding of materials. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON APPLICATIONS OF LASERS AND ELECTRO-OPTICS (ICALEO), 1993. **Proceedings...** 1993.

DULEY, W. W. **Laser welding**. [S.I.]: Wiley, 1999. 264 p.

EL-HOSSARY, F. M. et al. Properties of titanium oxynitride prepared by RF plasma. **Advances in Chemical Engineering and Science**, v.5, p. 1-14, 2015.

FARHA, A H. **Investigation of NbN<sub>x</sub> thin films and nanoparticles grown by pulsed laser deposition and thermal diffusion**. 2013. 229 p. Tese (Doutorado) - Old Dominion University, Norfolk, 2013. Disponível em: [https://digitalcommons.odu.edu/ece\\_etds/180](https://digitalcommons.odu.edu/ece_etds/180). Acesso em: 13 jan. 2022.

FAROKHZADEH, K.; EDRISY, A. Fatigue improvement in low temperature plasma nitrated Ti-6Al-4V alloy. **Materials Science and Engineering A: Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing**, v.620, p. 435-444, 2015.

FREEMAN, R. New welding techniques for aerospace materials. In: CHATURVEDI, M. C. (Ed.). **Welding and joining of aerospace materials**. Cambridge: Woodhead, 2012. Chap. 1, p. 1-19.

GAO, X.; LIU, J.; ZHANG, L. Effect of heat input on microstructure and mechanical properties of pulsed laser welded joints in Ti6Al4V/Nb dissimilar alloys. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 94, p. 3937-3947, 2018.

- GOLDSTEIN, D. H. **Polarized light**. Florida: CRC Press, 2011. 808 p.
- GUIRALDENQ, P. B. et al. Fretting wear and fatigue (in air and sea water) of Ti6Al4V alloy with different surface treatments. **Surface Modification Technologies VIII**, p. 17–27. 1995.
- GUPTA, S. K. et al. A critical study of bead-on-plate laser welding of niobium alloy PWC-11. In: LI, L. et al. (Ed.) **Advances in materials and manufacturing engineering**: Proceedings of ICAMME 2019. Singapore: Springer, 2020. p. 397–404.
- HENRIQUES, V. A. R. et al. Production of titanium alloys for advanced aerospace systems by powder metallurgy. **Materials Research**, v. 8, n.4, p. 443-446, 2005.
- HIRANO, K.; FABBRO, R.; MULLER, M. Experimental determination of temperature threshold for melt surface deformation during laser interaction on iron at atmospheric pressure. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 44, p. 435402, 2011. Disponível em: < <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-00915592> >. Acesso em: 20 jun. 2021.
- HOSHIDA, L. **Análise da resistência à oxidação do nióbio submetido à implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura**. 2019. 111 p. Tese (Doutorado) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, 2019. Disponível em: <http://mtc-m21c.sid.inpe.br/col/sid.inpe.br/mtc-m21c/2019/03.20.17.27/doc/publicacao.pdf>. Acesso em: 02 ago. 2021.
- IL'IN, A. A. S. V. et al. Effect of phase composition and structure of titanium alloys on their interaction with nitrogen during low-temperature ion nitriding. **Russian Metallurgy**, v. 2006, p. 400-405, 2006.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO). **ISO 14577-3:2015**: metallic materials: instrumented indentation test for hardness and materials parameters (-1, -2, -3, -4). Geneva, 2015.
- ION, J. C. **Laser processing of engineering materials**: principles, procedure and industrial application. Oxford: Elsevier, 2005. 576 p.

JADHAV, S. et al. Effect of volume fraction of alpha and transformed beta on the high cycle fatigue properties of bimodal Ti6Al4V alloy. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 201, 012035, 2017.

KABIR, A. S. H. **Nd:YAG Laser Welding of Ti-6Al-4V Alloy**. 2011. 131p. Dissertação (Mestrado) – Concordia University, Montreal, Canadá, 2011.

Disponível em:

[https://spectrum.library.concordia.ca/id/eprint/7065/1/Kabir\\_MASc\\_S2011.pdf](https://spectrum.library.concordia.ca/id/eprint/7065/1/Kabir_MASc_S2011.pdf).

Acesso em: 02 fev. 2022.

KAH, P.; MARTIKAINEN, J. Influence of shielding gases in the welding of metals. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 64, p. 1411-1421, 2013.

KAPLAN, A. Keyhole welding: the solid and liquid phases. In: DOWDEN, J; SCHULZ, W. (Ed.) **The theory of laser materials processing**: heat and mass transfer in modern technology. Netherlands: Springer, 2009. Chap. 4, p. 89-112.

\_\_\_\_\_. Metallurgy and imperfections of welding and hardening. In: DOWDEN, J; SCHULZ, W. (Ed.) **The theory of laser materials processing**: heat and mass transfer in modern technology. Netherlands: Springer, 2009. Chap. 8, p. 241-261.

KERTSCHER, R; BRUNATTO, S. F. On the kinetics of nitride and diffusion layer growth in niobium plasma nitriding. **Surface and Coatings Technology**, v. 401, 2020.

KUMAR, B. et al. Influence of the mode of laser welding parameters on microstructural morphology in thin sheet Ti6Al4V alloy. **Optics and Laser Technology**, v. 131, e 106456, 2020.

LAKSHMI, S. G.; ARIVUOLI, D.; GANGULI, B. Surface modification and characterisation of Ti–Al–V alloys. **Materials Chemistry and Physics**, v. 76, p. 187-190, 2002.

LASERLINE, **Heat conduction mode**. 1 ilustração. Disponível em:

<https://www.laserline.com/en-int/heat-conduction-welding>. Acesso em: 06 jan.

2022.



\_\_\_\_\_, **Keyhole welding**. 1 ilustração. Disponível em:

<https://www.laserline.com/en-int/keyhole-welding>. Acesso em: 06 jan. 2022.

LEE, J. Y. et al. Mechanism of keyhole formation and stability in stationary laser welding. **Journal of Physics D: Applied physics**, v. 35, p. 1570-1576, 2002.

LI, X.; GUAN, Y. Theoretical fundamentals of short pulse laser–metal interaction: a review. **Nanotechnology and Precision Engineering**, v. 3, n. 3, p. 105-125, 2020.

LIMA, M. S. F. et al. Soldagem a laser da liga Ti-6Al-4V, p. 364-373. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 70., 2015, Rio de Janeiro, Brasil. **Anais...** Rio de Janeiro: ABM, 2015. p. 364-373.

LIU, Z.; WELSCH, G. Literature survey on diffusivities of oxygen, aluminum, and vanadium in alpha titanium, beta titanium, and in rutile. **Metallurgical Transactions A**, v. 19A, p. 1121–1125, 1988.

MENDES, M. W. D. **Obtenção de pós de Nb a partir da redução aluminotérmica com ignição por plasma**. 2005. 77 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2005. Disponível em: <<https://repositorio.ufrn.br/bitstream/123456789/15660/1/MarcioWDM.pdf>> Acesso em: 20 fev. 2022.

MONTERO, L. M. C. **Obtenção do TiO<sub>2</sub> a partir da cloração de uma ilmenita e caracterização sequencial dos materiais envolvidos**. 2016. 175 p. Tese (Doutorado) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016. Disponível em: <https://www.maxwell.vrac.puc-rio.br/29677/269677.PDF>. Acesso em: 15 fev. 2022.

NOLL, R. **Laser-induced breakdown spectroscopy: fundamentals and applications**. Berlin: Springer-Verlag, 2012. 544 p.

OĞURTANI, T. Ö.; UYGUR, E. M. Diffusion of nitrogen in niobium, with special reference to temperature dependence of the activation energy. **Transactions of the Japan Institute of Metals**, v. 13, p. 396-399, 1972.

OH, S. et al. Effect of retained  $\beta$  phase on mechanical properties of cast Ti-6Al-4V alloy. **Materials Transactions**, v. 58, n. 8, p. 1145-1149, 2017.

OLIVEIRA, A. C. et al. Cordões de solda de nióbio tratados termicamente via implantação iônica por imersão em plasma. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, v. 14, n. 1, p. 61-68, 2017.

\_\_\_\_\_. One-sided laser beam welding of autogenous T-joints for 6013-T4 aluminium alloy. **Materials & Design**, v. 65, p. 726-736, 2015.

OLIVEIRA, R. M. et al. Evaluation of the resistance to oxidation of niobium treated by high temperature nitrogen plasma based ion implantation. **Surface & Coatings Technology**, v. 312, p. 110–116, 2017.

\_\_\_\_\_. The surface treatment of niobium superconducting reentrant cavities by means of high temperature nitrogen plasma based ion implantation. **Materials Research**, v. 22, n. 6, e20190277, 2019.

OLIVEIRA, V. M. C. A. et al. Plasma immersion ion implantation (PIII) influence on Ti-6Al-4V alloy: Frequency effect. **International Journal of Fatigue**, v. 109, p. 157-165, 2018.

PANNE, U. Laser induced breakdown spectroscopy (LIBS) in environmental and process analysis. In: HERING, P.; LAY, J. P.; STRY, S. (Ed.). **Laser in environmental and life sciences: modern analytical methods**. Berlin: Springer-Verlag, 2004. Chap. 6, p. 99-123.

PEDERSON, R. **Microstructure and phase transformation of Ti-6Al-4V**. 2002. 31 p. Tese (Licenciatura) - Luleå University of Technology, Luleå, 2002. Disponível em: <http://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:991369/FULLTEXT01.pdf>. Acesso em: 28 mar. 2021.

PERFORMATIVE DESIGN. **Light reflectance**: polarization. 1 ilustração. Disponível em: <http://performativedesign.com/definitions/light/reflectance>. Acesso em: 6 jan. 2022.

POUILLEAU, J. et al. Structure and composition of passive titanium oxide films. **Materials Science and Engineering**, v. B47, p. 235-243, 1997.

PRASAD, N. E.; WANHILL, R. J. H. **Aerospace materials and material technologies**. Volume 1: aerospace Materials. Singapore: Springer, 2017. 586p.

\_\_\_\_\_. **Aerospace materials and material technologies**. Volume 2: aerospace material technologies. Singapore: Springer, 2017. 557 p.

QIAN, L. et al. Comparison of nano-indentation hardness to microhardness. **Surface and Coatings Technology**, v. 195, n. 2-3, p. 264-271, 2005.

RAVEH, A. P. L. et al. Microstructure and composition of plasma-nitrided Ti-6Al-4V layers. **Surface and Coatings Technology**, v. 38, p. 339–351, 1989.

READY, J. F. **Industrial applications of lasers**. 2. ed. San Diego: Academic, 1997. 599 p.

RENK, K. F. **Basics of laser physics**: for students of science and engineering. Switzerland: Springer, 2017. 676 p.

ROLIŃSKI, E. G. Nitriding of titanium alloys. In: TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. S. (Ed.). **ASM Handbook Volume 4E**: Heat Treating of Nonferrous Alloys. Materials Park: ASM International, 2016. p. 604-621.

ROLIŃSKI, E. G. et al. Ion nitriding of alpha plus beta alloy for fusion reactor applications. **Journal of Nuclear Materials**, v. 252, p. 200–208, 1998.

RUMBLE, J. **Handbook of chemistry and physics**. [S.I.]: CRC Press, 2021.

SANDIM, H. R. Z. et al. Recrystallization behavior of a cold-rolled niobium bicrystal. **Materials Science and Engineering A**, v.354, p. 217-228, 2003.

SATO, S.; TAKAHASHI, K.; MEHMETLI, B. Polarization effects of a high-power CO<sub>2</sub> laser beam on aluminum alloy weldability. **Journal of Applied Physics**, v. 79, n. 12, p. 8917–8919, 1996.

SCHEUER, J. T.; SHAMIM, M.; CONRAD, J. R. Model of plasma source ion implantation in planar, cylindrical, and spherical geometries. **Journal of Applied Physics**, v. 67, p. 1241-1245, 1990.

SCHULTZ, V; WOIZESCHKE, P. High seam surface quality in keyhole laser welding: buttonhole welding. **Journal of Manufacturing and Materials Processing**, v. 2, p. 78–89, 2018.

SHARIFI, F. et al. The effect of different heat treatment cycle on hot corrosion and oxidation behavior of Ti-6Al-4V. **Materials Research Express**, v. 6, n.11, 116599, 2019.

SICILIANO, F. J; MONTEIRO, W. A.; PADILHA, A. F. Comparative study of the recrystallization of pure niobium and a Nb-1 wt.% Zr alloy. **International Journal of Materials Research and Advanced Techniques**, v. 86, n. 10, p.713-718, 1995.

SIQUEIRA, R. H. M. et al. Fiber laser beam welding between niobium and titanium. **Journal of Aircraft and Spacecraft Technology**, v. 4, n. 1, p. 21-25, 2020.

SPARKES, M.; STEEN, W. M. “Light” industry: an overview of the impact of lasers on manufacturing. In: LAWRENCE, J. **Advances in laser material processing: technology, research and applications**. [S.I.]: Woodhead Publishing, 2018. Chap. 1, p. 1-22.

SPIES, H. J. Surface engineering of aluminum and titanium alloys: an overview. **Surface Engineering**, v. 26, p. 126–134, 2010.

STEEN, W. M.; MAZUMDER, J. **Laser material processing**. London: Springer-Verlag, 2010. 558 p.

SVENUNGSSON, J.; CHOQUET, I.; KAPLAN, A. F. H. Laser welding process – a review of keyhole welding modelling. **Physics Procedia**, v. 78, p. 182-191, 2015.

TONKS, L.; LANGMUIR, I. Oscillations in ionized gases. **Physical Review**, v. 33, p. 195-211, 1929.

TORKAMANY, M. J.; GHAINI, F. M.; POURSALEHI, R. An insight to the mechanism of weld penetration in dissimilar pulsed laser welding of niobium and Ti-6Al-4V. **Optics & Laser Technology**, v. 79, p. 100-107, 2016.

WADSWORTH, J.; NIEH, T. G.; STEPHENS, J. J. Recent advances in aerospace refractory metal alloys. **International Materials Reviews**, v. 33, n. 1, p. 131-150, 1988.

WASILEWSKI, R. J.; KEHL, I. Diffusion of nitrogen and oxygen in titanium. **Journal of the Institute of Metals**, v. 55, p. 94–104, 1954.

WIE, D. M. V. et al. The hypersonic environment: required operating conditions and design challenges. **Journal of Materials Science**, v. 39, p. 5915–5924, 2004.

WRIEDT, H. A.; MURRAY, J. L. The N-Ti (nitrogen-titanium) system. **Bulletin of Alloy Phase Diagrams**, v. 8, p. 378–388, 1987.

YILDIZ, F. A. F. et al. Plasma nitriding behavior of Ti6Al4V orthopedic alloy. **Surface and Coatings Technology**, v. 202, p. 2471–2476, 2008.

ZIIM, P. C. **Aerospace supply chain & raw material outlook**. 2014. 23 transparências. Disponível em: <https://bit.ly/33ArITK>. Acesso em: 19 jun. 2021.

## APÊNDICE A: DADOS METODOLÓGICOS

### A.1 Equipamentos utilizados no trabalho experimental

Figura A.1 – Equipamento de eletroerosão a fio, marca AgieCharmilles, modelo FW 2U.



Fonte: AgieCharmilles (2022).

Figura A.2 – Espectrômetro de fluorescência de raios X, marca PANalytical, modelo Axios Advanced.



Fonte: PANalytical (2022).

Figura A.3 – Difratorômetro de raios X, marca PANalytical, modelo X'Pert Pro MPD.



Fonte: PANalytical (2022).

Figura A.4 – Prensa embutidora a quente, marca Arotec, modelo Pre-30 S.



Fonte: Arotec (2022).

Figura A.5 – Politriz rotativa, marca Arotec, modelo Aropol 2V.



Fonte: Arotec (2022).

Figura A.6 – Microscópio óptico digital, marca Zeiss, modelo Axio Imager.A2M.



Fonte: Zeiss (2022).



Figura A.7 – Microscópio eletrônico de varredura Tescan com sensor EDS, modelo Mira3 FEG-SEM.



Fonte: Tescan (2022).

Figura A.8 – Microdurômetro de bancada, marca Future Tech, modelo FM-700.



Fonte: Future Tech (2022).

Figura A. 9 – Nanoindentador para medição de dureza instrumentada, marca Anton Paar, modelo NHT<sup>2</sup>.



Fonte: Anton Paar (2022).

## APÊNDICE B: TABELAS DE DADOS CRISTALGRÁFICOS

### B.1 Primeira fase: caracterização dos materiais recebidos

Tabela B.1 – Dados cristalográficos obtidos na difração de raios X do nióbio recebido.

| Fase | 2 $\theta$ (°) |            | Intensidade Relativa |            | Plano |   |   | d (Å)     |            |
|------|----------------|------------|----------------------|------------|-------|---|---|-----------|------------|
|      | Observado      | Referência | Observado            | Referência | h     | k | l | Calculado | Referência |
| Nb   | 38,46          | 38,61      | 1,00                 | 1,00       | 1     | 1 | 0 | 2,339     | 2,330      |
|      | 55,58          | 55,66      | 0,14                 | 0,20       | 2     | 0 | 0 | 1,652     | 1,650      |
|      | 69,65          | 70,18      | 0,21                 | 0,32       | 2     | 1 | 1 | 1,349     | 1,340      |
|      | 83,23          | 83,22      | 0,02                 | 0,06       | 2     | 2 | 0 | 1,160     | 1,160      |

Fonte: Produção do autor.

Tabela B. 2 – Dados cristalográficos obtidos na difração de raios X da liga Ti-6Al-4V recebida.

| Fase             | 2 $\theta$ (°) |            | Intensidade Relativa |            | Plano |   |   | d (Å)     |            |
|------------------|----------------|------------|----------------------|------------|-------|---|---|-----------|------------|
|                  | Observado      | Referência | Observado            | Referência | h     | k | l | Calculado | Referência |
| $\alpha$         | 35,07          | 35,07      | 0,23                 | 0,30       | 1     | 0 | 0 | 2,557     | 2,557      |
| TiO <sub>2</sub> | 37,26          | 37,21      | 0,10                 | 0,06       | 1     | 0 | 3 | 2,411     | 2,415      |
| TiO <sub>2</sub> | 38,16          | 38,14      | 0,32                 | 0,18       | 0     | 0 | 4 | 2,356     | 2,358      |
| $\alpha$         | 38,35          | 38,40      | 0,40                 | 0,26       | 0     | 0 | 2 | 2,345     | 2,342      |
| $\beta$          | 38,46          | 38,48      | 0,34                 | 1,00       | 1     | 1 | 0 | 2,339     | 2,338      |
| TiO <sub>2</sub> | 38,68          | 38,77      | 0,22                 | 0,07       | 1     | 1 | 2 | 2,326     | 2,321      |
| $\alpha$         | 40,20          | 40,15      | 1,00                 | 1,00       | 1     | 0 | 1 | 2,241     | 2,244      |
| TiO <sub>2</sub> | 48,26          | 48,23      | 0,04                 | 0,22       | 2     | 0 | 0 | 1,884     | 1,885      |
| $\alpha$         | 53,05          | 53,01      | 0,14                 | 0,19       | 1     | 0 | 2 | 1,725     | 1,726      |
| TiO <sub>2</sub> | 54,32          | 54,34      | 0,03                 | 0,13       | 1     | 0 | 5 | 1,687     | 1,687      |
| TiO <sub>2</sub> | 55,28          | 55,29      | 0,03                 | 0,13       | 2     | 1 | 1 | 1,660     | 1,660      |
| $\beta$          | 55,59          | 55,54      | 0,03                 | 0,12       | 2     | 0 | 0 | 1,652     | 1,653      |
| TiO <sub>2</sub> | 62,50          | 62,44      | 0,09                 | 0,02       | 2     | 1 | 3 | 1,485     | 1,486      |
| TiO <sub>2</sub> | 63,10          | 63,08      | 0,11                 | 0,09       | 2     | 0 | 4 | 1,472     | 1,472      |
| $\alpha$         | 63,10          | 62,96      | 0,11                 | 0,17       | 1     | 1 | 0 | 1,472     | 1,475      |
| TiO <sub>2</sub> | 69,43          | 69,35      | 0,06                 | 0,04       | 1     | 1 | 6 | 1,353     | 1,354      |
| $\beta$          | 69,65          | 69,61      | 0,07                 | 0,17       | 2     | 1 | 1 | 1,349     | 1,350      |
| TiO <sub>2</sub> | 70,57          | 70,59      | 0,12                 | 0,04       | 2     | 2 | 0 | 1,334     | 1,333      |
| $\alpha$         | 70,92          | 70,66      | 0,14                 | 0,16       | 1     | 0 | 3 | 1,328     | 1,332      |
| $\alpha$         | 74,24          | 74,27      | 0,02                 | 0,02       | 2     | 0 | 0 | 1,276     | 1,276      |
| TiO <sub>2</sub> | 74,88          | 74,77      | 0,04                 | 0,01       | 1     | 0 | 7 | 1,267     | 1,269      |
| TiO <sub>2</sub> | 75,68          | 75,57      | 0,07                 | 0,06       | 2     | 1 | 5 | 1,256     | 1,257      |
| $\alpha$         | 76,33          | 76,30      | 0,11                 | 0,16       | 1     | 1 | 2 | 1,247     | 1,247      |
| TiO <sub>2</sub> | 76,43          | 76,37      | 0,12                 | 0,02       | 3     | 0 | 1 | 1,245     | 1,246      |
| $\alpha$         | 77,35          | 77,33      | 0,08                 | 0,13       | 2     | 0 | 1 | 1,233     | 1,233      |
| TiO <sub>2</sub> | 81,61          | 81,61      | 0,03                 | 0,01       | 0     | 0 | 8 | 1,179     | 1,179      |
| $\alpha$         | 82,26          | 82,28      | 0,04                 | 0,02       | 0     | 0 | 4 | 1,171     | 1,171      |
| $\beta$          | 82,50          | 82,45      | 0,04                 | 0,04       | 2     | 2 | 0 | 1,168     | 1,169      |
| TiO <sub>2</sub> | 82,58          | 82,60      | 0,03                 | 0,01       | 3     | 0 | 3 | 1,167     | 1,167      |
| TiO <sub>2</sub> | 83,18          | 83,17      | 0,03                 | 0,03       | 2     | 2 | 4 | 1,160     | 1,161      |
| TiO <sub>2</sub> | 83,45          | 83,56      | 0,03                 | 0,01       | 3     | 1 | 2 | 1,157     | 1,156      |
| $\alpha$         | 86,68          | 86,71      | 0,04                 | 0,02       | 2     | 0 | 2 | 1,122     | 1,122      |

Fonte: Produção do autor.

## B.2 Segunda fase: soldagem autógena por laser Yb:fibra

Tabela B. 3 – Dados cristalográficos obtidos na difração de raios X do cordão de solda de nióbio.

| Fase                           | 2 $\theta$ (°) |            | Intensidade Relativa |            | Plano |   |   | d (Å)     |            |
|--------------------------------|----------------|------------|----------------------|------------|-------|---|---|-----------|------------|
|                                | Observado      | Referência | Observado            | Referência | h     | k | l | Calculado | Referência |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 20,94          | 20,50      | 0,01                 | 0,50       | 1     | 1 | 1 | 4,239     | 4,329      |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 25,82          | 25,55      | 0,01                 | 0,50       | 1     | 1 | 2 | 3,448     | 3,484      |
| NbO                            | 29,83          | 29,65      | 0,01                 | 0,60       | 1     | 1 | 0 | 2,993     | 3,013      |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 33,75          | 33,61      | 0,01                 | 0,02       | 1     | 3 | 1 | 2,654     | 2,666      |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 34,42          | 34,60      | 0,01                 | 0,50       | 2     | 1 | 0 | 2,603     | 2,590      |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 36,66          | 36,70      | 0,04                 | 0,70       | 2     | 1 | 1 | 2,449     | 2,447      |
| Nb                             | 38,20          | 38,61      | 1,00                 | 1,00       | 1     | 1 | 0 | 2,354     | 2,330      |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 42,53          | 42,61      | 0,05                 | 0,50       | 2     | 2 | 2 | 2,124     | 2,120      |
| NbO                            | 53,04          | 52,61      | 0,01                 | 0,22       | 2     | 1 | 1 | 1,725     | 1,740      |
| Nb                             | 55,70          | 55,66      | 0,01                 | 0,20       | 2     | 0 | 0 | 1,649     | 1,650      |
| NbO                            | 61,89          | 61,55      | 0,01                 | 0,60       | 2     | 2 | 0 | 1,498     | 1,507      |
| Nb                             | 69,54          | 70,18      | 0,01                 | 0,32       | 2     | 1 | 1 | 1,351     | 1,340      |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 71,10          | 71,28      | 0,01                 | 0,70       | 1     | 4 | 6 | 1,325     | 1,322      |
| NbO                            | 74,38          | 73,74      | 0,01                 | 0,40       | 3     | 1 | 1 | 1,274     | 1,285      |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 78,13          | 77,85      | 0,01                 | 0,70       | 3     | 3 | 5 | 1,222     | 1,226      |
| NbO                            | 81,80          | 81,43      | 0,07                 | 0,04       | 3     | 2 | 0 | 1,176     | 1,182      |
| Nb                             | 82,39          | 83,22      | 0,09                 | 0,06       | 2     | 2 | 0 | 1,170     | 1,160      |

Fonte: Produção do autor.

Tabela B. 4 – Dados cristalográficos obtidos na difração de raios X do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V.

| Fase                           | 2 $\theta$ (°) |            | Intensidade Relativa |            | Plano |   |   | d (Å)     |            |
|--------------------------------|----------------|------------|----------------------|------------|-------|---|---|-----------|------------|
|                                | Observado      | Referência | Observado            | Referência | h     | k | l | Calculado | Referência |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 27,35          | 25,35      | 0,08                 | 0,60       | 1     | 0 | 2 | 3,258     | 3,514      |
| VO <sub>2</sub>                | 29,34          | 27,94      | 0,07                 | 1,00       | 1     | 1 | 0 | 3,042     | 3,193      |
| VO <sub>2</sub>                | 30,89          | 35,62      | 0,08                 | 0,57       | 1     | 0 | 1 | 2,892     | 2,521      |
| $\alpha$                       | 35,24          | 35,07      | 0,19                 | 0,30       | 1     | 0 | 0 | 2,545     | 2,557      |
| TiO <sub>2</sub>               | 38,14          | 38,14      | 0,70                 | 0,18       | 0     | 0 | 4 | 2,358     | 2,358      |
| $\alpha$                       | 38,14          | 38,40      | 0,70                 | 0,26       | 0     | 0 | 2 | 2,358     | 2,342      |
| $\beta$                        | 38,14          | 38,48      | 0,70                 | 1,00       | 1     | 1 | 0 | 2,358     | 2,338      |
| TiO <sub>2</sub>               | 38,14          | 38,77      | 0,70                 | 0,68       | 1     | 1 | 2 | 2,358     | 2,321      |
| $\alpha$                       | 40,18          | 40,15      | 1,00                 | 1,00       | 1     | 0 | 1 | 2,243     | 2,244      |
| $\alpha$                       | 53,01          | 53,01      | 0,13                 | 0,19       | 1     | 0 | 2 | 1,726     | 1,726      |
| TiO <sub>2</sub>               | 63,43          | 62,44      | 0,13                 | 0,02       | 2     | 1 | 3 | 1,465     | 1,486      |
| TiO <sub>2</sub>               | 63,44          | 63,08      | 0,13                 | 0,09       | 2     | 0 | 4 | 1,465     | 1,472      |
| $\alpha$                       | 63,43          | 62,96      | 0,13                 | 0,17       | 1     | 1 | 0 | 1,465     | 1,475      |
| TiO <sub>2</sub>               | 70,15          | 69,35      | 0,11                 | 0,04       | 1     | 1 | 6 | 1,340     | 1,354      |
| $\beta$                        | 70,15          | 69,61      | 0,11                 | 0,17       | 2     | 1 | 1 | 1,340     | 1,350      |
| TiO <sub>2</sub>               | 71,01          | 70,59      | 0,11                 | 0,04       | 2     | 2 | 0 | 1,326     | 1,333      |
| $\alpha$                       | 71,01          | 70,66      | 0,11                 | 0,16       | 1     | 0 | 3 | 1,326     | 1,332      |
| $\alpha$                       | 74,90          | 74,27      | 0,08                 | 0,02       | 2     | 0 | 0 | 1,267     | 1,276      |
| TiO <sub>2</sub>               | 74,90          | 74,77      | 0,08                 | 0,00       | 1     | 0 | 7 | 1,267     | 1,269      |
| $\alpha$                       | 76,70          | 76,30      | 0,10                 | 0,16       | 1     | 1 | 2 | 1,241     | 1,247      |
| TiO <sub>2</sub>               | 76,70          | 76,37      | 0,10                 | 0,02       | 3     | 0 | 1 | 1,241     | 1,246      |
| $\alpha$                       | 78,08          | 77,33      | 0,11                 | 0,13       | 2     | 0 | 1 | 1,223     | 1,233      |
| TiO <sub>2</sub>               | 82,44          | 81,61      | 0,08                 | 0,00       | 0     | 0 | 8 | 1,169     | 1,179      |
| $\alpha$                       | 82,44          | 82,28      | 0,08                 | 0,02       | 0     | 0 | 4 | 1,169     | 1,171      |
| $\beta$                        | 82,44          | 82,45      | 0,08                 | 0,04       | 2     | 2 | 0 | 1,169     | 1,169      |
| TiO <sub>2</sub>               | 82,44          | 82,60      | 0,08                 | 0,00       | 3     | 0 | 3 | 1,169     | 1,167      |
| $\alpha$                       | 87,7           | 86,71      | 0,09                 | 0,02       | 2     | 0 | 2 | 1,112     | 1,122      |

Fonte: Produção do autor.

### B.3 Terceira fase: implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT)

Tabela B. 5 – Dados cristalográficos obtidos na difração de raios X do cordão de solda de nióbio tratado por 3IP-AT.

| Fase                           | 2 $\theta$ (°) |            | Intensidade Relativa |            | Plano |           |           | d (Å)     |            |
|--------------------------------|----------------|------------|----------------------|------------|-------|-----------|-----------|-----------|------------|
|                                | Observado      | Referência | Observado            | Referência | h     | k         | l         | Calculado | Referência |
| NbN                            | 31,71          | 31,94      | 0,02                 | 0,30       | 0     | 0         | 4         | 2,819     | 2,800      |
| NbON                           | 32,19          | 32,19      | 0,01                 | 0,73       | 1     | 1         | 1         | 2,779     | 2,780      |
| Nb <sub>2</sub> N              | 33,75          | 33,50      | 0,09                 | 0,18       | 2     | $\bar{1}$ | 0         | 2,654     | 2,675      |
| NbN                            | 35,52          | 35,16      | 0,09                 | 0,05       | 1     | 0         | 0         | 2,525     | 2,550      |
| Nb <sub>2</sub> N              | 36,08          | 35,89      | 0,09                 | 0,23       | 0     | 0         | 2         | 2,487     | 2,502      |
| NbN                            | 36,08          | 36,65      | 0,02                 | 0,80       | 1     | 0         | ?         | 2,487     | 2,450      |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 37,09          | 36,70      | 0,02                 | 0,70       | 2     | 1         | 1         | 2,422     | 2,447      |
| Nb <sub>2</sub> N              | 38,43          | 38,14      | 1,00                 | 1,00       | 2     | $\bar{1}$ | 1         | 2,341     | 2,359      |
| Nb                             | 38,43          | 38,61      | 1,00                 | 1,00       | 1     | 1         | 0         | 2,341     | 2,330      |
| NbON                           | 40,12          | 40,45      | 0,01                 | 0,01       | 1     | 1         | $\bar{2}$ | 2,246     | 2,230      |
| NbON                           | 41,15          | 41,48      | 0,05                 | 0,19       | 2     | 1         | $\bar{1}$ | 2,192     | 2,177      |
| NbON                           | 41,73          | 41,95      | 0,02                 | 0,01       | 1     | 0         | 2         | 2,163     | 2,154      |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 42,66          | 42,61      | 0,01                 | 0,50       | 2     | 2         | 2         | 2,118     | 2,120      |
| NbN                            | 47,91          | 48,65      | 0,01                 | 0,90       | 0     | 0         | 6         | 1,897     | 1,870      |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 50,22          | 50,92      | 0,02                 | 0,70       | 2     | 1         | 4         | 1,815     | 1,792      |
| Nb                             | 55,54          | 55,66      | 0,04                 | 0,20       | 2     | 0         | 0         | 1,653     | 1,650      |
| Nb <sub>2</sub> N              | 59,77          | 59,88      | 0,02                 | 0,16       | 3     | 0         | 0         | 1,546     | 1,545      |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 59,77          | 59,90      | 0,02                 | 0,50       | 3     | 1         | 3         | 1,546     | 1,550      |
| NbON                           | 60,50          | 60,98      | 0,01                 | 0,09       | 3     | 0         | $\bar{2}$ | 1,529     | 1,519      |
| NbN                            | 66,49          | 66,76      | 0,01                 | 0,10       | 0     | 0         | 8         | 1,405     | 1,400      |
| Nb                             | 69,63          | 70,18      | 0,01                 | 0,32       | 2     | 1         | 1         | 1,349     | 1,340      |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> | 71,37          | 71,28      | 0,02                 | 0,70       | 1     | 4         | 6         | 1,321     | 1,322      |
| NbN                            | 72,47          | 72,67      | 0,01                 | 1,00       | 1     | 0         | ?         | 1,303     | 1,300      |
| NbO                            | 74,07          | 73,74      | 0,01                 | 0,40       | 3     | 1         | 1         | 1,279     | 1,285      |
| Nb <sub>2</sub> N              | 74,07          | 73,25      | 0,01                 | 0,14       | 4     | $\bar{2}$ | 1         | 1,279     | 1,292      |
| NbN                            | 75,38          | 75,02      | 0,01                 | 0,20       | 2     | 0         | 1         | 1,260     | 1,265      |
| NbN                            | 76,70          | 76,08      | 0,01                 | 0,01       | 2     | 0         | 2         | 1,241     | 1,250      |
| Nb <sub>2</sub> N              | 82,3           | 81,61      | 0,03                 | 0,04       | 4     | $\bar{2}$ | 2         | 1,171     | 1,180      |
| NbO                            | 82,45          | 81,43      | 0,07                 | 0,04       | 3     | 2         | 0         | 1,169     | 1,182      |
| Nb                             | 82,45          | 83,22      | 0,06                 | 0,06       | 2     | 2         | 0         | 1,169     | 1,160      |

Fonte: Produção do autor.

Tabela B. 6 – Dados cristalográficos obtidos na difração de raios X do cordão de solda da liga Ti-6Al-4V tratado por 3IP-AT.

| Fase                           | 2 $\theta$ (°) |            | Intensidade Relativa |            | Plano |   |   | d (Å)     |            |
|--------------------------------|----------------|------------|----------------------|------------|-------|---|---|-----------|------------|
|                                | Observado      | Referência | Observado            | Referência | h     | k | l | Calculado | Referência |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 25,48          | 25,35      | 0,02                 | 0,60       | 1     | 0 | 2 | 3,493     | 3,514      |
| VO <sub>2</sub>                | 27,45          | 27,94      | 0,02                 | 1,00       | 1     | 1 | 0 | 3,247     | 3,193      |
| VO <sub>2</sub>                | 34,62          | 35,62      | 0,01                 | 0,57       | 1     | 0 | 1 | 2,589     | 2,521      |
| $\alpha$                       | 35,41          | 35,07      | 0,06                 | 0,30       | 1     | 0 | 0 | 2,533     | 2,557      |
| TiN                            | 36,28          | 36,81      | 0,02                 | 0,75       | 1     | 1 | 1 | 2,474     | 2,440      |
| Ti <sub>2</sub> N              | 36,79          | 36,88      | 0,02                 | 1,00       | 1     | 0 | 1 | 2,441     | 2,435      |
| TiO <sub>2</sub>               | 38,18          | 38,14      | 0,12                 | 0,18       | 0     | 0 | 4 | 2,355     | 2,358      |
| $\alpha$                       | 38,37          | 38,40      | 0,12                 | 0,26       | 0     | 0 | 2 | 2,344     | 2,342      |
| $\beta$                        | 38,37          | 38,48      | 0,12                 | 1,00       | 1     | 1 | 0 | 2,344     | 2,338      |
| TiO <sub>2</sub>               | 39,31          | 38,77      | 0,10                 | 0,68       | 1     | 1 | 2 | 2,290     | 2,321      |
| VO <sub>2</sub>                | 39,64          | 39,93      | 0,02                 | 0,07       | 2     | 0 | 0 | 2,272     | 2,258      |
| $\alpha$                       | 40,42          | 40,15      | 0,32                 | 1,00       | 1     | 0 | 1 | 2,230     | 2,244      |
| VO <sub>2</sub>                | 40,75          | 41,01      | 0,05                 | 0,19       | 1     | 1 | 1 | 2,212     | 2,201      |
| TiN                            | 42,70          | 42,61      | 0,02                 | 1,00       | 2     | 0 | 0 | 2,116     | 2,120      |
| Ti <sub>2</sub> N              | 51,05          | 50,32      | 0,01                 | 0,04       | 2     | 1 | 1 | 1,788     | 1,812      |
| $\alpha$                       | 53,15          | 53,01      | 0,04                 | 0,19       | 1     | 0 | 2 | 1,722     | 1,726      |
| Ti <sub>2</sub> N              | 61,09          | 61,44      | 0,02                 | 0,40       | 2     | 0 | 4 | 1,516     | 1,508      |
| TiN                            | 61,92          | 61,98      | 0,01                 | 0,55       | 2     | 2 | 0 | 1,497     | 1,496      |
| TiO <sub>2</sub>               | 63,51          | 62,44      | 0,03                 | 0,02       | 2     | 1 | 3 | 1,464     | 1,486      |
| $\alpha$                       | 63,51          | 62,96      | 0,03                 | 0,17       | 1     | 1 | 0 | 1,464     | 1,475      |
| TiO <sub>2</sub>               | 63,51          | 63,08      | 0,03                 | 0,09       | 2     | 0 | 4 | 1,464     | 1,472      |
| Ti <sub>2</sub> N              | 64,15          | 63,49      | 0,01                 | 0,18       | 2     | 2 | 0 | 1,451     | 1,464      |
| Ti <sub>2</sub> N              | 67,23          | 67,31      | 0,02                 | 0,02       | 2     | 2 | ? | 1,391     | 1,390      |
| TiO <sub>2</sub>               | 70,74          | 69,35      | 0,03                 | 0,04       | 1     | 1 | 6 | 1,331     | 1,354      |
| $\beta$                        | 70,74          | 69,61      | 0,03                 | 0,17       | 2     | 1 | 1 | 1,331     | 1,350      |
| TiO <sub>2</sub>               | 70,74          | 70,59      | 0,03                 | 0,04       | 2     | 2 | 0 | 1,331     | 1,333      |
| $\alpha$                       | 70,74          | 70,66      | 0,03                 | 0,16       | 1     | 0 | 3 | 1,331     | 1,332      |
| VO <sub>2</sub>                | 73,13          | 73,25      | 0,01                 | 0,01       | 3     | 1 | 1 | 1,293     | 1,292      |
| TiN                            | 74,95          | 74,20      | 0,01                 | 0,25       | 3     | 1 | 1 | 1,266     | 1,277      |
| Ti <sub>2</sub> N              | 74,95          | 74,20      | 0,03                 | 0,04       | 2     | 1 | 5 | 1,266     | 1,277      |
| $\alpha$                       | 74,90          | 74,27      | 0,01                 | 0,02       | 2     | 0 | 0 | 1,267     | 1,276      |
| TiO <sub>2</sub>               | 74,90          | 74,77      | 0,01                 | 0,00       | 1     | 0 | 7 | 1,267     | 1,269      |
| Ti <sub>2</sub> N              | 75,95          | 75,73      | 0,03                 | 0,30       | 3     | 1 | 2 | 1,252     | 1,255      |
| Ti <sub>2</sub> N              | 76,31          | 76,30      | 0,01                 | 0,02       | 3     | 0 | 3 | 1,247     | 1,247      |
| TiO <sub>2</sub>               | 76,31          | 76,37      | 0,01                 | 0,02       | 3     | 0 | 1 | 1,247     | 1,246      |
| $\alpha$                       | 76,31          | 76,30      | 0,01                 | 0,16       | 1     | 1 | 2 | 1,247     | 1,247      |
| $\alpha$                       | 78,06          | 77,33      | 0,02                 | 0,13       | 2     | 0 | 1 | 1,223     | 1,233      |

(continua)



Tabela B.6 – Conclusão.

| Fase              | 2 $\theta$ (°) |            | Intensidade Relativa |            | Plano |   |   | d (Å)     |            |
|-------------------|----------------|------------|----------------------|------------|-------|---|---|-----------|------------|
|                   | Observado      | Referência | Observado            | Referência | h     | k | l | Calculado | Referência |
| TiN               | 78,06          | 78,08      | 0,02                 | 0,16       | 2     | 2 | 2 | 1,223     | 1,277      |
| Ti <sub>2</sub> N | 78,33          | 78,38      | 0,04                 | 0,18       | 2     | 2 | 4 | 1,220     | 1,219      |
| Ti <sub>2</sub> N | 80,06          | 79,55      | 0,02                 | 0,02       | 1     | 0 | 7 | 1,198     | 1,204      |
| $\alpha$          | 82,15          | 82,28      | 0,01                 | 0,02       | 0     | 0 | 4 | 1,172     | 1,171      |
| $\beta$           | 82,15          | 82,45      | 0,01                 | 0,04       | 2     | 2 | 0 | 1,172     | 1,169      |
| TiO <sub>2</sub>  | 82,15          | 82,60      | 0,01                 | 0,00       | 3     | 0 | 3 | 1,172     | 1,167      |
| Ti <sub>2</sub> N | 84,42          | 84,42      | 0,01                 | 0,01       | 2     | 2 | 2 | 1,147     | 1,147      |
| $\alpha$          | 87,50          | 86,71      | 0,01                 | 0,02       | 2     | 0 | 2 | 1,114     | 1,122      |

Fonte: Produção do autor.

## APÊNDICE C: TABELAS DE ENERGIAS DE FORMAÇÃO DAS FASES DE ÓXIDOS, NITRETOS E OXINITRETOS ESTÁVEIS

### C.1 Segunda fase: soldagem autógena por *laser* Yb:fibra

Tabela C. 1 – Energias de formação das fases de óxidos estáveis de nióbio.

| Fase                             | Estrutura   | Referência | Energia de formação (eV / átomo) |
|----------------------------------|-------------|------------|----------------------------------|
| Nb                               | Cúbica      | mp-75      | 0                                |
| O <sub>2</sub>                   | Monoclínica | mp-12957   | 0                                |
| NbO                              | Cúbica      | mp-2311    | - 2,288                          |
| NbO <sub>2</sub>                 | Tetragonal  | mp-2533    | - 2,898                          |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>   | Ortorrômica | mp-776896  | - 2,975                          |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>   | Monoclínica | mp-581967  | - 3,034                          |
| Nb <sub>12</sub> O <sub>29</sub> | Ortorrômica | mp-1470    | - 3,039                          |

Fonte: Produção do autor.

Tabela C. 2 – Energias de formação das fases de óxidos estáveis de titânio, alumínio e vanádio.

| <b>Fase</b>                    | <b>Estrutura</b> | <b>Referência</b> | <b>Energia de formação<br/>(eV / átomo)</b> |
|--------------------------------|------------------|-------------------|---|
| Ti                             | Hexagonal        | mp-72             | 0   |
| Al                             | Cúbica           | mp-134            | 0   |
| V                              | Cúbica           | mp-146            | 0   |
| O <sub>2</sub>                 | Monoclínica      | mp-12957          | 0   |
| Ti <sub>6</sub> O              | Trigonal         | mp-554098         | - 0,917                                     |
| Ti <sub>3</sub> O              | Trigonal         | mp-2591           | - 1,570                                     |
| Ti <sub>2</sub> O              | Trigonal         | mp-1215           | - 2,036                                     |
| V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>  | Ortorrômbica     | mp-25279          | - 2,289                                     |
| VO <sub>2</sub>                | Tetragonal       | mp-19094          | - 2,480                                     |
| V <sub>3</sub> O <sub>5</sub>  | Triclínica       | mp-1275946        | - 2,522                                     |
| V <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | Cúbica           | mp-21579          | - 2,535                                     |
| TiO                            | Hexagonal        | mp-1071163        | - 2,908                                     |
| Ti <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Trigonal         | mp-458            | - 3,303                                     |
| Ti <sub>3</sub> O <sub>5</sub> | Monoclínica      | mp-1147           | - 3,380                                     |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | Trigonal         | mp-1143           | - 3,427                                     |
| TiO <sub>2</sub>               | Tetragonal       | mp-390            | - 3,495                                     |
| TiO <sub>2</sub>               | Monoclínica      | mp-554278         | - 3,502                                     |

Fonte: Produção do autor.

## C.2 Terceira fase: implantação iônica por imersão em plasma de nitrogênio em alta temperatura (3IP-AT)

Tabela C. 3 – Energia de formação das fases de nitretos, oxinitretos e óxidos estáveis de nióbio.

| Fase                             | Estrutura    | Referência | Energia de formação (eV / átomo) |
|----------------------------------|--------------|------------|----------------------------------|
| Nb                               | Cúbica       | mp-75      | 0                                |
| O <sub>2</sub>                   | Monoclínica  | mp-12957   | 0                                |
| N <sub>2</sub>                   | Cúbica       | mp-25      | 0                                |
| NO <sub>3</sub>                  | Monoclínica  | mp-1204579 | - 0,564                          |
| NO <sub>2</sub>                  | Cúbica       | mp-2789    | - 0,686                          |
| Nb <sub>2</sub> N                | Trigonal     | mp-1079585 | - 0,996                          |
| Nb <sub>5</sub> N <sub>6</sub>   | Hexagonal    | mp-7234    | - 1,207                          |
| NbN                              | Hexagonal    | mp-2634    | - 1,248                          |
| NbON                             | Monoclínica  | mp-7596    | - 1,977                          |
| NbO                              | Cúbica       | mp-2311    | - 2,288                          |
| NbO <sub>2</sub>                 | Tetragonal   | mp-2533    | - 2,898                          |
| Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub>   | Monoclínica  | mp-581967  | - 3,034                          |
| Nb <sub>12</sub> O <sub>29</sub> | Ortorrômbica | mp-1470    | - 3,039                          |

Fonte: Produção do autor.

Tabela C. 4 – Energias de formação das fases de nitretos estáveis de titânio, alumínio e vanádio.

| Fase                | Estrutura  | Referência | Energia de formação (eV / átomo) |
|---------------------|------------|------------|----------------------------------|
| Ti                  | Hexagonal  | mp-72      | 0                                |
| Al                  | Cúbica     | mp-134     | 0                                |
| V                   | Cúbica     | mp-146     | 0                                |
| N <sub>2</sub>      | Cúbica     | mp-25      | 0                                |
| V <sub>8</sub> N    | Tetragonal | mp-1188283 | - 0,370                          |
| V <sub>2</sub> N    | Trigonal   | mp-33090   | - 1,090                          |
| VN                  | Hexagonal  | mp-1018027 | - 1,342                          |
| ε-Ti <sub>2</sub> N | Tetragonal | mp-8282    | - 1,438                          |
| AlN                 | Hexagonal  | mp-661     | - 1,584                          |
| δ-TiN               | Cúbica     | mp-492     | - 1,897                          |

Fonte: Produção do autor.