

3.

Procedimento Experimental

3.1.

Preparação da Liga 33

O laboratório BAM, Berlim, Alemanha, através do Dr. Pedro Dolabella, forneceu uma chapa de Nicrofer 3033 medindo 5 X 150 X 500 mm. A liga foi preparada pela Krupp VDM, através de laminação a frio, recozimento a 1120°C e esmerilhamento [1]. Segundo a análise química da corrida na qual foi produzida a liga, a composição nominal do Nicrofer 3033, dada por percentual em peso, é (*Tabela 3.01*):

Tabela 3.01 – Composição nominal do Nicrofer 3033

Fe	Ni	Cr	Mo	Cu	N	C	Mn	P	S	Si
32,2	31,35	32,75	1,49	0,54	0,40	0,012	0,63	0,014	0,002	0,30

Conforme indicado na ficha técnica fornecida pela Krupp VDM (*Anexo I*).

3.2.

Tratamentos Térmicos

Todos os tratamentos foram executados em um forno tubular, ao ar, e interrompidos via têmpera em água, em temperatura ambiente. Este resfriamento rápido e brusco objetiva conservar, em temperatura ambiente, a microestrutura do material como tratado. Parte das amostras foi submetida a

solubilização. Ao fim desta etapa, estas amostras, juntamente com aquelas não solubilizadas, foram envelhecidas artificialmente.

Solubilização

O objetivo da solubilização é promover a homogeneização da concentração dos solutos através do material. Com esta perspectiva, o tratamento foi realizado a 1050°C por 90 minutos.

Envelhecimento (Precipitação)

Este tratamento foi realizado em temperaturas suficientemente baixas em relação ao sistema, para que a difusão volumétrica não fosse significativa, i.e., a difusão pelos contornos de grão foi dominante. A faixa de temperatura utilizada para o envelhecimento visou incentivar a precipitação descontínua.

Através do envelhecimento buscamos obter uma fração volumétrica precipitada descontinuamente, de forma controlada. Para isso, o tratamento foi realizado em seis diferentes condições, combinando-se a temperatura (700°C ou 900°C) com o tempo (1, 10 ou 100 horas). Em cada situação, foram tratadas duas amostras previamente homogeneizadas e uma como recebida. A faixa de temperatura escolhida foi aquela onde a soldagem é realizada a fim de se estudar as possíveis mudanças em sua microestrutura, causadas pelo aporte de calor durante a soldagem.

3.3.

Preparação das Amostras para Tratamentos Térmicos e Microscopia

A partir da chapa recebida, foram cortadas amostras de 5 X 10 X 20 mm, por meio de um disco abrasivo adiamantado. Em seguida as amostras foram submetidas aos tratamentos térmicos descritos no item anterior.

Após os tratamentos térmicos as amostras foram preparadas para a análise por microscopia conforme a seguinte sequência:

1 – Microscopia Ótica

- A) Afim de retirar a camada de óxido formada durante o tratamento térmico, fez-se um desbaste mecânico com lixa número 1000.
- B) Para retirar os riscos e a camada de material deformado durante o procedimento A), realizou-se um polimento mecânico com pastas de diamante de granulometria 6 μm , 3 μm e 1 μm , nessa ordem. O produto final foi uma superfície espelhada, livre de riscos.
- C) Visando revelar os contornos de grão e o produto das precipitações contínua e descontínua, aplicou-se um ataque eletrolítico usando ácido oxálico saturado em água destilada sendo constantemente agitada, operado com eletrodo de aço inoxidável, 0,23 mA, 6V, em temperatura ambiente. As condições para este procedimento foram baseadas em ataque químico descrito por Petzow [29].

2 – Microscopia Eletrônica de Varredura

Foram utilizadas as amostras como preparadas para microscopia ótica. Houve necessidade de analisar o material com o ataque químico pois sem ele, não haveria contraste por número atômico suficiente para formar imagens por elétrons retroespalhados. A insuficiência de contraste composicional para obter uma boa imagem se deve à semelhança de número atômico dos elementos químicos que formam o sistema metálico estudado (Fe, Cr, Ni).

3 – Microscopia Eletrônica de Transmissão

- A) A partir de cada amostra envelhecida, foi cortada uma fatia de 0,3 X 5 X 20 mm, por meio de eletroerosão (*electron discharge machining* – EDM).
- B) As fatias foram afinadas por desbaste mecânico até a espessura de 150 μm , com lixas d'água de granulometria 600 e 1000.
- C) Com o uso de um punção comercial Gatan, feito em aço ferramenta, foram retirados cinco discos com 3 mm de diâmetro, de cada fatia.
- D) Os discos foram afinados até a perfuração pelo método do jato duplo. Esta técnica consiste em submeter a amostra a um jato de solução eletrolítica (1 litro composto por 10% de ácido perclórico (P.A.), 90 % de ácido acético (70%), ambos dissolvidos em metanol) até que um

sensor indique que ela foi perfurada. Durante o processo o disco é polido e depois afinado até ser perfurado na região que resultar mais fina. O orifício produzido não necessariamente se encontra no meio da amostra. O equipamento utilizado foi um Tenupol-3 da Struers, operando a 21 V, 0,8 A e 16°C, temperatura conseguida por resfriamento com gelo seco.

- E) Após verificação da superfície de todas as amostras, usando microscópio ótico com aumentos de 100X, 500X e 1000X, fez-se necessário submeter alguns dos discos a uma limpeza com o *Precision Ion Polishing System* – PIPS fabricado pela Gatan. As condições de operação do PIPS foram: 3 kV, 3 rpm, canhões inclinados a 6° usando corrente de 6 μ A e argônio de alta pureza. Foi necessário limpar as amostras para remover os resíduos da solução usada na etapa D). Um método de limpeza convencional, como por exemplo acetona em ultra-som, resultaria na quebra dos discos, devido fragilidade de sua superfície.

3.4.

Observações Microestruturais

Após cada tratamento térmico, as amostras foram observadas em um microscópio ótico de lâmina invertida, modelo Axiovert 25 da Zeiss. Os microscópios eletrônicos de varredura (MEV) usados foram um DSM-960 da Zeiss (PUC-Rio) e um Leo 1530 VP (Brown University), nas modalidades elétrons retroespalhados e elétrons secundários. Para a microscopia eletrônica de transmissão (MET) utilizamos um Jeol 2010 (PUC, Brown University e MIT), operando a 200 kV. O microscópio foi operado nas modalidades contraste por difração, utilizando os recursos de campo claro (CC) e campo escuro centralizado (CEC), e também difração de elétrons em área selecionada (PDAS). Para a microscopia eletrônica de varredura de transmissão (METV), onde foram realizadas as medidas de microanálise, usamos um microscópio de emissão de campo HB 603, operando a 250kV (MIT).

3.5.

Microscopia Quantitativa

Para medir o espaçamento interlamelar e a velocidade da reação descontínua, i.e, a rapidez com que a frente de reação se desloca, foram adotadas técnicas baseadas nas anteriormente usadas por Fournelle [12].

O espaçamento interlamelar foi determinado a partir de micrografias obtidas ao MEV utilizando-se apenas as regiões com espaçamento interlamelar mínimo correspondente ao corte perpendicular às lamelas. Para cada condição de tratamentos térmicos, foram feitas 25 medições. A micrografia da *Figura 3.01* exemplifica a extração dos valores de v e S .

Para calcular S , foi medida a distância que vai do contorno de grão ao ponto mais avançado da frente de reação, seguindo a direção de crescimento da lamela. A velocidade v foi determinada dividindo-se o espaçamento S pelo tempo de reação, uma vez que inicialmente assumiu-se que PD ocorria na Liga 33 em regime estacionário.

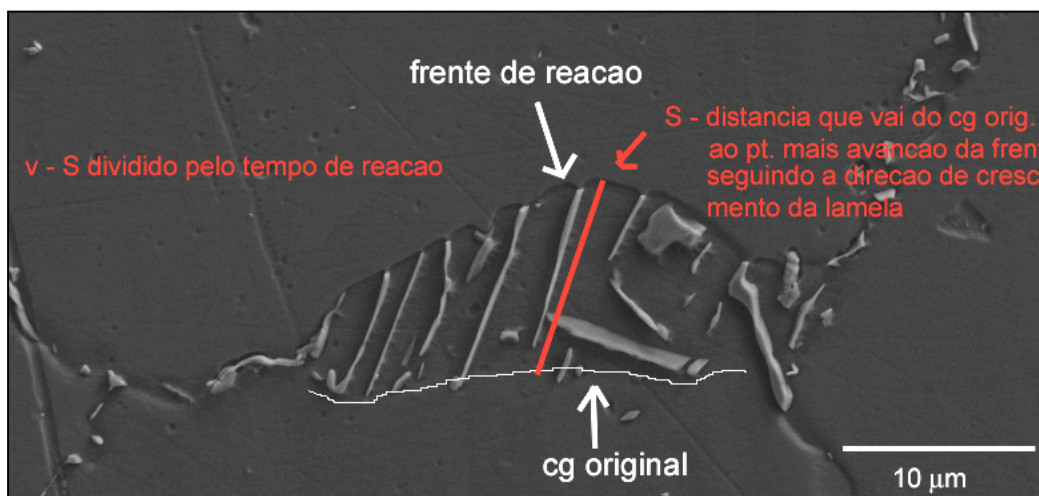


Figura 3.01 – Micrografia eletrônica de varredura exemplificando o método de Fournelle [12] para estimar os valores do espaçamento interlamelar S e da velocidade da frente de reação v . Amostra envelhecida a 900°C por 10h.