3
Materiais e Métodos

Neste capítulo serão apresentados os materiais empregados assim como a metodologia seguida para desenvolver este trabalho. Como já citado anteriormente, este trabalho foi desenvolvido de acordo com a proposta apresentada por Pope et al [6], os quais determinaram que os teores ótimos de Ni no metal de solda obtidos através da soldagem molhada seriam entre 2 e 3%, sendo assim, para realização deste trabalho, utilizou-se um eletrodo oxidante com 2% de Ni.

Foram preparados dois corpos de prova para soldagem, o primeiro com adição de cobre e o outro com adição de molibdênio. Após a soldagem das amostras foram realizados ensaios de microdureza, caracterização metalográfica por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura, microanálise por Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) e medição do tamanho de grão.

3.1
Materiais

Para o procedimento de soldagem utilizou-se como metal de base um aço estrutural do tipo ASTM A36, cuja composição química, realizada por Espectrometria de Emissão Ótica, está apresentada na tabela 8.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0710716/CA

Tabela 8-Composição química do metal de base.

Elementos	% Peso
C	0,141
Si	0,199
P	0,015
S	0,010
Mn	0,793
Mo	0,010
Ni	0,017
Cr	0,018
Cu	0,010
Ti	-
V	-
Al	0,019
Nb	-

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0710716/CA

O cobre utilizado para o trabalho foi obtido através de cabos elétricos desencapados com 3,55 mm e 2,8 mm de diâmetro, os quais possuem pureza de aproximadamente 99% de Cu. O molibdênio foi obtido através de uma liga em pó de Fe-Mo, com 60% de Mo. O eletrodo utilizado para realizar a soldagem molhada foi do tipo oxidante AWS E6020, com 2% Ni, marca ESAB OK 41.10s. Ele provia diâmetro da alma de 3,25 mm e comprimento de 35 mm e foi revestido com verniz vinílico com espessura suficiente para permitir que fosse mantido imerso durante a preparação e realização da soldagem sem que absorvesse umidade considerável.

3.2
Metodologia

3.2.1
Procedimento de Soldagem

Os parâmetros de soldagem foram escolhidos de acordo com trabalhos anteriores realizados com soldagem molhada [6,35]. A soldagem foi realizada no laboratório de soldagem da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). As soldagens foram realizadas em tanque com água doce na profundidade de 0,5m e por um dispositivo mecanizado de soldagem por gravidade (arraste), na posição plana e eletrodo com ângulo de 60°, mostrado na figura 26. Ao todo

foram realizados oito passes e foi empregada uma fonte eletrônica de corrente constante com corrente nominal CC+160A.

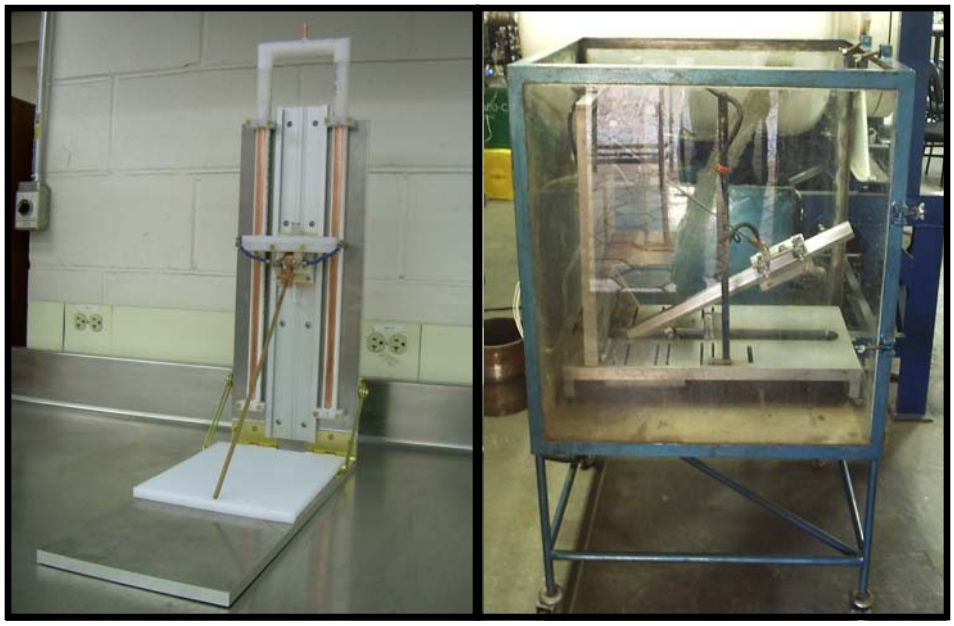

Figura 26-Equipamento utilizado para simulação da soldagem molhada.

3.2.2
Produção dos Corpos de Prova

Os corpos de prova (CPs) foram usinados em aço ASTM A36 de modo a se obter uma distribuição dos elementos a serem estudados no metal de solda. Para soldagem com adição de Cu, o CP apresentou as seguintes medidas: 150 mm de comprimento, 50 mm de largura e 12,7 mm de espessura. O CP utilizado para a adição de Mo foi modificado quanto à espessura (para 16 mm) de modo a facilitar e minimizar a distorção durante a soldagem.

Como a soldagem se dá de forma submersa o corpo de prova foi usinado de modo que o metal a ser adicionado (cobre e o molibdênio) ficasse fixado no metal de base. Sendo assim, foram usinados na metade do CP furos circulares com espaçamentos variáveis entre eles, ou seja, aumentando em relação ao centro da amostra. Na outra metade do CP foi usinado um entalhe. O Cu e Mo foram adicionados nos furos e rasgo e compactados de maneira a não escaparem no momento da imersão na água. As figuras 27 e 28 mostram de forma esquemática o corpo de prova utilizado.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0710716/CA

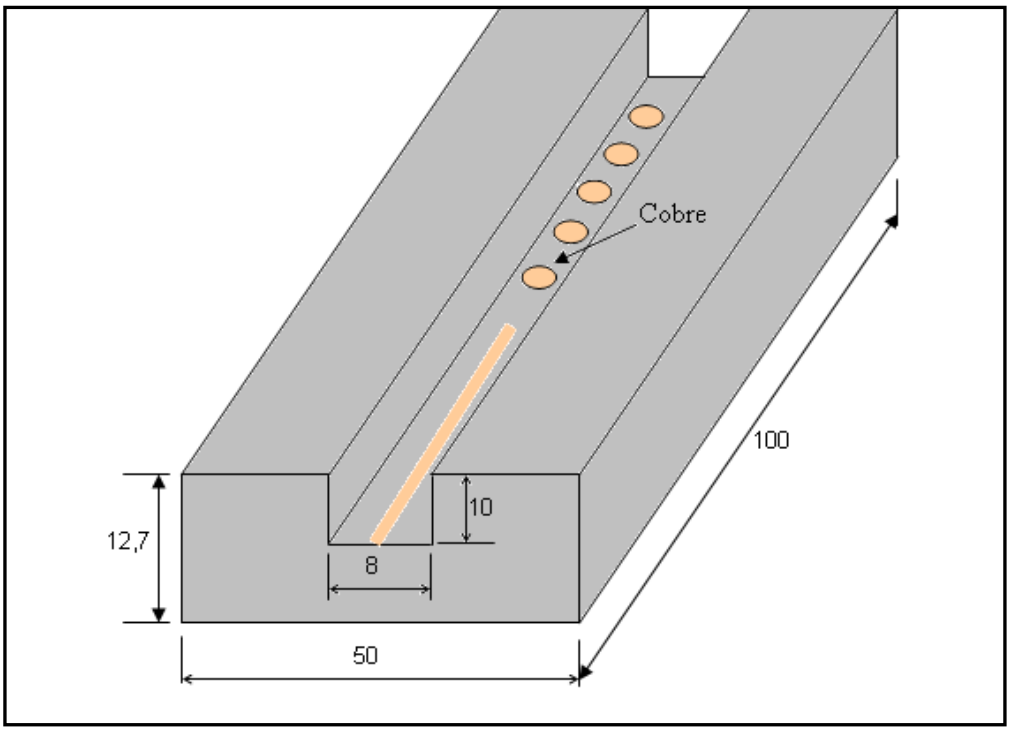

Figura 27-Desenho esquemático do corpo de prova utilizado para soldagem molhada, dimensões em mm.

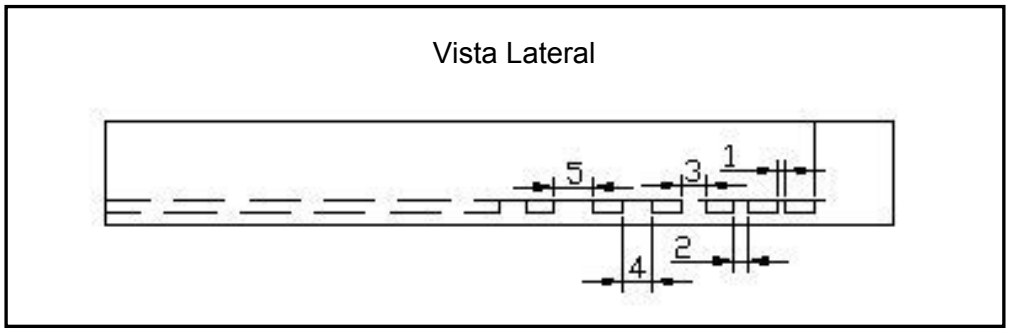

Figura 28-Vista lateral do corpo de prova, dimensões em mm.

O desenho do corpo de prova, ou seja, o espaçamento entre os furos e o entalhe contínuo foi escolhido com a finalidade de se obter um gradiente de porcentagens de cobre e molibdênio. Dessa maneira, foi possível obter maiores quantidades de pontos com diferentes porcentagens para análise. A figura 29 mostra de forma esquemática a distribuição esperada.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0710716/CA

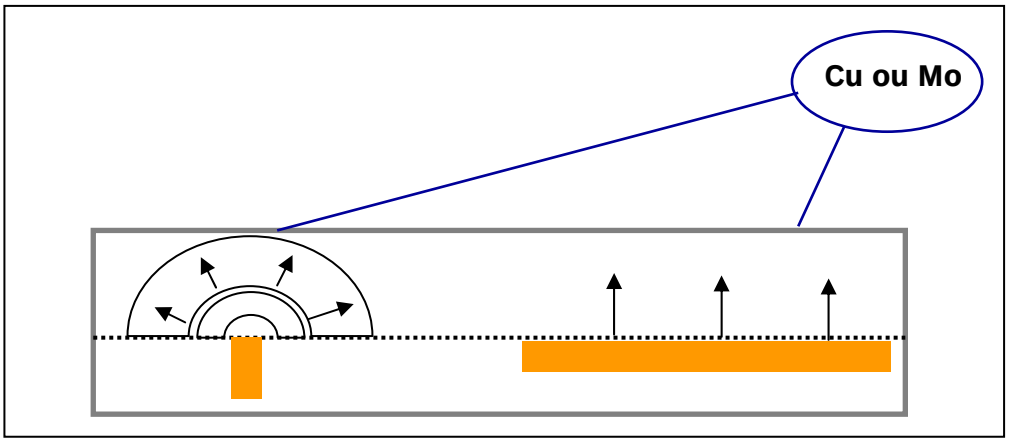

Figura 29-Gradiente de distribuição do Cu ou Mo.

Após a soldagem foi realizado um corte no centro do corpo de prova, no sentido longitudinal do cordão, de maneira a se obter duas metades (Figura 30), objetivando fazer uma análise da distribuição dos elementos, bem como das regiões colunares e reaquecidas do metal de solda.

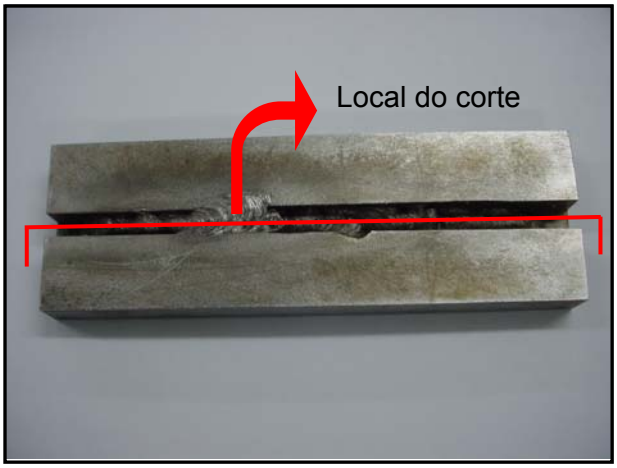

Figura 30-Corte realizado no corpo de prova após soldagem.

3.2.3
Ensaio Metalográfico

Depois de realizado o corte, o CP foi aplainado e retificado para realização do ensaio metalográfico. O polimento seguiu a metodologia padrão utilizando uma politrix Panambra DP10, lixamento nas granulometrias 220, 320, 400 e 600 seguido de polimento utilizando pasta de diamante de 6μm, 3μm e 1μm.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0710716/CA

3.2.4
Mapeamento da Amostra

Após o preparo do corpo de prova por lixamento e polimento, foi realizado o mapeamento da amostra num traçador de altura com escala ajustável semelhante ao mostrado na figura 31.

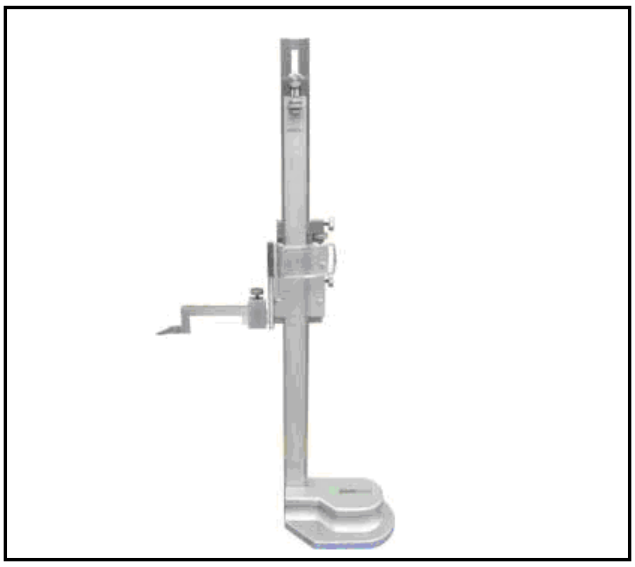

Figura 31- Traçador de altura com escala ajustável.

Por meio deste equipamento foi desenhada uma grade com linhas horizontais e verticais de modo a cobrir toda a amostra na região a ser analisada. As linhas foram desenhadas distando 1mm entre elas, formando quadrados de 1mm^2 de área. Após o traçado da grade, as amostras foram repolidas tomando-se o devido cuidado para não apagar a grade.

As amostras foram identificadas com um sistema alfanumérico como mostrado na figura 32.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0710716/CA

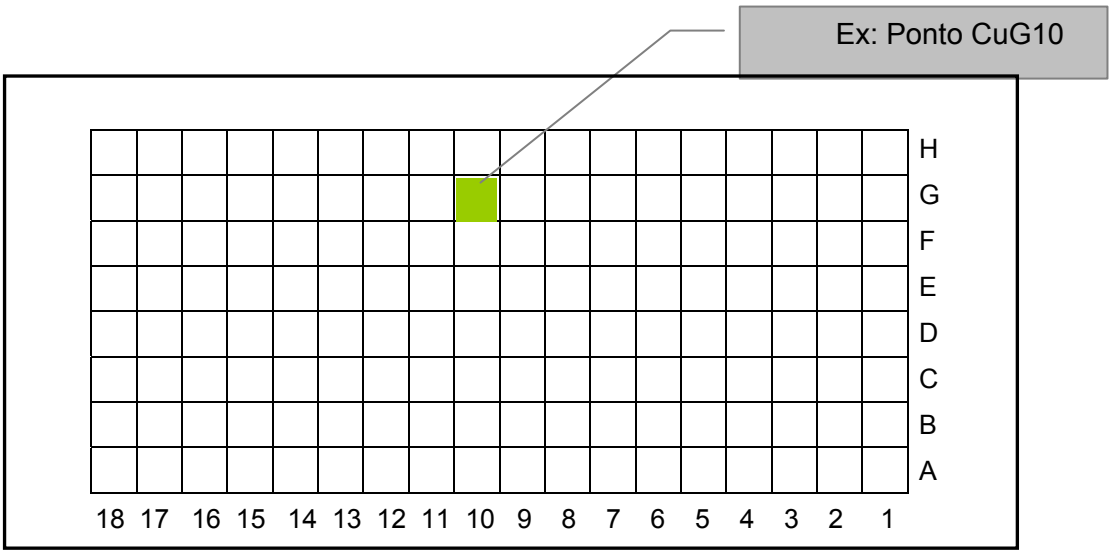

Figura 32-Representação do mapeamento da amostra.

O ponto acima colorido corresponde, por exemplo, a linha G e coluna 10 da amostra de cobre (Cu). Esta codificação foi estabelecida de maneira a identificar cada região da amostra.

Na figura 33 estão mostrados os corpos de prova com adição de cobre e molibdênio após o traçado da grade e ataque químico. A grade para a amostra de cobre apresentou 42 colunas e 14 linhas e a amostra de molibdênio, 38 colunas e 12 linhas.

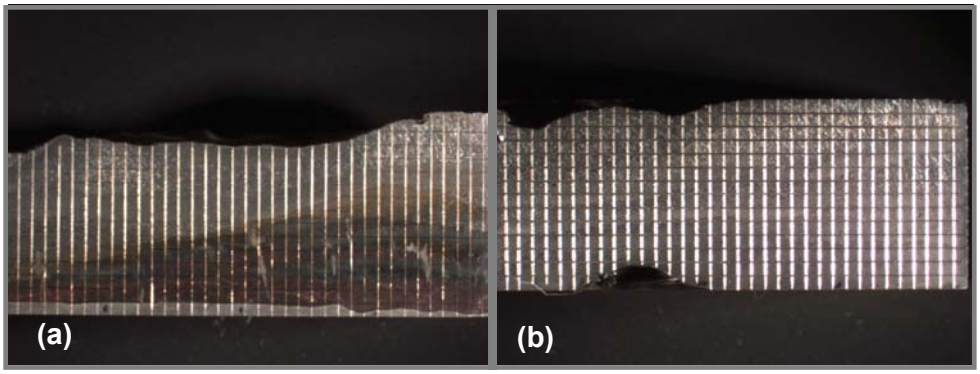

Figura 33-Imagem da amostra de Cu (a) e Mo (b), em escala 1:1.

3.2.5
Ensaio de Microdureza

O ensaio de microdureza foi realizado em um microdurômetro da marca Zwick 3212 com carga de 1Kg e tempo de identação de 15 segundos. A posição para realização do ensaio foi escolhida de acordo com a microestrutura

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0710716/CA

apresentada e com os pré-testes realizados para identificar as porcentagens de Cu e Mo. Foram realizadas no mínimo duas identações, em cada região (quadrado) escolhida, codificadas como d1 e d2 (ou d3).

3.2.6
Análise Quantitativa por Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

As amostras foram caracterizadas semiquantitativamente quanto à porcentagem de Cu e Mo presente utilizando um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da marca Zeiss modelo DSM 960 em conjunto com o Espectrômetro de Energia Dispersiva (EDS) da marca Oxford.

Nesta técnica, quando o feixe de elétrons incide sobre a amostra os elétrons mais externos do átomo e íons constituintes são excitados, mudando de níveis energéticos. Ao retornarem para a sua posição inicial, liberam a energia adquirida na qual é emitida em comprimento de onda no espectro de raio-x. Um detector (EDS) instalado na câmara de vácuo do MEV mede a energia (raio-x) associada a esse elétron. Como os elétrons de um determinado átomo possuem energias distintas, é possível no ponto de incidência do feixe determinar quais os elementos químicos estão presentes no local analisado. A intensidade do raio-x é comparado a um padrão de composição conhecida e convenientemente corrigida pelos efeitos de outros elementos presentes para que a fração mássica de cada elemento possa ser calculada.

De acordo com a norma ASTM E1508 [34] o EDS é uma técnica adequada para análises quantitativas de elementos que:

1) Apresentam peso atômico igual ou maior que o elemento sódio (Na).
2) Apresentam 0,1% ou mais em peso do elemento analisado.
3) Ocupam poucos micrometros cúbicos ou mais de volume da amostra.

Ainda, segundo a norma, os elementos presentes que apresentam menos de 1% em peso, podem ser analisados por esta técnica, mas com menor exatidão comparada com a análise de elementos presentes em maior quantidade.

Uma das vantagens da técnica é a rapidez e facilidade de preparo das amostras. Entre as desvantagens encontra-se a limitação de análise de elementos que possuem pequeno número atômico.

De forma a permitir a análise quase pontual das porcentagens de cobre e molibdênio foram realizadas duas análises por EDS limitadas à pequena área quadrada das identações obtidas no ensaio de microdureza. Foram realizadas

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0710716/CA

análises nos dois lados da diagonal como indicado na figura 34 e identificado pela legenda spectrum 1 e spectrum 3, respectivamente.

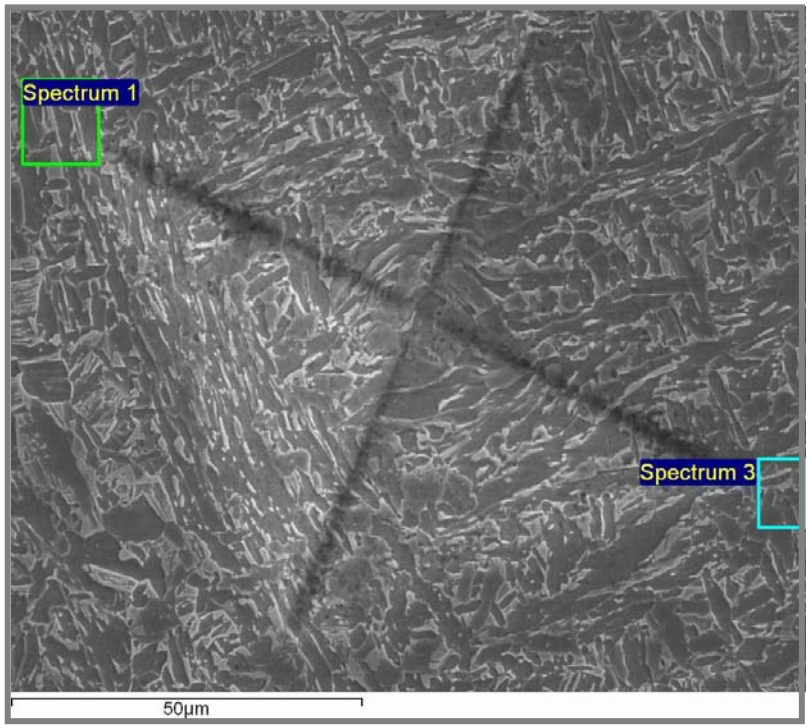

Figura 34-Análise realizada por MEV/EDS.

Após esta análise foram acrescentados dois novos códigos nas amostras de modo a facilitar a futura correlação entre dureza, porcentagens de Cu ou Mo (encontrados através da analise por EDS) e microestrutura. O código final usado está mostrado na figura 35.

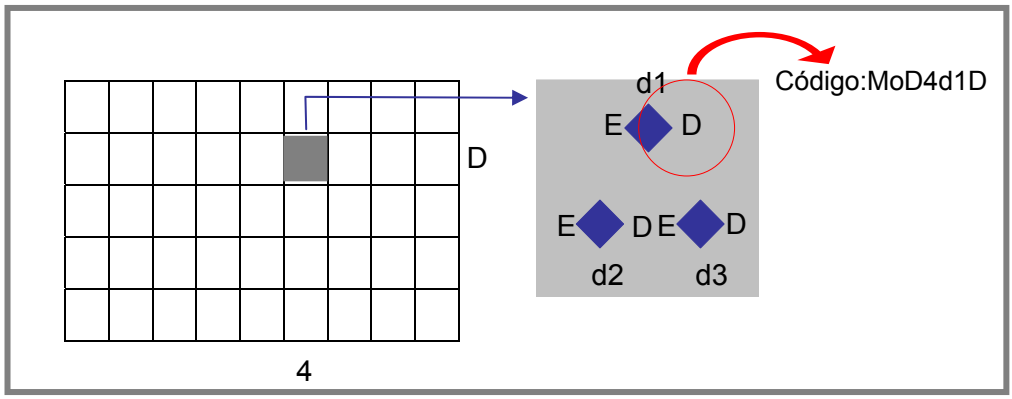

Figura 35-Exemplo de código final adotado para um ponto da amostra.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0710716/CA

O código acima representado, MoD4d1D, indica o seguinte:

- Mo: amostra com adição de molibdênio
- D: quarta linha
- 4: quarta coluna
- d1: identação 1
- D: lado direito da identação.

Codificando a amostra desta maneira foi possível fazer as análises no microscópio ótico quanto à microestrutura correlacionando de maneira correta e precisa as porcentagens de elementos e a dureza apresentada em cada região.

3.2.7
Análise por Microscopia Ótica (MO)

Para realização das análises por microscopia ótica as amostras foram atacadas em uma solução de 2% Nital por um tempo entre 10 a 15 segundos. Todas as imagens foram obtidas com um aumento nominal de 500X.

As quantidades da região colunar (RC), reaquecida de grãos grosseiros (RGG) e região reaquecida de grãos finos (RGF) do metal de solda foram medidas com magnificação de 50X, ao longo de toda a amostra.

3.2.8
Medição do Tamanho de Grão

As medidas de tamanho de grão foram realizadas mediante o uso do método de interseção, descrito a seguir [23]:

- Foram traçadas em cada imagem três linhas de comprimento igual a 8cm;

- os grãos interceptados por cada segmento foram contados;

- o comprimento da linha foi dividido pela média do número de grãos que foram interceptados (média entre as três linhas);

- o diâmetro médio do grão foi determinado pela divisão deste resultado pela ampliação linear das fotomicrografias.

PUC-Rio - Certificação Digital Nº 0710716/CA