



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

NATÁLIA LOPES DO VALE

**DEPOSIÇÃO POR LASER CLADDING DE REVESTIMENTOS DE
INCONEL 625 REFORÇADOS COM TiN – ASPECTOS OPERACIONAIS E
METALÚRGICOS**

Recife

2023

NATÁLIA LOPES DO VALE

**DEPOSIÇÃO POR LASER CLADDING DE REVESTIMENTOS DE
INCONEL 625 REFORÇADOS COM TiN – ASPECTOS OPERACIONAIS E
METALÚRGICOS**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para obtenção do título de Doutora em Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Engenharia de Materiais e Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Severino Leopoldino Urtiga Filho

Recife

2023

Catálogo na fonte
Bibliotecário Gabriel Luz, CRB-4 / 2222

- V149d Vale, Natália Lopes do.
Deposição por laser cladding de revestimentos de inconel 625 reforçados com TiN – aspectos operacionais e metalúrgicos / Natália Lopes do Vale, 2023.
167 f.: il.
- Orientador: Prof. Dr. Severino Leopoldino Urtiga Filho.
Tese (Doutorado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Recife, 2023.
Inclui referências.
1. Engenharia mecânica. 2. Laser cladding 3. Revestimento 4. Liga de níquel 5. Compósitos 6. Propriedades I. Urtiga Filho, Severino Leopoldino (Orientador). II. Título.

621 CDD (22. ed.)

UFPE

BCTG / 2023 - 268

NATÁLIA LOPES DO VALE

DEPOSIÇÃO POR LASER CLADDING DE REVESTIMENTOS DE INCONEL
625 REFORÇADOS COM TIN – ASPECTOS OPERACIONAIS E
METALÚRGICOS

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica do Departamento de Engenharia Mecânica, Centro de Tecnologia e Geociências da Universidade Federal de Pernambuco como parte dos requisitos parciais para obtenção do título de doutor em Engenharia Mecânica.

Aprovada em: 28/08/2023

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Severino Leopoldino Urtiga Filho (Orientador)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Oscar Olímpio de Araújo Filho (Examinador Interno)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Tiago Felipe de Abreu Santos (Examinador Interno)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof^ª Dr^a Magda Rosângela Santos Vieira (Examinadora Externa)
Universidade Federal de Pernambuco

Prof. Dr. Edwar Andrés Torres López (Examinador Externo)
Universidad de Antioquia



Emitido em 28/08/2023

APROVACAO DA BANCA Nº 269/2023 - DEMEC (11.65.55)

(Nº do Protocolo: NÃO PROTOCOLADO)

(Assinado digitalmente em 04/12/2023 07:18)

OSCAR OLIMPIO DE ARAUJO FILHO

PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR

DEMEC (11.65.55)

Matrícula: ###969#2

(Assinado digitalmente em 01/12/2023 18:31)

SEVERINO LEOPOLDINO URTIGA FILHO

PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR

DEMEC (11.65.55)

Matrícula: ###322#2

Visualize o documento original em <http://sipac.ufpe.br/documentos/> informando seu número: **269**, ano: **2023**, tipo:
APROVACAO DA BANCA, data de emissão: **01/12/2023** e o código de verificação: **3f077a116b**

Dedico este trabalho à minha família. Primeiramente aos meus pais, Diógenes e Lúcia do Vale, que sempre me incentivaram e tornaram possível a minha dedicação aos estudos. Ao meu marido, Gilberto, que ao longo de toda essa caminhada sempre esteve ao meu lado me dando apoio e suporte. E às minhas irmãs, Daniela e Manuela, que são minhas companheiras da vida toda.

AGRADECIMENTOS

A toda minha família, especialmente meus pais, Diógenes e Lúcia do Vale, e minhas irmãs, Daniela e Manuela do Vale, que são uma parte de mim e me apoiaram durante todo o tempo.

Ao meu marido, Gilberto Cortez, que esteve ao lado durante todos os longos anos de graduação, mestrado e doutorado, sempre me apoiando nas minhas decisões.

Ao meu orientador e professor, Dr. Severino Leopoldino Urtiga Filho, que sempre me deu apoio e orientação ao longo de toda a minha vida acadêmica.

Aos amigos que fiz na Universidade Federal de Pernambuco e que tornaram todos esses anos de dedicação mais amenos.

A todo pessoal do COMPOLAB que, de alguma forma, me ajudaram no desenvolvimento deste trabalho.

À UFPE pela oportunidade de poder realizar este trabalho.

Ao fomento à pesquisa oferecido pela CAPES e CNPq.

À Petrobras, ANP – FINEP por meio do Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimentos de materiais (INTM).

À Deus pela oportunidade de poder concluir mais essa etapa da minha vida.

RESUMO

O processo de deposição de revestimentos por Laser *Cladding* é uma alternativa interessante para o reparo de equipamentos sujeitos a ambientes com condições extremas de operação, assim como para melhorar as propriedades superficiais de um substrato visando aumentar sua vida útil. O presente estudo teve objetivo de avaliar os aspectos operacionais e metalúrgicos de revestimentos de Inconel 625 reforçados com TiN depositados por laser *cladding*. Inicialmente, foi realizada a otimização dos principais parâmetros do processo (potência do laser, velocidade de deposição e taxa de deposição) e avaliada sua influência nas características geométricas e na diluição de cordões isolados através de um planejamento experimental pelo método Box Behnken. Pós compósitos de Inconel 625 reforçados com 5% e 10% de TiN foram preparados por moagem de alta energia e feita sua caracterização. Os pós compósitos foram utilizados como metal de adição na deposição das camadas de revestimento por laser *cladding*. As camadas foram avaliadas nos seguintes aspectos: diluição, análise macro e microestrutural, microdureza Vickers e ensaio tribológico. Os resultados indicaram que os parâmetros do processo têm grande influência nas características geométricas dos depósitos e no grau de diluição, sendo a potência do laser o parâmetro de maior relevância na profundidade fundida do substrato, largura do cordão e, especialmente, no grau de diluição. Já a velocidade de deposição contribui significativamente para a largura e altura dos cordões, enquanto a taxa de deposição tem maior relevância apenas na sua altura. Os revestimentos reforçados apresentaram mudanças significativas nas propriedades de dureza e resistência ao desgaste em relação ao Inconel 625. Apesar de, no geral, a adição do TiN não ter elevado a dureza dos revestimentos, a adição do reforço provocou resistência ao desgaste superior em termos de perda de massa e coeficiente de atrito. A diluição excessiva do Fe nos revestimentos teve contribuição relevante para essas propriedades, de forma que apenas o revestimento com adição de 10 % de TiN e com potência do laser de 1000 W apresentou propriedades de dureza e resistência ao desgaste aprimoradas.

Palavras-chave: laser *cladding*; revestimento; liga de níquel; compósitos; propriedades.

ABSTRACT

The deposition of coatings by Laser Cladding is an interesting alternative for the repair of equipment that are subjected to environments with extreme operating conditions, as well as for improving the surface properties of a substrate in order to increase its useful life. The present study aimed to evaluate the operational and metallurgical aspects of TiN-reinforced Inconel 625 coatings deposited by laser cladding. Initially, the optimization of the main process parameters (laser power, deposition speed and deposition rate) was carried out and their influence on the geometric characteristics and dilution of single-track layers were evaluated through an experimental design using the Box Behnken method. Composite powders of Inconel 625 reinforced with 5% and 10% TiN were prepared by high energy milling and characterized. The composite powders were used as filler metal in the deposition of multi-track layers by laser cladding. The coatings were evaluated in the following aspects: dilution, macro and microstructural analysis, Vickers microhardness and tribological test. The results indicated that the process parameters have a great influence on the geometric characteristics of the deposits and on the degree of dilution, with the laser power being the most relevant parameter on the substrate's melt depth, bead width and especially on the degree of dilution. On the other hand, the deposition speed contributes significantly to the width and height of the beads, while the deposition rate has greater relevance only in bead height. The reinforced coatings showed significant changes in hardness and wear properties compared to Inconel 625. Although, in general, the addition of TiN did not increase the hardness of the coatings, the reinforcement caused superior wear resistance in terms of mass loss and coefficient of friction. The excessive dilution of Fe in the coatings had a relevant contribution to these properties, so that only the coating with the addition of 10% TiN and with a laser power of 1000 W showed improved hardness and wear resistance properties.

Keywords: laser cladding; coating; nickel alloy; composites; properties.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Composição química de um cordão isolado depositado através da técnica de laser <i>cladding</i>	25
Figura 2 – Possíveis configurações para uma deposição através da técnica de laser <i>cladding</i> : (a) processo em duas etapas, (b) processo em uma etapa com injeção de (b1) pasta, (b2) pós e (b3) arame	25
Figura 3 – Esquema representativo dos principais componentes de um sistema de deposição por laser <i>cladding</i> com injeção de pó	27
Figura 4 – Representação esquemática dos tipos de configuração geométrica do alimentador de pó (<i>nozzle</i>): (a) coaxial (b) lateral.....	29
Figura 5 – Principais parâmetros do processo de laser <i>cladding</i>	30
Figura 6 – Seção transversal de um cordão de laser <i>cladding</i> e suas principais características geométricas.....	33
Figura 7 – Geometria ideal para cordões únicos	34
Figura 8 – Formação de poros entre cordões em camadas depositadas por laser <i>cladding</i>	36
Figura 9 – Estágios da moagem de alta energia em um sistema dúctil-frágil	45
Figura 10 – Classificação geral das superligas.....	50
Figura 11 – Classificação do níquel e suas ligas	52
Figura 12 – Representação esquemática do Diagrama Tempo – Temperatura – Transformação (TTT) em altas temperaturas para a liga de Inconel 625.....	58
Figura 13 – Distribuição espacial dos pontos experimentais de um planejamento do tipo Box-Behnken para 3 variáveis independentes.....	63
Figura 14 – Fluxograma das atividades realizadas no presente trabalho.....	65
Figura 15 – Moinho do tipo Spex: (a) visualização externa do moinho vibratório e (b) aspecto interno.....	67
Figura 16 – Equipamento Laser TruDisk 6002	70
Figura 17 – Cabeçote, braço robótico e sistema de alimentação de pó	71
Figura 18 – Pré-colocação dos pós compósitos no substrato para posterior processamento por laser	76
Figura 19 – Representação esquemática da sobreposição dos cordões para formação de uma camada de revestimento, onde L é a Largura do cordão isolado e ZTA a Zona Termicamente Afetada	77
Figura 20 – Imagem ilustrativa do perfil de microdureza adotado.....	80

Figura 21 – Representação esquemática do ensaio de desgaste por deslizamento com movimento alternado.....	80
Figura 22 – Imagens obtidas por MEV por meio de elétrons secundários da morfologia do pó da matriz metálica de IN625, como recebido, com ampliações de (a) 100x, (b) 200x e (c) 500x.....	82
Figura 23 – Distribuição granulométrica por volume (%) das partículas de IN625.....	83
Figura 24 – Difração de Raios X do pó de IN625 como recebido	84
Figura 25 – Imagens por MEV por meio de elétrons secundários da morfologia do pó de reforço de TiN, como recebido, com ampliações de (a) 100x, (b) 200x e (c) 500x.....	85
Figura 26 – Distribuição granulométrica por volume (%) das partículas de TiN.....	86
Figura 27 – Difração de Raios X do pó de TiN como recebido	86
Figura 28 – Evolução morfológica conforme percentual de reforço e tempo de moagem: (a) 2% por 60 min, (b) 2% por 120 min, (c) 3% por 60 min e (d) 3% por 120 min.....	87
Figura 29 – Distribuição do tamanho das partículas para os seguintes percentuais de reforço e tempos de moagem: (a) 2% por 60 min, (b) 2% por 120 min, (c) 3% por 60 min e (d) 3 % por 120 min	88
Figura 30 – Análise de EDS no pó compósito para a condição com adição de 2% de TiN e tempo de moagem de 60 min.....	90
Figura 31 – Análise de EDS no pó compósito para a condição com adição de 2% de TiN e tempo de moagem de 120 min.....	91
Figura 32 – Análise de EDS no pó compósito para a condição com adição de 3% de TiN e tempo de moagem de 60 min.....	92
Figura 33 – Análise de EDS no pó compósito para a condição com adição de 3% de TiN e tempo de moagem de 120 min.....	93
Figura 34 – Imagens obtidas no MEV do IN625 com adição de TiN nos percentuais de (a) 5% e (b) 10% para um tempo de moagem de 120 min (200x)	94
Figura 35 – Distribuição do tamanho das partículas para os percentuais de reforço de (a) 5% e (b) 10%.....	94
Figura 36 – Difractogramas obtidos por DRX dos pós de IN625 com adição de 5% de TiN para a mistura mecânica e para a MAE com um tempo de 120 min	95
Figura 37 – Difractogramas obtidos por DRX dos pós de IN625 com adição de 10% de TiN para a mistura mecânica e para a MAE com um tempo de 120 min	96
Figura 38 – Espectro de microanálise de EDS para pós compósitos de IN625 reforçados com (a) 5% e (b) 10% de TiN	97

Figura 39 – Gráfico da taxa de alimentação do pó de IN625 em função da rotação do alimentador de pó	98
Figura 40 – Superfície de topo do cordão e a respectiva seção transversal para os diferentes valores de potência e velocidade de deposição, indicados pelo número da amostra, com rotação de 6 rpm	99
Figura 41 – Superfície de topo do cordão e a respectiva seção transversal para os diferentes valores de potência e velocidade de deposição, indicados pelo número da amostra, com rotação de 8 rpm	100
Figura 42 – Superfície de topo do cordão e a respectiva seção transversal para os diferentes valores de potência e velocidade de deposição, indicados pelo número da amostra, com rotação de 10 rpm	100
Figura 43 – Superfície de topo do cordão e a respectiva seção transversal para a amostra 7	101
Figura 44 – Gráfico de Pareto dos efeitos dos parâmetros sobre a altura do reforço	104
Figura 45 – Gráfico dos efeitos dos parâmetros principais sobre a altura do reforço	105
Figura 46 – Gráfico de Pareto dos efeitos dos parâmetros sobre a largura do cordão.....	106
Figura 47 - Gráfico dos efeitos dos parâmetros principais sobre a largura do cordão	106
Figura 48 – Gráfico de Pareto dos efeitos dos parâmetros sobre a penetração do cordão.....	108
Figura 49 – Gráfico dos efeitos dos parâmetros principais sobre a penetração do cordão....	108
Figura 50 – Gráfico de Pareto dos efeitos dos parâmetros sobre a razão A/L.....	109
Figura 51 – Gráfico dos efeitos dos parâmetros principais sobre a razão A/L.....	110
Figura 52 – Gráfico de Pareto dos efeitos dos parâmetros sobre a diluição.....	111
Figura 53 – Gráfico dos efeitos dos parâmetros principais sobre a diluição	112
Figura 54 – Revestimentos de IN625 com sobreposições de (a) 30%, (b) 40% e (c) 50%..	116
Figura 55 – Revestimentos obtidos com a pré-colocação dos pós no substrato a partir da mistura do pó de IN625 com os seguintes ligantes: (a) álcool, (b) solução de vidro e (c) álcool polivinílico.....	117
Figura 56 – Vista superior dos revestimentos conforme Tabela 16: (a) 1, (b) 2, (c) 3, (d) 4, (e) 5 e (f) 6	118
Figura 57 – Macrografias das seções transversais dos revestimentos numerados conforme Tabela 16: (a) 1, (b) 2, (c) 3, (d) 4, (e) 5 e (f) 6.....	119
Figura 58 – Altura dos multicordões depositados por injeção contínua dos pós de (a) IN625 e (b) mistura mecânica de IN625 com 5% de TiN	120
Figura 59 – Altura dos primeiros multicordões com pré-deposição conforme apresentada na Tabela 16: (a) 3, (b) 4, (c) 5 e (d)	122

Figura 60 – (a) Seção transversal do revestimento de IN625, depositado coaxialmente, com destaque para 3 regiões entre cordões: (b) sem poros, (c) mudança microestrutural e (d) pequena porosidade.....	123
Figura 61 – Evolução microestrutural do revestimento de IN625 por deposição coaxial: (a) interface, (b) solidificação celular, (c) dendritas colunares e (d) dendritas.....	125
Figura 62 – Análise EDS no revestimento de IN625: (a) imagem de referência MEV, (b) mapa Ni, (c) mapa Cr, (d) mapa Fe, (e) mapa Mo e (f) mapa Nb.....	127
Figura 63 – Precipitação de fases secundárias nos revestimentos de IN625.....	128
Figura 64 – Análise de EDS de linha da seção transversal ao longo da interface substrato/revestimento de IN625.....	128
Figura 65 – (a) Seção transversal da deposição coaxial da mistura mecânica com adição de 5% de TiN com destaque para: (b) formação de porosidades nos cordões e (c) região entre cordões sem poros.....	129
Figura 66 – Microestrutura: (a) topo do revestimento com dendritas equiaxiais, (b)(c) região intermediária com dendritas colunares e (d) região inferior com morfologia celular dendrítica para o revestimento de IN625 reforçado com 5% de TiN através da mistura mecânica.....	131
Figura 67 – EDS de linha da seção transversal do revestimento de IN625 com TiN misturado mecanicamente (região central de 1 cordão).....	132
Figura 68 – EDS de linha da seção transversal do revestimento de IN625 com TiN misturado mecanicamente (região de sobreposição entre 2 cordões).....	132
Figura 69 – Evolução microestrutural do revestimento pela técnica de pré-deposição do IN625 com 5% de TiN, com potência de 1000 W, apresentando (a) seção transversal do revestimento, (b) dendritas equiaxiais no topo, (c) dendritas colunares na região intermediária e (d) morfologia celular.....	133
Figura 70 – Interface revestimento/substrato na sobreposição de dois cordões para o revestimento pré-depositado de IN625 com 5% de TiN e potência de 1000 W..	134
Figura 71 – EDS de linha da seção transversal do revestimento pré-depositado de IN625 com adição de 5% TiN com potência de 1000 W.....	134
Figura 72 – Evolução microestrutural do revestimento pela técnica de pré-deposição do IN625 com 5% de TiN, com potência de 1500 W, apresentando (a) seção transversal do revestimento, (b) interface planar, (c) dendritas colunares na região intermediária e (d) dendritas equiaxiais no topo.....	135
Figura 73 – EDS de linha da seção transversal do revestimento pré-depositado de IN625 com adição de 5% TiN com potência de 1500 W.....	136

Figura 74 – Evolução microestrutural do revestimento por pré-deposição do IN625 com 10% de TiN, com potência de 1000 W, apresentando (a) seção transversal, (b) dendritas equiaxiais no topo do cordão, (c) dendritas colunares na região intermediária, (d) dendritas celulares e (e) interface planar	137
Figura 75 – EDS de linha da seção transversal do revestimento pré-depositado de IN625 com adição de 10% TiN com potência de 1000 W	138
Figura 76 – Evolução microestrutural do revestimento por pré-deposição do IN625 com 10% de TiN, com potência de 1500 W, apresentando (a) seção transversal, (b) interface planar, (c) dendritas colunares na região intermediária e (d) dendritas colunares e equiaxiais no topo do revestimento	139
Figura 77 – EDS de linha da seção transversal do revestimento pré-depositado de IN625 com adição de 10% TiN com potência de 1500 W	140
Figura 78 – Perfil de microdureza do IN625.....	141
Figura 79 – Distribuição de microdureza nas seções transversais dos revestimentos depositados com diferentes percentuais de reforço e formas de deposição	143
Figura 80 – Dureza média em Vickers dos revestimentos (HV).....	144
Figura 81 – Valor médio da perda de massa no ensaio tribológico.....	146
Figura 82 – Correlação entre microdureza e perda de massa nos ensaios de desgaste esfera-plano em meio seco	148
Figura 83 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo para o revestimento de IN625 no ensaio esfera sobre plano em meio seco.....	148
Figura 84 – Coeficiente de atrito médio no regime permanente	150

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Principais tipos de laser utilizados no processo de laser <i>cladding</i>	28
Tabela 2 – Propriedades para determinar a qualidade dos revestimentos depositados por laser <i>cladding</i>	33
Tabela 3 – Comparação de diferentes técnicas de revestimento de superfícies	37
Tabela 4 – Comparação das características de diferentes tipos de moinho	46
Tabela 5 – Propriedades físicas e mecânicas do níquel puro e do ferro puro.....	48
Tabela 6 – Estrutura e composição típica das fases que podem se formar nas ligas de níquel	55
Tabela 7 – Limites de composição química do Inconel 625 (% peso)	57
Tabela 8 – Valores de propriedades físicas e mecânicas do TiN	61
Tabela 9 – Matriz de experimentos do planejamento do tipo Box-Behnken para 3 variáveis independentes (X_1 , X_2 e X_3) e 3 níveis	64
Tabela 10 – Composição química do aço ASTM A36 (% em peso).....	66
Tabela 11 – Características básicas de um moinho SPEX para Moagem de Alta Energia.	67
Tabela 12 – Designação dos fatores de controle e respectivos níveis do delineamento Box-Behnken.....	72
Tabela 13 – Sequência dos parâmetros para deposição dos cordões isolados conforme Matriz de Experimentos Box Behnken e ordem aleatória de ensaio.....	73
Tabela 14 – Parâmetros utilizados para a deposição de camadas de revestimentos.....	74
Tabela 15 – Camadas de revestimento depositadas com os respectivos materiais de adição, método de deposição aplicado e potência utilizada.....	75
Tabela 16 – Procedimento para preparação das amostras para análise metalográfica	78
Tabela 17 – $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$ em função do percentual de reforço e do tempo de moagem.....	89
Tabela 18 –Taxa de alimentação do pó de IN625 conforme rotação do alimentador de pó.....	98
Tabela 19 – Resultados de altura (A), profundidade fundida do substrato (PR), largura (L), razão A/L e diluição (D) dos cordões isolados, de acordo com a potência do laser (P), velocidade de deposição (V) e rotação do prato giratório (R).....	102
Tabela 20 – Parâmetros obtidos na deposição do cordão isolado, e suas características geométricas, selecionado como base para a deposição de revestimentos	115

LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

ANOVA	Análise de Variância
ASTM	<i>American Society for Testing Materials</i>
CAD	Projeto Auxiliado por Computador
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Face Centrada
CMC	Compósitos de Matriz Cerâmica
CMM	Compósitos de Matriz Metálica
CMP	Compósitos de Matriz Polimérica
CNC	Computador Numericamente Controlado
CO ₂	Dióxido de Carbono
DoE	<i>Design of Experiments</i>
DRX	Difração de Raios X
EDS	Energia Dispersiva de Raios X
EUA	Estados Unidos
GMAW	<i>Gas Metal Arc Welding</i>
GTAW	<i>Gas Tungsten Arc Welding</i>
HPDL	Laser de Diodo de Alta Potência
HVOF	<i>High Velocity Oxy Fuel Spraying</i>
IN625	Inconel 625
LASER	<i>“Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation”</i>
MAE	Moagem de Alta Energia
MAG	<i>Metal Active Gas</i>
MASER	Amplificador de Microondas por Emissão Estimulada de Radiação
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MIG	<i>Metal Inert Gas</i>
Nd: YAG	<i>Neodymium-doped Yttrium Aluminium Garnet</i>
PTAW	<i>Plasma Transferred Arc Welding</i>
TCP	<i>Topologically Closed-Packed</i>
TIG	<i>Tungsten Inert Gas</i>
TiN	Nitreto de Titânio
TTT	Diagrama Tempo – Temperatura – Transformação
ZTA	Zona Termicamente Afetada

A	Altura do cordão
A_F	Área da seção transversal do substrato fundida
A_R	Área da seção transversal acima da superfície original do substrato
A_T	Área da seção transversal do revestimento total
A_{ZTA}	Área da zona termicamente afetada no substrato
D	Diluição
L	Largura do cordão
P	Profundidade fundida do substrato ou penetração do cordão
P_{ZTA}	Profundidade da zona termicamente afetada no substrato
W	Watts
α	Ângulo de contato
Rpm	Rotações por minuto
Slpm	Litros padrões por minuto
γ	Fase austenítica
λ	Comprimento de onda
Pa	Pascal
$^{\circ}\text{C}$	Graus Celsius
Ωm	Resistividade elétrica

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	18
1.1	OBJETIVO.....	20
1.1.1	Objetivo Geral.....	20
1.1.2	Objetivos Específicos	20
2	REVISÃO DA LITERATURA.....	21
2.1	ENGENHARIA DE SUPERFÍCIES.....	21
2.1.1	Deposição de Revestimentos	21
2.2	LASER CLADDING	22
2.2.1	Laser.....	22
2.2.2	História do processo	23
2.2.3	Princípios de Funcionamento	24
2.2.3.1	Processo laser cladding em duas etapas.....	26
2.2.3.2	Processo laser cladding em uma etapa.....	26
2.2.4	Equipamento para deposição.....	27
2.2.5	Influência dos parâmetros (inputs) do processo	29
2.2.5.1	Potência do laser	31
2.2.5.2	Velocidade de deposição	31
2.2.5.3	Taxa de alimentação do pó	32
2.2.5.4	Distância focal	32
2.2.6	Características dos Revestimentos	32
2.2.6.1	Geometria do Revestimento	33
2.2.6.2	Diluição.....	33
2.2.6.3	Molhabilidade	34
2.2.6.4	Porosidades	35
2.2.7	Vantagens e Limitações do Processo.....	36
2.2.8	Aplicabilidade do processo.....	38
2.3	MATERIAIS COMPÓSITOS.....	40
2.3.1	Compósitos de matriz metálica (CMM)	42
2.3.2	Moagem de alta energia	44
2.4	NÍQUEL E SUAS LIGAS	47
2.4.1	Evolução das Ligas de Níquel	49
2.4.2	Superligas	50
2.4.3	Superligas de Níquel.....	51

2.4.3.1	Efeito dos elementos de liga	53
2.4.3.2	Fases presentes nas ligas a base de Ni	54
2.4.4	Inconel 625.....	57
2.4.4.1	Soldabilidade	59
2.4.4.2	Solidificação	60
2.5	NITRETO DE TITÂNIO	61
2.6	PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS (DoE).....	62
2.6.1	Planejamento Box-Behnken.....	63
3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	65
3.1	MATERIAIS UTILIZADOS	66
3.1.1	Substrato.....	66
3.1.2	Metais de adição.....	66
3.2	PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS	66
3.2.1	Caracterização dos pós.....	68
3.3	EQUIPAMENTO PARA DEPOSIÇÃO	70
3.4	DEPOSIÇÃO DE CORDÕES ISOLADOS.....	71
3.5	DEPOSIÇÃO DE REVESTIMENTOS	74
3.6	ENSAIOS PARA CARACTERIZAÇÃO DAS DEPOSIÇÕES.....	77
3.6.1	Preparação metalográfica	77
3.6.2	Caracterização Macroestrutural e Microestrutural.....	78
3.6.3	Ensaio de Microdureza.....	79
3.6.4	Resistência ao Desgaste	80
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	82
4.1	CARACTERIZAÇÃO DOS METAIS DE ADIÇÃO.....	82
4.1.1	IN625 e TiN como recebidos	82
4.1.2	Caracterização dos pós compósitos de IN625 reforçados com TiN	87
4.2	DEPOSIÇÃO DE CORDÕES ISOLADOS.....	98
4.2.1	Taxa de alimentação do pó.....	98
4.2.2	Seção transversal e características geométricas dos cordões isolados	99
4.2.3	Influência dos parâmetros do processo.....	103
4.2.3.1	Efeito sobre a geometria do cordão	103
4.2.3.2	Efeito sobre a razão A/L	109
4.2.3.3	Efeito sobre a diluição	111
4.3	DEPOSIÇÃO DE REVESTIMENTOS	114

4.3.1	Parâmetros para deposição da camada de revestimento	114
4.3.2	Deposição da Camada de Revestimento	118
4.3.3	Análise microestrutural.....	123
4.3.3.1	Revestimento de IN625	123
4.3.3.2	Revestimento da Mistura Mecânica de IN625-5%TiN	129
4.3.3.3	Revestimento Pré-depositado de IN625-5%TiN com 1000W.....	133
4.3.3.4	Revestimento Pré-depositado de IN625-5%TiN com 1500W.....	135
4.3.3.5	Revestimento Pré-depositado de I625-10%TiN com 1000W	137
4.3.3.6	Revestimento Pré-depositado de I625-10%TiN com 1500W	139
4.3.4	Microdureza Vickers	141
4.3.5	Resistência ao Desgaste	146
4.3.5.1	Perda de massa.....	146
4.3.5.2	Coeficiente de atrito.....	148
5	CONCLUSÃO	151
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	154
	REFERÊNCIAS.....	155
	APÊNDICE A – ANOVA SOBRE A ALTURA DO REFORÇO.....	164
	APÊNDICE B – ANOVA SOBRE A LARGURA DO REFORÇO.....	165
	APÊNDICE C – ANOVA SOBRE A PENETRAÇÃO DO CORDÃO	166
	APÊNDICE D – ANOVA SOBRE A RAZÃO A/L.....	167
	APÊNDICE E – ANOVA SOBRE A DILUIÇÃO	168

1 INTRODUÇÃO

A superfície de um material é amplamente reconhecida como a parte mais importante em muitos componentes de engenharia, uma vez que está sujeita a diversos fenômenos como desgaste, fadiga ou corrosão, os quais podem acarretar a falha de equipamentos e, até mesmo, de estruturas. Estes são considerados os principais processos limitadores da vida útil de produtos de engenharia.

Estes fenômenos, individualmente e seus efeitos combinados, têm um enorme impacto econômico nas indústrias, visto que levam a custos de manutenção, reparo e de materiais para substituições, além de perdas por paradas nas plantas industriais de produção. Ademais, reduzir e controlar o desgaste e a corrosão é importante para prolongar a vida útil dos equipamentos, tornar os dispositivos mais eficientes, economizar energia e melhorar a segurança (MACEDO, 2011; ZANZARIN, 2015).

Com o propósito de reparar componentes danificados, prevenir a ocorrência desses fenômenos, ou ainda de melhorar as propriedades de superfície, a engenharia de superfícies tornou-se um campo de pesquisa relevante para as indústrias manufatureiras, viabilizando o aumento da vida útil de equipamentos e ferramentas. Segundo Bell (1990), a engenharia de superfícies pode ser definida como a aplicação de uma tecnologia, para modificar as propriedades de materiais, criando um novo material que combina as características desejáveis da superfície e do material de base em uma mesma peça. A aplicação de revestimentos resistentes ao desgaste/corrosão é até agora um dos meios mais amplamente utilizados de proteção de componentes e tem a vantagem de poder alterar a composição química da superfície.

Existe uma grande variedade de métodos que podem ser utilizados para a deposição de revestimentos, como deposição por arco elétrico, deposição por aspersão térmica, deposição a plasma (*Plasma Transferred Arc Welding* - PTA), deposição superficial por fricção, laser *cladding* (deposição a laser), entre outras tantas técnicas.

Recentemente, a técnica de laser *cladding* tem conquistado um aumento de importância em uma variedade de setores industriais, como por exemplo os setores automotivo, aeroespacial e naval. Este é um processo para aplicação de recobrimentos superficiais que utiliza o laser como fonte de calor, promovendo a fusão da superfície do material de adição e do substrato. Este processo apresenta algumas vantagens em diversas aplicações, em relação às técnicas de deposição por arco elétrico, por exemplo, fornecendo um revestimento de alta qualidade devido à diluição extremamente baixa, reduzida porosidade e boa uniformidade da superfície. Além

disso, este processo produz um baixo aporte térmico, eliminando a distorção na peça, bem como a necessidade de pós-processamento e a perda de elementos de liga ou endurecedores (LI et al., 2017; ZANZARIN, 2015).

A deposição por laser *cladding* tem aplicação como um método de reparação de componentes já desgastados, através da recuperação de uma determinada região com a deposição do mesmo material ou de outro que possua propriedades melhores que o substrato. Além disso, destaca-se em sua atuação como método preventivo contra corrosão e desgaste por meio da deposição de revestimentos utilizando materiais dissimilares.

Atualmente, o aço ainda é bastante utilizado em componentes e estruturas de diversas indústrias, especialmente devido às suas boas propriedades acopladas ao seu baixo custo. Entretanto, em aplicações que requerem grande suporte de carga e condições severas de trabalho, apresenta-se como um material altamente susceptível a falhas, sendo a corrosão um tipo de deterioração que pode ser facilmente encontrada em obras metálicas. Um revestimento capaz de retardar os danos a esta estrutura de suporte traria grande economia financeira para indústrias, bem como benefícios para sociedade, garantindo a segurança do meio ambiente e população. Dentro dessa perspectiva, o aço e suas ligas com superfícies modificadas pela deposição de revestimentos tornaram-se alvo de diversos estudos (BRAGATTO JUNIOR, 2014; SOUZA, 2016; VIDAL, 2014).

Como uma alternativa para melhorar as propriedades superficiais de corrosão e desgaste de um aço carbono, superligas de níquel podem ser depositadas em sua superfície através do processo de laser *cladding*. Essas ligas têm sido consideradas na proteção de componentes de engenharia sujeitos a condições agressivas visto que são capazes de fornecer elevadas resistência mecânica e à corrosão/oxidação em altas temperaturas, além de combinar uma boa resistência à fadiga térmica e mecânica. Ademais, devido aos grandes valores de dureza superficial do nitreto de titânio (TiN) e resistência à corrosão, este reforço cerâmico pode ser adicionado à superliga de níquel formando um compósito com propriedades ainda melhores.

Nesta pesquisa foi realizado um estudo da parametrização do processo de laser *cladding* para a deposição da liga de níquel Inconel 625 (IN625) em um substrato de aço carbono ASTM A36, além da análise dos efeitos dos parâmetros do processo nas características geométricas e no grau de diluição de cordões singulares. Com base nos parâmetros estudados, revestimentos de IN625 e de compósitos com adição do reforço de TiN, obtidos através do processo de moagem de alta energia (MAE), foram depositados na busca de avaliar as propriedades de resistência ao desgaste deste material quando sujeito a ambientes degradantes.

1.1 OBJETIVO

1.1.1 Objetivo Geral

Estudar o processo de laser *cladding* para otimização de parâmetros de deposição de revestimentos da liga de níquel Inconel 625 (IN625) reforçada com Nitreto de Titânio (TiN) sobre um substrato de aço ASTM A36, avaliando tanto os aspectos operacionais do processo quanto os aspectos metalúrgicos e mecânicos dos revestimentos depositados, visando caracterizá-los quanto ao seu desempenho em relação à dureza e resistência ao desgaste.

1.1.2 Objetivos Específicos

- Fabricar pós compósitos de IN625 reforçados com TiN através do processo de moagem de alta energia, verificando a correspondente incorporação do reforço à matriz, além de avaliar a viabilidade de aplicação destes pós compósitos por meio do processo de laser *cladding*;
- Analisar a influência dos parâmetros do processo de deposição a laser nas características geométricas de cordões singulares, especialmente quanto à molhabilidade e diluição, através da ferramenta estatística de Design de Experimentos Box Behnken;
- Relacionar e avaliar as diferenças nas características geométricas dos revestimentos depositados em função da quantidade de TiN e do método de deposição por laser *cladding* aplicado;
- Correlacionar os desempenhos de dureza e tribológico dos revestimentos depositados, em função do percentual de reforço de TiN adicionado e diferenças no método de processamento.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 ENGENHARIA DE SUPERFÍCIES

Desde o início da civilização humana são realizadas modificações nas superfícies dos materiais, como por exemplo na fabricação de ferramentas feitas de pedra, madeira e, posteriormente, metal. Entretanto, apenas no século XX a engenharia de superfícies tomou maiores proporções como consequência dos avanços tecnológicos, se tornando um campo de pesquisa relevante para as indústrias de manufatura (GANDRA; MIRANDA; VILAÇA, 2012; DINIZ, 2015).

A modificação superficial é motivada pelo fato de que um material dificilmente apresentará todas ou, pelo menos, a maioria das propriedades desejáveis para uma determinada aplicação. Além disso, em certas situações é necessário que as propriedades da superfície do material e do seu interior sejam distintas.

Existem diferentes técnicas que podem ser utilizadas para formação de camadas superficiais, podendo-se classificar em modificações superficiais com formação de interface (deposição de filmes/revestimentos) e sem a formação de interface. Entende-se interface como a região em que ocorrem mudanças das propriedades físicas, químicas e estruturais, de forma que os comportamentos entre a superfície (revestimento) e a peça (substrato) são diferentes (DINIZ, 2015).

2.1.1 Deposição de Revestimentos

Atualmente diversas indústrias têm feito uso da deposição de revestimentos, isto é, da aplicação de uma camada na superfície de um material que tenha composição química diferente. Seu uso crescente é decorrente da sua capacidade de melhorar as propriedades das superfícies de componentes ou estruturas, especialmente em relação à resistência ao desgaste e à corrosão, ou até mesmo de reparar componentes danificados. Desta forma, a vida útil de componentes de alto custo é aumentada, possibilitando um ganho considerável para as empresas em termos de redução de custo e/ou melhor desempenho.

Uma grande variedade de métodos pode ser utilizada para a deposição de revestimentos. A seleção do tipo de processo a ser utilizado para promover uma deposição mais eficiente depende de diversos fatores, tais como: o tipo de reparo superficial, a extensão do reparo, o local onde o reparo vai ser realizado, o custo/benefício do processo, tamanho e acessibilidade do componente, produtividade, eficiência energética do processo, seleção de materiais de

revestimento e substrato, pré e pós-tratamentos necessários, integridade do revestimento, espessura de revestimento atingível, mecanismo de ligação, temperaturas de processamento, distorção do substrato, entre outros (MACEDO, 2011; ZANZARIN, 2015).

Dentre as principais técnicas utilizadas na deposição de revestimento para modificação de superfícies podem ser citadas (GOMES, 2016):

- Soldagem a arco: O revestimento é criado pela fusão do metal de adição na superfície do substrato e, após a extinção ou movimentação do arco, irá se solidificar. Resultam em uma boa ligação metalúrgica. Exemplos: GTAW (*Gas Tungsten Arc Welding*), GMAW (*Gas Metal Arc Welding*), PTAW (*Plasma Transferred Arc Welding*), entre outros.
- Aspersão térmica: Materiais são depositados na superfície de um componente como fundidos ou não. A ligação pode ser mecânica, metalúrgica, química, física ou uma combinação destas, a depender do tipo de técnica utilizada. Exemplos: chama a gás, por arco elétrico, plasma e chama de alta velocidade.
- Laser *cladding* ou revestimento a laser: Técnica que permite a melhoria das propriedades de um metal base por meio da alteração da composição da camada superficial através da adição de um material em um banho de fusão ao qual o material de adição é aplicado.

2.2 LASER CLADDING

A técnica, mais comumente conhecida por laser *cladding*, e que no português pode ser entendida como soldagem de revestimento a laser, também recebe outras tantas denominações no inglês, a depender da aplicabilidade do processo. Dentre as designações alternativas, podem ser destacadas da literatura: *direct metal deposition*, *laser engineered net shapping*, *laser direct casting*, *laser consolidation*, *laser powder fusion*, *laser metal forming*, *directed light fabrication*, *laser powder deposition*, entre outras (TOYSERKANI; KHAJEPOUR; CORBIN 2005; VALENTE, 2017). Ao longo desta tese far-se-á uso do termo “laser *cladding*”.

2.2.1 Laser

Laser é um acrônimo para “*Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*”, que significa amplificação da luz através da emissão estimulada de radiação.

O fenômeno da emissão estimulada foi previsto em 1916 por Albert Einstein, o qual serviu de base para o desenvolvimento, em 1954, por Townes, do primeiro amplificador e

oscilador de emissão estimulada, chamado de “MASER” (Amplificador de microondas por emissão estimulada de radiação). Alguns anos depois, em 1958, Schawlow e Townes mostraram que era possível produzir luz coerente por emissão estimulada de radiação e, então, a primeira fonte de laser rubi foi produzida por Maiman em 1960 (GOMES, 2016; VALENTE, 2017; ZANZARIN, 2015).

A geração de luz através do laser utiliza os mesmos princípios tanto quando se trata de um equipamento laser robusto para soldagem, quanto no caso de uma caneta laser pointer, sendo constituídos basicamente pelos seguintes componentes: meio ativo, cavidade ressonante (ou ressonador), fonte externa de energia e dissipador de calor (CONTIN, 2017; GOMES, 2016).

O laser se diferencia das demais luzes por algumas particularidades, como feixe de laser estreito, uma cor definida e ondas alinhadas (SCHWEITZER, 2014), permitindo, assim, que ele seja utilizado para uma vasta gama de aplicações. Embora a eficiência energética em geral seja baixa, o feixe estreito produzido compensa (HITZ; EWING; HECHT, 2001).

2.2.2 História do processo

A tecnologia laser *cladding* foi introduzida e patenteada por Daniel S. Gnanamuthu, em 1976, na *Rockwell International Corporation*, na Califórnia, EUA (TOYSERKANI; KHAJEPOUR; CORBIN 2005; VALENTE, 2017). Seu desenvolvimento teve como objetivo melhorar a qualidade da superfície de componentes, visto que os processos tradicionais baseados em fusão como a soldagem GTAW, o *plasma spray*, entre outros, apresentavam desvantagens como elevada diluição do substrato no revestimento, distorções na peça devido ao grande aumento de temperatura, pouca precisão na deposição, porosidades, problemas de aderência do revestimento ao substrato, entre outros (CONTIN, 2017; VALENTE, 2017).

Inicialmente, buscou-se utilizar o processo de laser *cladding* através da pré-colocação do material de adição no substrato, visando avaliar a viabilidade do processo para melhorar a qualidade superficial de materiais através da deposição de revestimentos cerâmicos densos em peças metálicas.

Ao longo dos anos diversos grupos de pesquisa foram formados em busca do desenvolvimento desta tecnologia. William M. Steen liderou um dos grupos que teve mais impacto neste estudo, introduzindo o processo de laser *cladding* por injeção de pó. Jyoti Mazumder conduziu outro grupo de investigação que contribuiu para o conhecimento dos possíveis princípios do processo. Este, ainda, aplicou a técnica a diversos metais e cerâmicos para investigar o seu potencial de “*cladability*”, isto é, a aptidão do material para formar um

revestimento contínuo de alta densidade, com uma microestrutura uniforme ou homogênea, possuindo forte ligação metalúrgica ao substrato, baixa diluição, e para investigar, ainda, a sua posterior resistência à corrosão e ao desgaste (TOYSERKANI; KHAJEPOUR; CORBIN 2005; VALENTE, 2017).

O laser *cladding* passou a ser alvo de interesse da indústria ainda na década de 80, pois era considerado como um processo que apresentava grandes vantagens em relação à melhoria da resistência à corrosão e ao desgaste dos revestimentos em comparação aos processos convencionais, além de ganhar mercado na área de reparação de componentes. Em 1981, a *Rolls Royce* relatou a primeira aplicação de laser *cladding* na indústria através do revestimento de pás de turbina feitas de Nimonic. Nos anos seguintes, na indústria automobilística, a Fiat, Toyota e Mercedes-Benz passaram a utilizar o processo no revestimento das válvulas dos motores (TOYSERKANI; KHAJEPOUR; CORBIN, 2005).

2.2.3 Princípios de Funcionamento

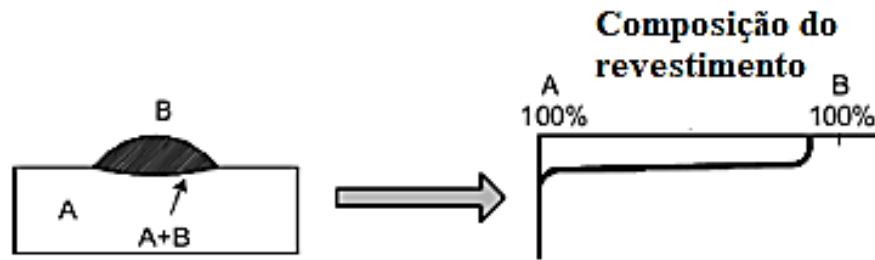
A interação entre o laser e o material leva a diferentes processos, podendo ser distinguidos três grupos de técnicas de tratamento de superfícies com laser para melhoria das propriedades. São elas (SCHNEIDER, 1998; TORRES, 2015; VALENTE, 2017):

- Técnicas sem fusão ou com têmpera da superfície (*surface hardening*);
- Técnicas com fusão da superfície (*surface melting*);
- Técnicas com fusão da superfície e com material de adição.

As técnicas que fazem uso de material de adição são aplicadas quando o material base não é capaz de melhorar, por si só, suas propriedades mecânicas através de técnicas de fusão ou têmpera da superfície. Assim, é realizada uma alteração da composição da camada superficial através da adição de um determinado material em um banho de fusão, permitindo-se a melhoria dessas propriedades. Dentre as técnicas que pertencem a esta classe pode ser destacada a técnica de laser *cladding*. Esta necessita de uma maior quantidade de material de adição a ser acrescido ao banho de fusão em relação às demais técnicas da classe, ocorrendo assim a fusão do material que é adicionado e minimizando a fusão do substrato (SCHNEIDER, 1998; VALENTE, 2017).

Assim, no processo de laser *cladding*, a adição de um material para a poça de fusão é responsável por gerar uma camada, chamada *clad*, com uma composição química diferente no topo do material de base, como mostrado na Figura 1. A composição química e propriedades do revestimento dependem do tipo e da quantidade de material adicionado.

Figura 1 – Composição química de um cordão isolado depositado através da técnica de laser *cladding*



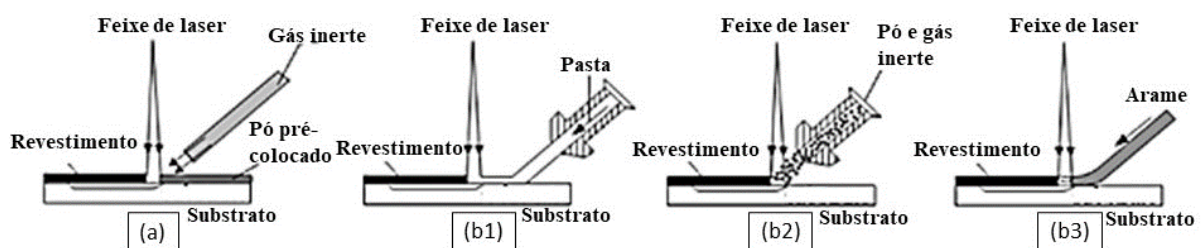
Fonte: Adaptado de Zanzarin (2015)

No processamento por laser *cladding*, o calor gerado é fornecido por um feixe de laser de elevada potência que é bem confinado e muito intenso, de forma a promover uma elevada taxa de aquecimento da camada superficial. Assim, a camada superficial já aquecida fica temperada, como consequência da passagem do laser por difusão do calor para a parte mais fria do material. As altas taxas de aquecimento/resfriamento na camada superficial resultam no refinamento do grão e na formação de fases metastáveis e/ou na alteração das microestruturas.

Desta forma, o laser *cladding* é uma técnica de tratamento superficial que consiste na aplicação do laser como fonte de calor, visando melhorar as propriedades mecânicas do substrato pela adição de finas camadas de outro material com propriedades mais adequadas para a aplicação requerida.

Existem duas possíveis configurações para a deposição de revestimentos pelo processo de laser *cladding*. A primeira consiste na transferência do material de adição para o substrato por alimentação contínua (processo laser *cladding* em uma etapa), através da injeção na forma de pós, arame ou pasta. A segunda, por outro lado, consiste em uma colocação prévia (ou pré-colocação) dos pós no substrato (processo laser *cladding* em duas etapas) (SOUTO, 2013; VALENTE, 2017; ZANZARIN, 2015). A Figura 2 representa esquematicamente as formas de transferência do material de adição ao substrato.

Figura 2 – Possíveis configurações para uma deposição através da técnica de laser *cladding*: (a) processo em duas etapas, (b) processo em uma etapa com injeção de (b1) pasta, (b2) pós e (b3) arame



Fonte: Adaptado de Toyserkani, Khajepour e Corbin (2005)

2.2.3.1 Processo laser *cladding* em duas etapas

O processo de laser *cladding* em duas etapas corresponde a um método de pré-colocação do material de adição. Assim, a primeira etapa consiste na colocação do material sobre o substrato e a segunda na formação de um banho de fusão da camada pré-colocada pela irradiação do laser. O material de adição pode ser fornecido de diversas formas (pó, pasta, arame, entre outros), sendo que a pré-colocação na forma de pós é um dos métodos mais simples (ZANZARIN, 2015).

Os pós são geralmente misturados com um ligante químico, formando uma pasta, para garantir sua aglomeração e assegurar uma boa ligação entre material de adição e substrato. Isso previne a remoção das partículas de pó devido ao fluxo de gás inerte na segunda etapa do processo e assegura uma boa qualidade do revestimento final. Entretanto, a evaporação do ligante durante o processo pode ser causa de algumas porosidades na camada de revestimento (TUOMINEN, 2009; VALENTE, 2017; ZANZARIN, 2015).

Quando se inicia a irradiação do laser, as partículas dos pós na superfície começam a se aquecer, mas nenhuma condução de calor é permitida entre as partículas devido ao contato limitado entre elas. Subsequentemente, as partículas aquecidas se fundem e, a partir deste estágio, conduzem calor para as adjacentes. Continuando o aquecimento, é possível fazer com que o banho de fusão se estenda até ao substrato, criando-se uma ligação forte entre o material de adição e o próprio substrato (SCHNEIDER, 1998; TORRES, 2015; VALENTE, 2017). A profundidade final da fusão é representativa da diluição do material.

Segundo Li e Mazumder (1984), mesmo que esta tecnologia garanta uma alta eficiência de material, as exigências energéticas são muito mais elevadas do que aquelas para a técnica de injeção dos pós. Por estas razões, juntamente com o fato de serem necessárias duas etapas para a deposição do material de adição, o processo laser *cladding* em uma etapa é geralmente preferido.

2.2.3.2 Processo laser *cladding* em uma etapa

No processo de laser *cladding* em uma etapa ocorre a alimentação contínua de um material de adição em uma poça de fusão gerada pela fonte de laser. O material é geralmente adicionado na forma de pós, embora também seja possível na forma de arame ou de uma pasta constituída por pós e por um ligante adequado, sendo esta última muito menos comum que as outras duas formas. O processo híbrido também se faz possível.

O processo de laser *cladding* com injeção de pós é o método de uma etapa mais utilizado devido à vasta gama de material e ligas disponíveis na forma de pó, bem como à eficiência de reação entre o pó e feixe de laser, visto que o laser pode passar mais facilmente pelo fluxo de partículas, promovendo uma elevada absorção da sua energia (SOUTO, 2013; VALENTE, 2017; ZANZARIN, 2015).

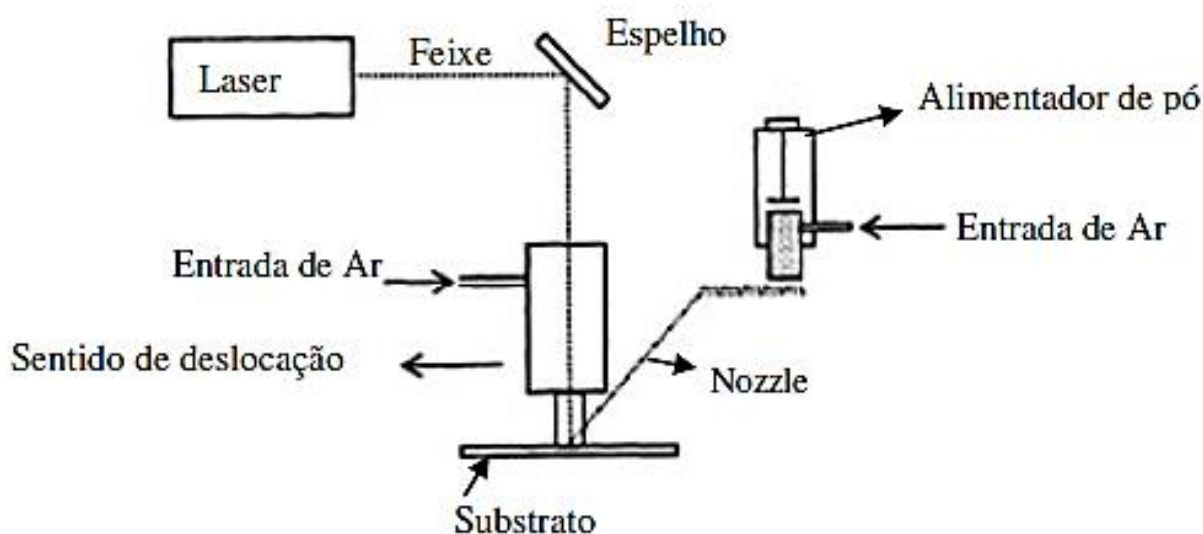
O processo inicia-se pela irradiação do feixe de laser em uma fina camada do substrato para formação de um banho de fusão, sendo o material de adição injetado, simultaneamente, para esse banho. À medida que os pós estão sendo alimentados para o banho, estes se aquecem antes mesmo de incidirem na poça a ser criada no substrato, pela interação dos pós com o feixe de laser. Ao atingir o banho de fusão, o material de adição vai ser fundido, para então ser solidificado e o revestimento se formar, criando uma forte ligação entre ele e substrato.

Em geral, a eficiência do processo laser *cladding* de uma etapa com injeção de pós é baixa, especialmente em relação à do processo de duas etapas, sendo esta sua principal desvantagem (ZANZARIN, 2015). Entretanto, tem se mostrado o método mais utilizado.

2.2.4 Equipamento para deposição

A Figura 3 ilustra um equipamento típico de laser *cladding* com injeção de pós. De forma geral, o equipamento consiste em três principais componentes: o sistema a laser, um sistema robótico de computador numericamente controlado (CNC) e um sistema de alimentação contínua de pó com a respectiva cabeça (*nozzle*) de injeção incorporada.

Figura 3 – Esquema representativo dos principais componentes de um sistema de deposição por laser *cladding* com injeção de pó



Fonte: Souto (2013)

O sistema de laser tem a função de prover a energia necessária ao processo através de um feixe de laser, enquanto o sistema robótico é responsável por garantir o movimento relativo do componente e do feixe.

Os diversos tipos de laser são classificados de acordo com o meio ativo. No processamento por laser *cladding*, a fusão do material do revestimento e de uma fina camada do substrato, enquanto se evita evaporação, é necessária. Assim, é preciso garantir a quantidade apropriada de densidade de potência e de tempo de interação, limitando os tipos de laser que podem ser utilizados no processo. Dentre os vários sistemas de laser disponíveis, os principais tipos utilizados no processo de laser *cladding*, são: o dióxido de carbono (CO₂), granada de ítrio e alumínio dopada com neodímio (Nd: YAG - *Neodymium-doped Yttrium Aluminium Garnet*) bombeados por lâmpadas ou por diodo, laser de diodo de alta potência (HPDL) e laser de fibra (GOMES, 2016; VALENTE, 2017; ZANZARIN, 2015). A Tabela 1 resume as características desses tipos de laser.

Tabela 1 – Principais tipos de laser utilizados no processo de laser *cladding*

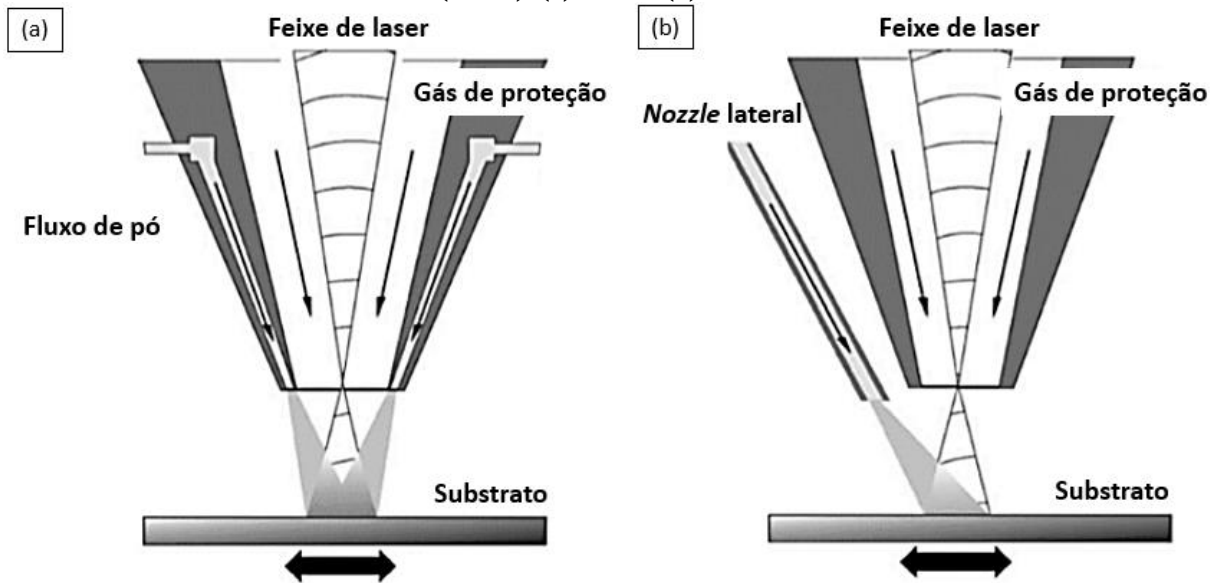
Fonte	λ (μm)	Potência máxima (kW)	Eficiência (%)	Densidade de potência (W/cm²)
CO₂	10,64	45	5-10	10 ⁶ -10 ⁸
Nd: YAG – lâmpada	1,06	4	1-4	10 ⁵ -10 ⁷
Nd: YAG – diodo	1,06	5	10-12	10 ⁶ -10 ⁹
HPDL	0,65-0,94	15	>50	10 ³ -10 ⁵
Fibra	0,34-2,10	50	>30	10 ⁶ -10 ¹⁰

Fonte: Adaptado de Souto (2013) e Zanzarin (2015)

Já o sistema de alimentação do pó deve ser capaz de entregar a quantidade necessária de pó para a zona de interação com o laser, influenciando diretamente na capacidade de escoamento do fluxo de pó e sendo considerado, portanto, um componente essencial para o processo.

Existem vários tipos de sistemas de alimentação de pó. Primeiramente pode-se classificar um sistema de alimentação de acordo com a configuração geométrica do *nozzle*. A “cabeça” de laser *cladding*, que permite a chegada do laser à superfície a ser tratada, é composta pela fonte de laser, do(s) bocal(is) para alimentação do pó (*nozzle*) e de um bocal que fornece o gás protetor do banho de fusão. Assim, o *nozzle* pode estar na configuração coaxial ou lateral, conforme exemplificado na Figura 4.

Figura 4 – Representação esquemática dos tipos de configuração geométrica do alimentador de pó (*nozzle*): (a) coaxial (b) lateral



Fonte: Adaptado de Valente (2017)

Quando o *nozzle* está na configuração coaxial (Figura 4 (a)), não há bocais exteriores na “cabeça” de laser *cladding* para que seja feita a injeção do pó, de forma que a alimentação é feita coaxialmente ao fornecimento do gás protetor. Por outro lado, na configuração lateral (Figura 4 (b)), há uma melhor eficiência de captação do pó em relação à coaxial (SOUTO, 2013; ZANZARIN, 2015), mas há o risco de haver variação na sua localização, influenciando a reprodutibilidade do processo.

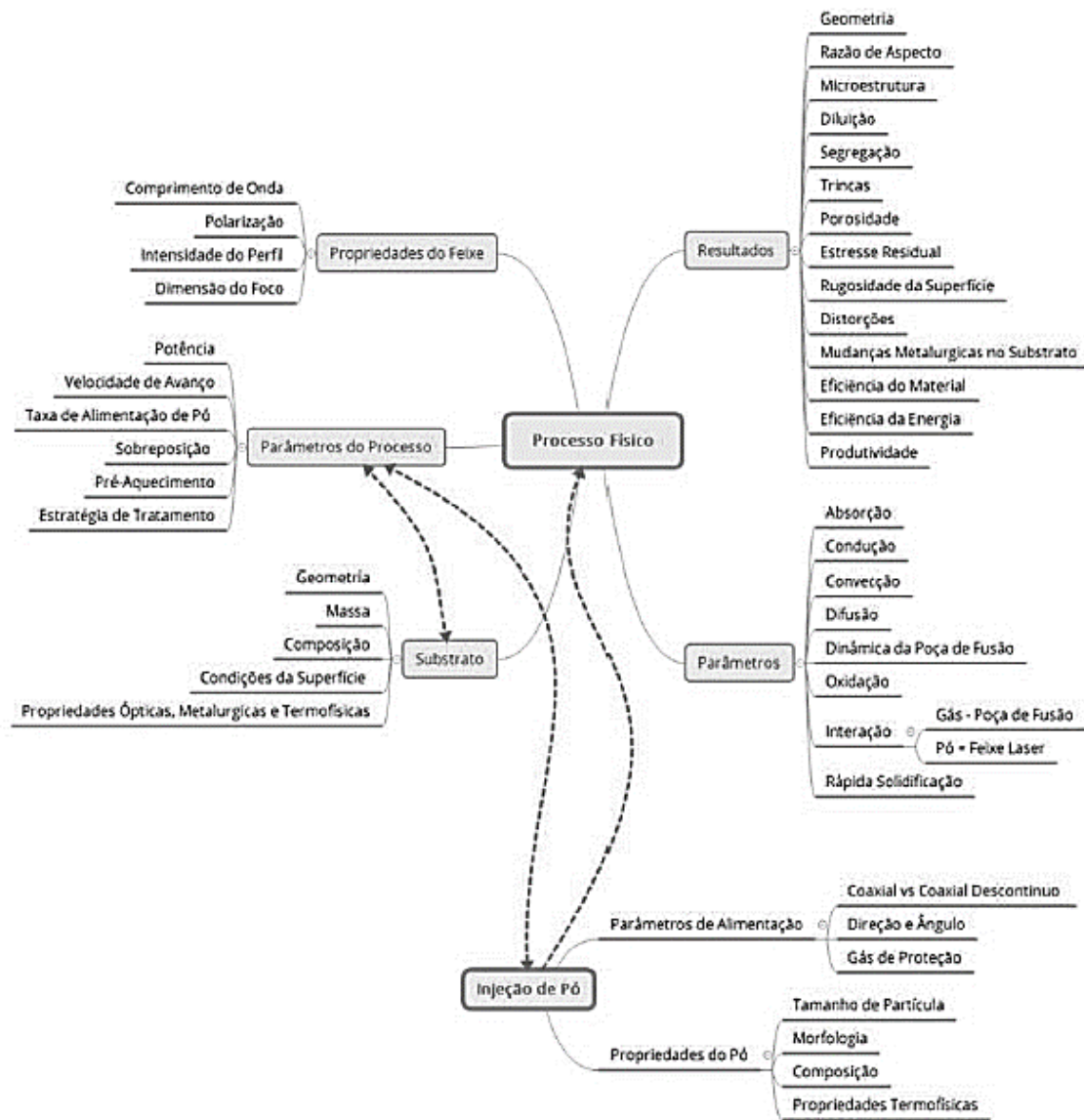
O sistema de alimentação também pode ser classificado quanto ao princípio de funcionamento. A injeção do pó para a zona de fusão pode ser realizada por meio da gravidade ou de um gás pressurizado, sendo o último preferível, pois possibilita o revestimento em qualquer orientação e previne oxidação (ZANZARIN, 2015). Desta forma, o gás de proteção não serve apenas para proteger a poça de fusão de contaminação, mas também para transportar as partículas de pó até ao banho de fusão. Utiliza-se um gás inerte, geralmente o hélio e argônio, ou o gás ativo parcialmente reativo nitrogênio (SOUTO, 2013).

2.2.5 Influência dos parâmetros (inputs) do processo

As características dos revestimentos depositados estão diretamente relacionadas aos parâmetros (inputs) do processo e aos fenômenos físicos que ocorrem. Os parâmetros do processo podem ser classificados em: propriedades do feixe, parâmetros de alimentação, propriedades dos materiais e parâmetros operacionais. Enquanto os três primeiros são fixos, dependendo das propriedades do equipamento e da escolha do material de adição e do substrato,

os parâmetros operacionais podem ser modificados e afetam diretamente os resultados do processo. Assim, um controle adequado destes fatores permite a deposição de camadas homogêneas e sem defeitos. Na Figura 5 estão apresentados esquematicamente os principais parâmetros envolvidos no processo.

Figura 5 – Principais parâmetros do processo de laser *cladding*



Fonte: Adaptado de Steen e Mazumder (2010)

De acordo com Zanzarin (2015), a potência do laser, a velocidade de deposição e a taxa de alimentação dos pós são considerados os principais parâmetros do processo, visto que apresentam uma larga influência nas características dos revestimentos. Não obstante, outros fatores como distância focal e o fluxo do gás de arraste do pó também assumem um papel importante no controle da qualidade do revestimento (SOUTO, 2013).

2.2.5.1 Potência do laser

A potência, que é a energia gerada pelo laser por unidade de tempo, tem relação direta com a densidade de energia por área, a qual também está relacionada com a velocidade de deposição.

A potência do laser influencia principalmente na profundidade fundida do substrato (P), isto é, na penetração do cordão e, conseqüentemente, na diluição. Quanto maior a potência, maior a energia gerada, favorecendo a fusão do substrato e uma maior diluição será observada, conduzindo a revestimentos com maior aderência. Entretanto, um aumento demasiado da potência pode provocar uma diluição excessiva (REDDY et al., 2018; SCHNEIDER, 1998; SOUTO, 2013). Um aumento na potência também gerará cordões mais largos, embora apresente um efeito limitado na altura do cordão (ZANZARIN, 2015).

Com relação à formação de porosidades, embora Figueredo (2019) tenha observado que um aumento na potência levaria a um maior tempo para solidificação, dando mais tempo para que os gases saíssem da região, formando menos poros, Reddy et al. (2018) relatou que a porosidade não possui relação direta com os parâmetros operacionais.

Ainda, potências de laser elevadas podem ocasionar empenamentos em peças de baixa espessura, além de provocar grande evaporação das partículas levando à perda de pó e ineficiências no processo global. Desta forma, uma definição adequada da potência é requerida.

2.2.5.2 Velocidade de deposição

A velocidade de deposição está relacionada ao tempo de interação entre o feixe de laser e o material, interferindo de forma relevante nas características geométricas do depósito, sendo que a energia efetiva imposta no material diminui com o aumento desta velocidade. Desta forma, aumentos na velocidade levam a uma redução na largura e profundidade da zona de fusão. Ainda, valores elevados de velocidade podem gerar baixa penetração, obtendo ainda uma falta de fusão do material de adição. Já valores baixos demais podem gerar cordões largos e distorções na peça.

Com relação à diluição, embora seja esperado que um aumento na velocidade leve a menores proporções diluídas, como decorrência do efeito *plasma shielding* esta pode aumentar (FIGUEREDO, 2019). Ainda, de acordo com a espessura do revestimento depositado, a velocidade tende a influenciar mais significativamente ou não na diluição. Para cordões de baixa espessura, um aumento na velocidade tende a aumentar a diluição com mais expressividade (ZANZARIN, 2015).

2.2.5.3 Taxa de alimentação do pó

A taxa de alimentação corresponde a quantidade de pó que é introduzida na zona de fusão por unidade de tempo. Esta taxa está diretamente relacionada à velocidade de rotação do prato giratório do sistema de injeção e do fluxo do gás de arraste do pó.

A otimização do fluxo de pó permite controlar a extensão da diluição na medida em que um aumento na taxa de deposição do pó conduz a uma diminuição de diluição e da zona termicamente afetada (ZTA), devido à atenuação da potência do laser (LOPES, 2018; REDDY et al., 2018; SOUTO, 2013). A taxa de alimentação é importante na adequação da altura do cordão depositado, visto que uma maior taxa leva a uma maior altura (SCHNEIDER, 1998).

2.2.5.4 Distância focal

Entende-se distância focal como a distância entre a lente de convergência e o ponto focal, que corresponde à área perpendicular de menor diâmetro do feixe de laser em que a densidade de potência é máxima. A variação da distância focal do sistema ótico serve para controlar o diâmetro do feixe no ponto de interação com o substrato, podendo estar dentro da peça de trabalho alcançando o máximo de penetração, sobre a superfície ou com o feixe defocado (FIGUEIREDO, 2019).

Segundo Reis et al. (1998), ao utilizar distâncias de focagem de 30 e 35 mm abaixo do ponto focal, uma maior desfocalização permitiu alcançar valores de diluição menores, assim como cordões com aspecto mais uniforme e espessura de revestimentos maiores. Devido à maior zona de interação feixe de laser/material, ocorre um menor fornecimento de energia por área.

2.2.6 Características dos Revestimentos

A qualidade e as propriedades dos revestimentos depositados por laser *cladding* são influenciadas por vários fatores que podem ser classificados em quatro grupos, conforme apresentado na Tabela 2. Algumas destas propriedades podem estar interrelacionadas, tornando-se difícil, na prática, produzir uma camada de revestimento que preencha todos os requisitos simultaneamente. Dentre as propriedades descritas, podem ser destacadas como principais aspectos para avaliação da qualidade das deposições as características dimensionais do revestimento, a diluição, a molhabilidade e a presença de porosidades.

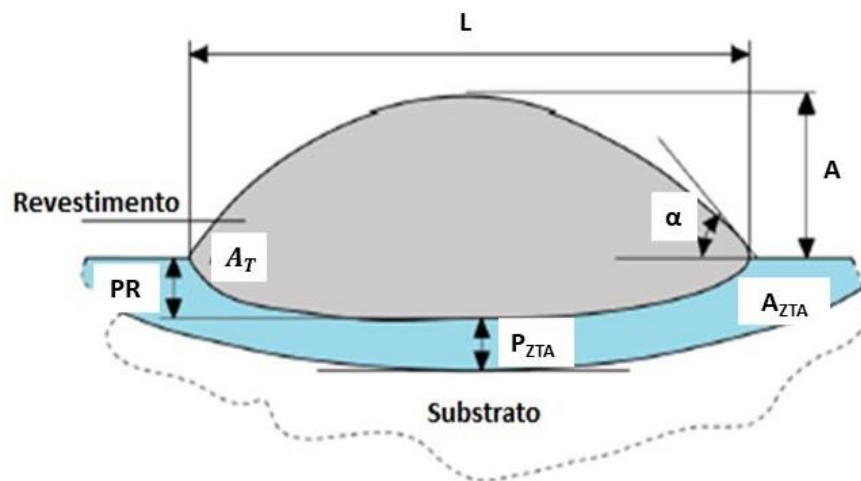
Tabela 2 – Propriedades para determinar a qualidade dos revestimentos depositados por laser *cladding*

Propriedades geométricas	Propriedades mecânicas	Propriedades metalúrgicas	Propriedades qualitativas
Dimensões	Distribuição de dureza	Microestrutura	Porosidade
Diluição	Estresses residuais	Diluição	Trincas
Rugosidade	Resistência ao desgaste	Tamanho de grão	
Molhabilidade	Resistência à tração	Homogeneidade	
		Resistência à corrosão	

Fonte: Adaptado de Schneider (1998)

2.2.6.1 Geometria do Revestimento

Uma sessão transversal típica de um revestimento depositado por laser *cladding* é ilustrada na Figura 6. Sua geometria é caracterizada principalmente pela altura do cordão depositado (A), sua largura (L), profundidade fundida do substrato ou penetração do cordão (PR) e ângulo de contato (α). Outras características consideradas como relevantes são a área da seção transversal do revestimento total (A_T), a profundidade da zona termicamente afetada no substrato (P_{ZTA}) e a área da zona termicamente afetada no substrato (A_{ZTA}).

Figura 6 – Seção transversal de um cordão de laser *cladding* e suas principais características geométricas

Fonte: Adaptado de Zanzarin (2015)

2.2.6.2 Diluição

Através das características dimensionais dos revestimentos pode-se avaliar o grau de diluição (D), que é uma das principais propriedades na caracterização da qualidade dos cordões depositados. A diluição é entendida como a proporção de material do substrato que fundiu durante o processo e foi adicionada ao revestimento, sendo um fator importante para o controle da contaminação do revestimento pelo material do substrato.

Embora a diluição deva ser pequena, preservando as propriedades intrínsecas do material adicionado como revestimento, esta deve ser suficiente para que ocorra a formação da zona de fusão, responsável pela forte ligação que é estabelecida entre o substrato e a camada depositada durante o processo de laser *cladding*. É importante destacar que uma diluição excessiva pode influenciar as propriedades do revestimento negativamente (SCHNEIDER, 1998; SOUTO, 2013; ZANZARIN, 2015). Assim, são aconselháveis valores de diluição entre 5% e 20% (LOPES, 2018).

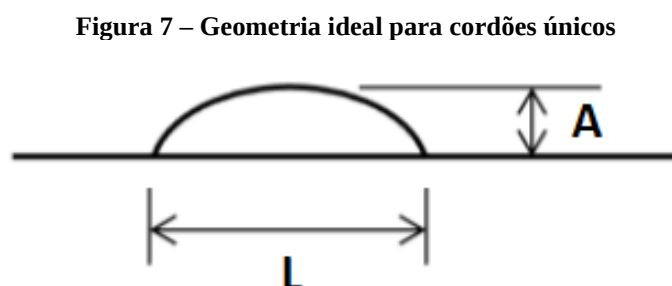
A avaliação da diluição pode ser descrita de várias formas, sendo a mais comum baseada na geometria do revestimento conforme a Equação 1 (LIU et al., 2017; ZANZARIN, 2015):

$$D(\%) = \frac{A_F}{(A_R + A_F)} \times 100 \quad \text{Equação 1}$$

Onde A_F é a área da seção transversal do substrato fundida e A_R é a área da seção transversal acima da superfície original do substrato. A diluição, entretanto, depende de vários fatores como condutividade térmica, temperatura inicial do substrato, taxa de deposição do pó, potência do laser, refletividade do material no comprimento de onda da radiação usada, entre outros (SOUTO, 2013).

2.2.6.3 Molhabilidade

A molhabilidade do revestimento, isto é, a suavidade na transição entre o revestimento e o substrato, pode ser correlacionada ao ângulo de contato (α) ou, alternativamente, de forma indireta, à razão entre a altura e largura (A/L) do cordão depositado. A razão A/L pode ser considerada como uma representação do grau de convexidade do cordão de solda. Este é um fator importante na avaliação da qualidade dos revestimentos, visto que está relacionado à aderência do revestimento ao substrato. Uma geometria ideal de um cordão singular está apresentada na Figura 7.



Fonte: Adaptado de Lopes (2018)

Um ângulo de contato agudo, ou menor valor da razão A/L , indica uma melhor molhabilidade e, conseqüentemente, uma maior aderência entre o revestimento e o substrato é obtida. Por outro lado, ângulos obtusos, ou maiores valores da razão A/L , levam a uma menor molhabilidade, com menor aderência na interface e maiores concentrações de tensão no “pé” do cordão (FIGUEREDO, 2019; PESSOA et al., 2010; SOUTO, 2013).

Desta forma, visando obter um revestimento com aderência adequada da camada depositada ao substrato, Telasang et al. (2014) e Zanzarin (2015) sugerem que o ângulo de contato seja superior a 100° ou, alternativamente, a razão A/L deve ser menor que $1/5$ para evitar a formação de porosidades entre cordões na deposição de revestimentos. Lopes (2018), no entanto, recomenda que a razão deva ser em torno de $1/3$ ou $1/4$ para a deposição de cordões homogêneos.

2.2.6.4 Porosidades

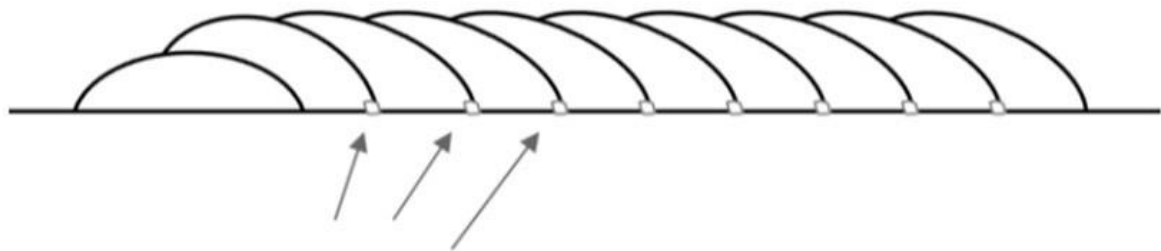
Outro *output* do processo que é capaz de influenciar a qualidade dos revestimentos de forma significativa é a presença de vazios na camada depositada. A formação de vazios, ou porosidades, nos revestimentos é um fenômeno que ocorre com relativa frequência tanto em cordões singulares quanto em revestimentos. As razões para a formação de poros são diversas, de forma que se faz necessário um controle adequado do processo para redução deste fenômeno.

Primeiramente, podem ser encontrados poros no interior do revestimento, os quais podem ser resultantes da formação de bolhas de gás que se aprisionam durante a solidificação da zona de fusão. Esse fenômeno pode ser minimizado pela vibração do substrato, capaz ainda de reduzir estresses internos e trincas (SCHNEIDER, 1998). Conforme relatado por Lopes (2018), outra razão para formação excessiva de porosidades pode ser uma relação entre potência do laser e taxa de deposição inadequada. Para uma potência demasiadamente elevada em relação à taxa de material depositado ocorreria uma entrada excessiva de calor com maior efeito no substrato do que no material de adição. A presença de poros nos cordões também pode estar associada a uma cobertura do gás de proteção insuficiente ou, ainda, ser decorrente de uma má qualidade dos pós depositados.

A formação de porosidades também pode ser observada na interface entre o material depositado e o substrato. Neste caso, pode ocorrer como consequência de pequenas falhas na superfície do substrato, como óxidos, defeitos, sujeiras, entre outros, os quais influenciarão na aderência do revestimento ao substrato.

Por fim, no caso de uma camada de revestimento onde múltiplos cordões são depositados, pode ainda ocorrer a formação de poros na região entre cordões adjacentes, conforme ilustrado na Figura 8. Este tipo de defeito, também conhecido por *inter-run porosity*, é frequentemente relacionado com o excesso de pó sendo depositado. Assim, pode ser observado em situações em que há uma sobreposição demasiadamente elevada ou, ainda, uma potência de laser insuficiente. Ainda, quando a formação de poros ocorre entre o primeiro e o segundo cordão, possivelmente decorre de uma razão A/L (ou molhabilidade) inadequada, de forma que o cordão seria muito alto em relação à largura do cordão. Desta forma, recomenda-se uma razão em torno de 1/3 ou 1/4 para evitar este tipo de porosidade nos revestimentos (SCHNEIDER, 1998; ZANZARIN, 2015; LOPES, 2018).

Figura 8 – Formação de poros entre cordões em camadas depositadas por laser *cladding*



Fonte: Adaptado de Lopes (2018)

2.2.7 Vantagens e Limitações do Processo

Os processos para deposição de revestimentos em geral, entre os quais se enquadra o laser *cladding*, visam melhorar as propriedades na superfície de componentes. Buscam, assim, aperfeiçoar as propriedades de resistência ao desgaste e à corrosão, além de promover aumento de dureza, ampliando o tempo de vida útil dos componentes (SCHNEIDER, 1998; SCHWEITZER, 2014; VALENTE, 2017; ZANZARIN, 2015). O uso de um material com melhores propriedades no topo de um material barato permite uma importante redução de custo em material. Ainda, a aplicabilidade na reparação de componentes permite salvar componentes de elevado valor que, de outro modo, teriam de ser substituídos, aumentando os custos.

O processamento por laser *cladding* apresenta muitas vantagens quando se compara com os processos convencionais de revestimento, como deposição à arco elétrico, deposição por plasma, *high velocity oxy fuel spraying* (HVOF), entre outros, tanto em termos de qualidade, quanto em relação à produção industrial. A Tabela 3 apresenta uma comparação entre algumas técnicas disponíveis para o revestimento de superfícies.

Tabela 3 – Comparação de diferentes técnicas de revestimento de superfícies

	Laser	SMAW	MIG	SAW	GTAW	HVOF
Espessura (mm)	0,2 – 2	1,6 - 10	1,0 – 6	2,0 - 10	0,5 – 3	0,3 – 1,5
Taxa de deposição (kg/h)	0,2 - 7	0,5 – 2,5	2,3 - 11	5 - 25	0,5 – 3,5	1 - 5
Distorção	Baixa	Média	Média	Alta	Alta	Baixa
Precisão	Alta	Baixa	Baixa	Baixa	Média	Baixa
Diluição (%)	1 - 5	15 - 25	15 - 50	10 - 50	10 - 20	Baixa
Integridade	Alta	Alta	Alta	Alta	Média	Média

Fonte: Adaptado de Ion (2005)

A aplicação do laser como fonte de calor permite que a fonte de energia seja bem controlada, visto que o laser é confinado e estreito, possibilitando o tratamento de pequenas regiões localizadas. Como consequência, problemas associados aos métodos tradicionais baseados em técnicas de fusão são ultrapassados, como baixa “adesão” ao substrato, elevado nível de porosidade e propensão para a ocorrência de distorções do material (GUO et al., 2012; SCHNEIDER, 1998; VALENTE, 2017).

O baixo aporte térmico associado ao processo permite atingir ordens de grandeza de maior densidade de energia, com formação de menores zonas termicamente afetadas (ZTA), reduzidas distorções térmicas e mudanças metalúrgicas no substrato, além de um baixo grau de diluição e forte ligação entre o revestimento e o substrato. Cabe ressaltar que uma diluição mínima controlada é considerada uma das principais vantagens técnicas desta técnica.

Além desses benefícios, pode ser citado o fato da alta densidade de energia do laser permitir tempos baixos de interação entre a fonte de calor e o material base, levando a altas taxas de solidificação e de resfriamento, o que favorece a formação de microestruturas refinadas e/ou fases metaestáveis. Entretanto, cabe salientar que tanto a morfologia dos cordões depositados como a microestrutura obtida são dependentes dos parâmetros utilizados, independentemente de qual tipo de processo de deposição se esteja referindo.

Cabe destacar ainda, dentre as vantagens do processo de deposição por laser *cladding*, o seu elevado potencial para automação. Assim, há uma grande flexibilidade e adaptabilidade ao processamento automático, com a possível obtenção de geometrias complexas, o que torna a técnica bastante atrativa para soluções industriais diante da redução de custos associados. Ainda, o fato de não ocorrer o contato direto (sem contato físico) evita o desgaste ou aplicação de forças nas ferramentas e peças (SCHNEIDER, 1998; SCHWEITZER, 2014; SOUTO, 2013; VALENTE, 2017; ZANZARIN, 2015).

Não obstante, como todo processo, o laser *cladding* também apresenta limitações, em virtude das quais ainda não é aplicado vastamente nas indústrias (SCHNEIDER, 1998; SOUTO, 2013; VALENTE, 2017; ZANZARIN, 2015). Primeiramente, destaca-se o alto investimento inicial do equipamento do laser, além dos elevados custos de manutenção e de especialização de mão de obra capacitada para manuseio do equipamento. Ainda, embora processos de alta densidade de energia apresentem vantagens competitivas, possuem baixa eficiência energética.

Outra desvantagem é que é necessário um rigoroso controle sobre os parâmetros operacionais e distúrbios no processo, pois a alta sensibilidade do laser *cladding* pode resultar em alterações significativas na qualidade do revestimento, apresentando baixa reprodutibilidade. Ainda, a combinação de alta concentração de energia e alta velocidade de deposição geram fortes gradientes térmicos, o que torna a produção de revestimentos livre de trincas com materiais frágeis uma tarefa difícil.

No entanto, com os contínuos desenvolvimentos tecnológicos em lasers de diodo de alta potência (HPDL), lasers de fibras e controladores sofisticados, o laser *cladding* apresenta ótimo potencial industrial na obtenção de revestimentos metálicos e aplicações de manufatura aditiva.

2.2.8 Aplicabilidade do processo

O processamento por laser *cladding*, devido ao seu baixo aporte térmico, permitindo baixa distorção e diluição minimizada comparados aos processos convencionais por fusão, tem se tornado bastante interessante para diversas aplicações e oportunidades no mercado. Dentre as principais aplicações, além do revestimento de superfícies metálicas, a tecnologia vem sendo aplicada na reparação de componentes e para prototipagem (GOMES, 2016; SOUTO, 2013).

Primeiramente, pode ser destacado que esta técnica é bastante aplicada para deposição de finas camadas de revestimentos para garantir uma boa resistência ao desgaste e à corrosão. Embora os aços apresentem excelentes propriedades mecânicas, muitas vezes estão sujeitos a grandes cargas e condições severas de trabalho, como em aplicações como turbinas e eixos de usinas de energia e das indústrias de óleo e química, estando altamente susceptíveis a falhas. Assim, a deposição de revestimentos a laser é considerada como uma alternativa para retardar esses prováveis danos aos componentes e, conseqüentemente, às estruturas como um todo.

Recentemente, revestimentos bio-cerâmicos em ligas de titânio por laser *cladding* têm sido usados em implantes ortopédicos com uma camada de fosfato de cálcio visando promover o crescimento do osso quando o implante for inserido no corpo. Com relação aos revestimentos metálicos por laser *cladding*, o mercado líder é o do revestimento de turbinas de gás de

aeronaves comerciais. Em busca de suprir as necessidades destes componentes, que sofrem com o calor, visando maiores eficiências, menores custos e alta resistência, são aplicados revestimentos de superligas à base de níquel (LOPES, 2018).

Atualmente, o processo é amplamente aplicado na reparação de componentes desgastados e danificados. Esta é especialmente realizada em componentes de elevado custo e tem objetivo de repor a forma original das peças, enquanto mantém as propriedades mecânicas e metalúrgicas dos originais, visando aumentar o tempo de vida útil das estruturas. O laser *cladding* consegue promover a reparação em muitas ligas consideradas de má soldabilidade pelos processos convencionais, como as ligas de alumínio.

No caso de componentes de motores de aeronaves, os reparos correspondem a cerca de 30% de sua manutenção total. Mais ainda, no caso da reparação de turbinas e pás de seus motores, tanto em aplicações civis quanto militares, o custo com manutenção foi estimado em cerca de 1,2 mil milhões de dólares por ano (TANAKA et al., 2003). Desta forma, esta técnica permite reparar com qualidade e reduzir o custo na recuperação de componentes como pás de turbinas, ferramentas e componentes (GOMES, 2016; SCHWEITZER 2014; SOUTO 2013).

A reparação de pás de turbinas através da deposição de revestimentos por laser *cladding* é uma das aplicações mais importantes desta técnica. Isso se deve ao fato desses componentes estarem expostos a altas tensões térmicas e mecânicas, estando sujeitas a falhas, como as decorrentes de fadiga, corrosão, impacto, entre outras. Outra aplicação do processo que vem ganhando um grande destaque na indústria é na deposição de revestimento a laser no reparo de turbinas a gás construídas com componentes SX, a fim de melhorar a eficiência durante a operação em temperaturas mais altas na entrada da turbina (SCHWEITZER, 2014). O processo de deposição por laser *cladding* é citado como a tecnologia mais adequada tanto na construção, quanto na reparação de tais componentes (SHEPELEVA et al., 2000).

Outra aplicação do processo, a prototipagem, ganhou destaque pela capacidade de reduzir o tempo de fabricação de ferramentas e equipamentos complexos a partir da utilização do projeto auxiliado por computador (CAD). Ainda, como estímulo para utilização do laser *cladding* na prototipagem tem-se a possibilidade de se utilizar diversos materiais para obtenção de protótipos e ferramentas, destacando-se: aços inoxidáveis, aços martensíticos, aços-ferramenta, ligas de níquel, de titânio, de alumínio, Stellite, entre outros (SOUTO, 2013).

Além do mais, o uso do laser é importante para superar as dificuldades da soldagem e revestimentos com materiais avançados, como compósitos, que tem ampla aplicação garantida na indústria automobilística, devido à substituição de aços por materiais mais leves para menor gasto de energia e emissão de gases prejudiciais ao meio-ambiente (GOMES, 2016).

2.3 MATERIAIS COMPÓSITOS

A resistência ao desgaste e à corrosão são propriedades requeridas em muitas aplicações, as quais podem ser otimizadas através da aplicação de revestimentos de material compósito, sem que ocorra perda excessiva de tenacidade em função das propriedades do material que compõe a matriz. Desta forma, técnicas de aspersão térmica, PTA e laser *cladding* são frequentemente utilizadas para a fabricação desses revestimentos, utilizando para tanto uma variedade de materiais, como ligas à base de níquel, ligas de alumínio e ligas ferrosas.

Os materiais compósitos têm uma origem muito antiga, sendo originários das primeiras sociedades agrícolas, mas foram esquecidos durante séculos. Os compósitos de fibras naturais como a madeira, ossos, palha, entre outros, eram explorados para diversas aplicações, como por exemplo na aplicação da palha como reforço de tijolos há mais de 2000 anos, sendo utilizado ainda hoje. Os compósitos de fibras sintéticas são originários do século XIX, quando o homem fez o primeiro polímero, fenol-formaldeído. Este foi reforçado com fibra de linho para fazer baquelite muito utilizado recentemente para equipamento elétrico.

Os compósitos ganharam um maior enfoque com a necessidade da obtenção de materiais leves para muitas aplicações, durante a segunda metade do século XX. Seu estudo tem se intensificado desde o início da década de 70, quando foram desenvolvidos materiais compósitos fibrosos artificiais, sendo que nas décadas de 80 e 90, seu uso se tornou bastante comum para melhorar o desempenho de veículos espaciais e de aviões militares (LINS, 2015; VENTURA, 2009).

Com o avanço tecnológico e uma grande demanda de vários setores industriais, os requisitos exigidos aos materiais comuns mudaram, levando ao aparecimento de materiais compósitos que sejam capazes de corresponder às novas necessidades. Assim, os materiais compósitos surgem como uma alternativa viável para modificar um material já existente, através da incorporação de outro componente, obtendo um material com propriedades melhoradas.

Materiais compósitos podem ser definidos como materiais resultantes da combinação de dois ou mais materiais de categorias diferentes, de modo a conjugar as características destes visando atingir determinada ou melhorada propriedade. Apresentam, portanto, características finais que não são encontradas isoladamente em seus constituintes (CALLISTER, 2012; LINS, 2015; LEVY NETO; PARDINI, 2006).

As fases que compõem o compósito devem ser diferentes no aspecto químico e não são solúveis entre si. Uma fase é descontínua, comumente chamada de reforço, e é distribuída numa

fase contínua, conhecida por matriz. Assim, os compósitos apresentam basicamente três regiões distintas que o caracterizarão (PAKDEL et al., 2007):

- Matriz: dá forma ao compósito, retém o reforço, absorve e distribui esforços externos pela peça, além de apresentar propriedades mecânicas que exercem uma influência considerável no desempenho geral do compósito;
- Reforço: adiciona propriedades diversas à matriz e a interface;
- Interface: ocorre a transferência de esforços da matriz para o reforço.

As propriedades dos compósitos serão dependentes das propriedades físicas das fases que o constituem, das suas quantidades relativas e da geometria (forma, tamanho, distribuição e orientação) da fase dispersa (CALLISTER, 2012).

Os compósitos são geralmente classificados de duas formas: quanto ao tipo de reforço e quanto ao tipo de matriz. Com relação ao tipo de reforço, os compósitos são classificados de acordo com suas dimensões em partículas, fibras curtas, fibras longas e *whiskers*.

Reforços particulados se caracterizam por terem suas dimensões aproximadamente iguais em todas as direções, permitindo a obtenção de um material compósito com maior isotropia. Esse tipo de reforço pode ser subclassificado em compósitos com partículas grandes e em compósitos reforçados por dispersão, que se diferenciam pelo mecanismo do reforço ou aumento da resistência. A diferença reside no fato de que para o primeiro as interações partícula-matriz não podem ser tratadas no nível atômico ou molecular, enquanto no segundo podem, visto que as partículas são muito menores, da ordem de 10 a 100 nm. Assim, no caso do reforço por dispersão, o mecanismo de aumento de resistência é semelhante ao processo de endurecimento por precipitação, no qual o reforço é responsável por evitar ou dificultar a movimentação das discordâncias (CALLISTER, 2012).

Uma vantagem deste tipo de reforço é que a disponibilidade de materiais na forma de partículas é significativamente maior do que na forma de fibras, visto que a produção de materiais na forma de partículas é mais simples, pois todos os materiais podem ser convertidos em pó por processos, como por exemplo, de moagem, de precipitação em solução, atomização e sol-gel. Assim, esse tipo de reforço é o de mais baixo custo para a fabricação dos compósitos de matriz metálica.

Para os compósitos reforçados com fibras, a fase dispersa tem uma grande razão entre seu comprimento e diâmetro. Este tipo de reforço é utilizado visando atingir resistência e/ou rigidez alta em relação ao seu peso. A resistência e outras propriedades sofrem influência da orientação das fibras, da concentração e da sua distribuição, sendo a melhor combinação de propriedades quando a distribuição das fibras é uniforme. Estes são subclassificados de acordo

com o comprimento da fibra, em fibras curtas (descontínuas) ou longas (contínuas). Podem ainda ser alinhadas ou aleatoriamente orientadas, sendo que quando as fibras estão alinhadas as propriedades do compósito são altamente anisotrópicas. Isto é, apenas na direção em que as fibras estão alinhadas é que se tem um aumento na resistência, enquanto na direção perpendicular é possível que haja até uma redução na resistência (BONOLLO et al., 2005).

Os reforços em forma *whiskers* consistem em monocristais muito finos que possuem razões comprimento-diâmetro extremamente grandes (10:000 – 10 μm). São considerados isentos de defeitos, de forma que sua resistência é excepcionalmente elevada, sendo os materiais mais resistentes que se conhecem. Entretanto, estes não são vastamente utilizados devido ao seu elevado custo e ao fato de ser difícil sua incorporação (CALLISTER, 2012).

Com relação ao tipo de matriz, os compósitos podem ser classificados em matriz polimérica, cerâmica ou metálica. Os compósitos de matriz polimérica (CMP) são de mais baixa densidade e mais fácil processamento, e por tais razões eram os mais amplamente estudados nas décadas de 70 e 80. O crescimento de compósitos de matriz cerâmica (CMC) não tem sido relevante, devido às altas temperaturas envolvidas nas etapas fabricação, sendo necessária a utilização de reforços que as suportem. Já os compósitos de matriz metálica (CMM) foram desenvolvidos em meados da década de 60 e atualmente vêm cada vez mais ganhando espaço nas pesquisas.

Os CMM têm bastante relevância especialmente para aplicações de elevada temperatura, onde aqueles de matriz polimérica não podem ser aplicados. Outras vantagens em relação aos CMP são a não-inflamabilidade do CMM e sua maior resistência contra a degradação por fluidos orgânicos. Por outro lado, os CMM são muito mais caros do que os CMP. Ainda assim, os CMM têm se tornado alvo de diversos estudos pela necessidade de aumentar a eficiência da relação propriedade mecânica / peso (DE LIRA, 2016; VENTURA, 2009).

2.3.1 Compósitos de matriz metálica (CMM)

Os compósitos de matriz metálica constituem provavelmente o grupo mais estudado de materiais de revestimento nas deposições por laser *cladding*. Consistem em materiais que possuem um metal dúctil como matriz, sendo o constituinte do reforço geralmente uma cerâmica, mas ocasionalmente um metal refratário é preferível. Os CMM têm como finalidade combinar principalmente a ductilidade e a conformabilidade da matriz metálica com a elevada resistência do reforço, promovendo assim uma maior dureza às estruturas metálicas, ou

diminuindo o peso das estruturas utilizadas nas indústrias (MOURA, 2013; TUOMINEN, 2009).

As matrizes metálicas são responsáveis por fornecer principalmente condutividade térmica e elétrica, resistências a ambientes abrasivos, ductilidade e baixa densidade. Já o reforço tem como propósito aumentar o módulo de elasticidade, o limite de escoamento, a resistência mecânica, o desgaste e a fadiga (CALLISTER, 2012; DE LIRA, 2016). Assim, estes compósitos oferecem uma maior rigidez, resistência mecânica, inclusive a elevadas temperaturas e uma melhor resistência ao desgaste em relação aos materiais que o compõem individualmente. Além disso, o coeficiente de expansão térmica é menor e a densidade se mantém praticamente inalterada, desde que a fração em volume do reforço seja relativamente baixa (LINS, 2015).

Os CMM podem ainda ser subclassificados em 3 grandes classes, em relação ao tipo de reforço que será incorporado na matriz: particulados, fibras contínuas e descontínuas e whiskers. Aqueles com partículas ou reforçados com fibras descontínuas têm sido de grande importância por diversas razões. Primeiramente, os compósitos reforçados com partículas são consideravelmente mais baratos em relação aos compósitos reforçados com fibras contínuas. Segundo, podem ser utilizadas para o seu processamento técnicas convencionais, como fundição ou metalurgia do pó, seguidas de processamento secundário convencional por laminação, forjamento e extrusão. Ainda, os compósitos tendem a ser mais homogêneos e terem as mesmas propriedades físicas em todas as direções (isotrópicos), além de que é possível obter temperaturas de uso mais altas que o metal não reforçado, módulo e força aprimorados, maior estabilidade térmica e melhor resistência ao desgaste.

Os reforços são em geral carbonetos, boretos, nitretos ou óxidos refratários, os quais possuem um alto ponto de fusão, e embora normalmente não sejam fundidos, estes se misturam com a matriz fundida. Frequentemente são utilizados como reforços WC, TiC, Cr₃C₂, SiC, VC, B₄C, TiB₂, TiN, Al₂O₃, ZrO₂ e Cr₂O₃ (SOUTO, 2013; TUOMINEN, 2009).

As superligas, bem como ligas de alumínio, magnésio, titânio, níquel e cobre, são empregadas como materiais de matriz. As propriedades de fluência e ruptura a altas temperaturas apresentadas por algumas superligas (ligas à base de níquel e cobre) podem ser melhoradas através de um reforço com fibras, usando metais refratários tais como tungstênio. Também são mantidas uma excelente resistência à oxidação a altas temperaturas e uma excelente resistência ao impacto. Os projetos que incorporam esses compósitos permitem maiores temperaturas de operação e melhores eficiências para motores a turbina (CALLISTER, 2012).

2.3.2 Moagem de alta energia

A transformação dos pós de partida em ligas ou compósitos pode ser feita tanto através da mistura (mecânica) como de moagem, residindo a diferença entre eles pelo uso ou não de esferas de moagem.

O processo de moagem pode ser classificado em dois tipos: baixa ou alta energia. Estes se distinguem pela velocidade com que as esferas se movem no interior da jarra, sendo este um fator relacionado ao tipo de moinho utilizado. O termo moagem de alta energia (MAE) é empregado para os sistemas onde a energia de moagem é superior a 0,03 kW/l, sendo os inferiores classificados como de baixa energia (NASCIMENTO, 2020). No presente estudo foi utilizada a MAE para obtenção dos pós compósitos.

A técnica de moagem é aplicada visando reduzir o tamanho das partículas, misturar os pós e dar às partículas de pó uma determinada geometria, sendo um processo adequado para fabricação de ligas ou compósitos. Neste processo, os pós de partida podem ser metálicos e não-metálicos.

A MAE representa uma gama de processos, dentre os quais pode ser citado o processo de elaboração mecânica de ligas através da mistura de pós elementares. Embora cada um desses processos tenha suas características particulares, todos eles são ativados mecanicamente, enquanto nos processos convencionais a ativação é térmica. O processo é realizado em um moinho de esferas pela moagem do material no estado sólido (pós elementares ou ligas), resultando na modificação da superfície das partículas com controle microestrutural.

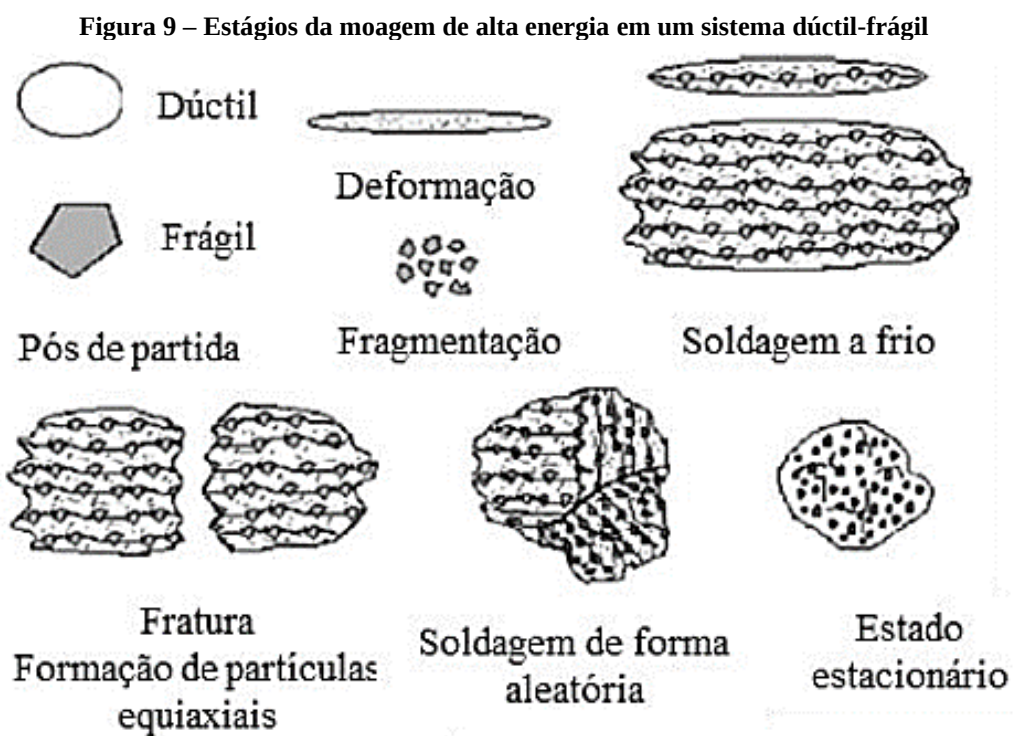
Durante o processo, os movimentos das esferas causam colisões entre elas e as partículas dos pós, promovendo vários ciclos de soldagem a frio e fratura. São comumente destacados três estágios (JIA ET AL, 2018):

- 1º estágio: Inicialmente, com poucas horas de moagem, predomina a soldagem das partículas dúcteis, de forma que tende a ocorrer um aumento de seu tamanho. Neste momento, devido à contínua repetição dos impactos, as partículas dos pós de partida são deformadas plasticamente a frio e endurecem por encruamento.
- 2º estágio: Com a contínua deformação plástica e o endurecimento, ocorre o fenômeno da fratura frágil e/ou falha por fadiga. Assim, haverá início o processo de quebra das partículas, uma vez que as partículas estão fragilizadas devido à elevação da taxa de encruamento. Neste estágio, portanto, o tamanho das partículas tende a diminuir, visto que a tendência à fratura é maior que a soldagem.

- 3º estágio: No estágio final há o que se chama de regime estacionário, no qual se atinge um equilíbrio entre a taxa de fratura e de soldagem a frio, ou até que seja atingido um tamanho de partícula tão pequeno que não seja mais possível nuclear e propagar trinca. Assim, neste momento já não se observa mais uma redução no tamanho das partículas com a continuidade da moagem.

Estes estágios estão fortemente relacionados com o tempo de moagem. No entanto, outros fatores também influenciam, como os pós de partida utilizados, o tipo de moinho, a relação massa de bola e massa de pó, temperatura de moagem, entre outros.

Devido à ampla gama de materiais que podem ser moídos por esta técnica, o processo pode ser classificado em três tipos de sistemas: dúctil-dúctil, dúctil-frágil e frágil-frágil (JIA et al., 2018; FAGAGNOLO et al., 2003; SURYANARAYANA, 2001). O sistema dúctil-frágil é o mais usualmente encontrado em compósitos, onde se tem uma matriz dúctil reforçada com particulados cerâmicos, frágeis (NASCIMENTO, 2020). Neste sistema, inicialmente, enquanto as partículas do pó matriz estão se deformando, as do reforço estão sendo fragmentadas. As partículas do pó matriz, então, soldam umas às outras juntamente com as partículas do reforço, as quais se acumulam na interface entre as partículas da matriz. Este foi o sistema empregado no presente estudo. A Figura 9 mostra os estágios da moagem de alta energia de um sistema dúctil-frágil.



Fonte: Fagagnolo et al. (2003)

Apesar de ser um processamento considerado simples, a técnica de MAE possui diversos parâmetros que precisam ser ajustados, pois influenciam na qualidade dos pós produzidos. Dentre elas, podem ser destacadas as seguintes variáveis:

- Razão esfera/pó;
- Material e tamanho das esferas;
- Tempo de moagem;
- Velocidade de moagem;
- Atmosfera de moagem;
- Temperatura de moagem;
- Agentes controladores do processo;
- Contaminação dos pós; entre outros.

Existem diferentes equipamentos que podem ser utilizados no processamento da MAE, os quais diferem na capacidade volumétrica, velocidade de operação e capacidade de controle. Dentre os tipos de moinho, podem ser destacados o moinho Atritor, Planetário e o *Spex*, estando apresentada na Tabela 4 uma comparação entre eles. Este último foi aplicado no presente estudo, o qual consiste em um moinho de vibração que se move nas três direções do espaço, com uma alta frequência (até 100 Hz), envolvendo principalmente choques de impacto frontal.

Tabela 4 – Comparação das características de diferentes tipos de moinho

Moinho	Capacidade	Energia do impacto (W/g)	Velocidade das esferas (m/s)
Planetário	< 1000 g	0 – 1,604	< 11,24
Atritor	0,5 – 100 kg	< 0,001	< 0,8
Vibratório (Spex)	< 40 g	< 0,24	< 3,9

Fonte: Adaptado de Murty e Ranganathan (1998)

Para Suryanarayana (2001), a MAE é a técnica mais adequada para se conseguir uma maior e melhor dispersão do reforço, o que produz um incremento nas propriedades. A granulometria do pó pode ser micrométrica ou nanométrica, a depender das características utilizadas na moagem, mas a partícula nanométrica é preferível pois para baixos percentuais de reforços nanoparticulados se consegue a mesma resistência mecânica que a encontrada para elevados percentuais de micropartículas (KATIIYAR, 2004; REN, 2007). A possibilidade de ser ter uma granulometria do pó micrométrica ou nanométrica, torna estes pós viáveis para serem utilizados em metalurgia do pó, aspersão térmica, laser *cladding* e muitas outras aplicações (SPANHOLI, 2016).

2.4 NÍQUEL E SUAS LIGAS

No início do século XVIII, na Alemanha, mineradores descobriram novos minérios que se assemelhavam ao cobre. Entretanto, ao realizarem a tentativa de fundi-los, constataram que o metal branco era bastante duro e resistia para se deformar. Posteriormente, minérios similares foram encontrados em outras localidades, mas apenas em 1751, Axel Fredrik Cronstedt no Departamento de Minas na Suécia, após cinco anos de pesquisa com minérios, conseguiu separar e identificar um novo elemento que ele chamou níquel (NUNES, 2006; VALLE, 2010).

Até a segunda metade do século XIX, era pequena a quantidade de níquel produzida, tendo até então pouca relevância na economia industrial. Suas aplicações se baseavam em revestimentos, cunhagem de moedas e ligas níquel-prata (ASM, 1990; NUNES, 2006; VALLE, 2010). Hoje, sabe-se que o níquel puro é o quinto elemento mais abundante na Terra. Suas reservas globais econômicas e subeconômicas foram estimadas em 220 milhões de toneladas, em 2008, de acordo com a *US Geological Survey*, as quais estão localizadas principalmente na Austrália, Canadá, Nova Caledônia, Filipinas, Indonésia e Rússia (MUDD, 2010; VALLE, 2010).

Devido à abundância do níquel e suas ligas, associada à sua habilidade de resistir à corrosão em diversos ambientes, especialmente em meios alcalinos, assim como em condições extremas de operação como elevadas temperaturas e/ou alta tensão, este material tem sido considerado de extrema importância na indústria. Assim, o níquel encontra diversas aplicações, como em turbinas de avião, turbinas de vapor, centrais nucleares e instalações químicas e petroquímicas, além de serem aplicados em cunhagem, baterias, catalisadores e supercondutores magnéticos (MATTOS, VAREJÃO, 2008; VALLE, 2010).

O níquel (Ni) é um elemento que tem na sua matriz a fase austenítica (γ) e apresenta uma estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC), que é estável até seu ponto de fusão, não apresentando transformações alotrópicas de fase (SILVA, 2010; VIDAL, 2014). Em relação a alguns aspectos, o níquel apresenta similaridades com o ferro (Fe). As principais propriedades físicas e mecânicas destes elementos estão apresentadas comparativamente na Tabela 5.

A densidade de uma liga é um fator importante na escolha de um material para determinada aplicação, visto que a redução da densidade do componente da turbina de um jato, por exemplo, leva a um aumento das tensões centrífugas atuantes, provocando uma redução na vida útil do componente.

O níquel puro é um pouco mais denso que o ferro puro, mas a adição de elementos de liga influencia diretamente no valor de sua massa específica. Enquanto o níquel puro possui massa específica de $8,89 \text{ g/cm}^3$, para a maioria das ligas de níquel aquela varia entre $7,79$ e $9,32 \text{ g/cm}^3$, diferença atrelada à composição distinta das várias ligas. Desta forma, pode-se reduzir a massa específica de uma liga adicionando alumínio, titânio e cromo, por exemplo, e pode-se aumentá-la pela adição de tungstênio e o tântalo (ASM, 2000; SOUZA, 2016). A liga de Inconel 100, por exemplo, tem densidade de $7,79 \text{ g/cm}^3$ devido aos elevados teores de alumínio e titânio em sua composição.

Tabela 5 – Propriedades físicas e mecânicas do níquel puro e do ferro puro

Propriedade	Níquel (Ni)	Ferro (Fe)
Densidade (g/cm^3)	8,89	7,87
Ponto de fusão ($^{\circ}\text{C}$)	1455	1535
Coeficiente de expansão térmica ($\text{m/m}^{\circ}\text{C}$)	$13,3 \times 10^{-5}$	$11,8 \times 10^{-5}$
Condutividade térmica (25°C) (W/mm^2)/($^{\circ}\text{C/mm}$)	0,089	0,072
Resistividade elétrica (Ωm)	$9,7 \times 10^{-8}$	7×10^{-8}
Módulo de elasticidade (kPa)	204×10^6	211×10^6
Limite de resistência (MPa)	462	-
Limite de escoamento 0,2% (MPa)	148	-
Alongamento em 51 mm (%)	47	-

Fonte: Adaptado de ASM (1990)

A condutividade térmica é uma propriedade de grande importância quando se trata de soldagem, visto que tem impacto na forma como o calor é dissipado na peça, influenciando na probabilidade do surgimento de trincas como consequência das mudanças de fase no material. Embora a condutividade térmica do níquel puro seja superior à do ferro puro, a das superligas é em torno de 10% inferior, devido a adição de elementos de liga em altos teores (ASM, 1990). Assim, seria ideal conseguir ligas com uma maior condutividade térmica, pois isto aumentaria a dissipação de calor e minimizaria os gradientes de temperatura, o que levaria a uma redução das tensões térmicas e, conseqüentemente, aumentaria a resistência a fadiga térmica (SILVA, 2010; VIDAL, 2014).

Outra propriedade a ser considerada em relação à resistência da liga à fadiga térmica é o coeficiente de expansão térmica. A expansão térmica nas ligas de níquel é menor do que nas ligas ferrosas austeníticas, sendo essa uma propriedade interessante para aplicações onde estreitas tolerâncias dimensionais são necessárias, como em turbinas de jatos (SILVA, 2010;

VIDAL, 2014). Um menor coeficiente de expansão térmica minimizaria as tensões térmicas e a probabilidade de empenamento e fadiga térmica. Por outro lado, um baixo coeficiente pode ser crítico para aplicações industriais na forma de revestimento sobre aços, pois pode gerar um gradiente de expansão térmica, aumentando as tensões e levando à fadiga térmica.

Enquanto o níquel não apresenta transformações alotrópicas de fase, diante de sua estrutura CFC, o ferro, que possui uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), apresenta (ASM, 2000). Por essa diferença entre as estruturas cristalinas, a metalurgia do níquel e de suas ligas torna-se diferente, apresentando uma maior facilidade e versatilidade na elaboração de ligas com composições químicas distintas. Por esta razão, o níquel é considerado um dos principais elementos de liga nos aços inoxidáveis austeníticos, nos ferros fundidos, nas ligas não ferrosas, sendo considerado um dos principais constituintes das superligas (ASM, 2000; CALLISTER, 2012; VALLE, 2010).

2.4.1 Evolução das Ligas de Níquel

Em 1905 foi desenvolvido o Monel, a primeira liga de níquel, que apresentava aproximadamente dois terços de níquel e um terço de cobre (Cr). Até hoje essa liga ainda é muito utilizada, devido à sua resistência às altas tensões, à água do mar, à corrosão atmosférica, a vários ácidos e soluções alcalinas (NUNES, 2006; VALLE, 2010). A partir de então, foram desenvolvidas centenas de novas ligas.

Em 1920 foi desenvolvido um trabalho sobre ligas níquel-cromo, que conduziu à descoberta da série de ligas Hastalloy, conhecida por sua alta resistência à corrosão. Anos depois, em 1929, foi observado que pequenas adições de titânio e alumínio à liga de Ni-20%Cr resultavam em um aumento expressivo de resistência à fluência, o que serviu como base para o desenvolvimento da primeira superliga de níquel em 1940, a Nimonic 80. A partir desta liga ajustes nos teores de titânio e alumínio e adição de molibdênio e cobalto foram realizados e então foram desenvolvidas uma série de ligas Nimonic, cada vez mais resistentes. Na mesma época também foram desenvolvidas ligas com adição de ferro e cromo (70% de Cr e 30% de Fe) ao níquel, denominadas de Inconel, conhecidas por sua alta resistência a temperaturas elevadas, resistência à oxidação e resistência à carbonetação (NUNES, 2006; VALLE, 2010).

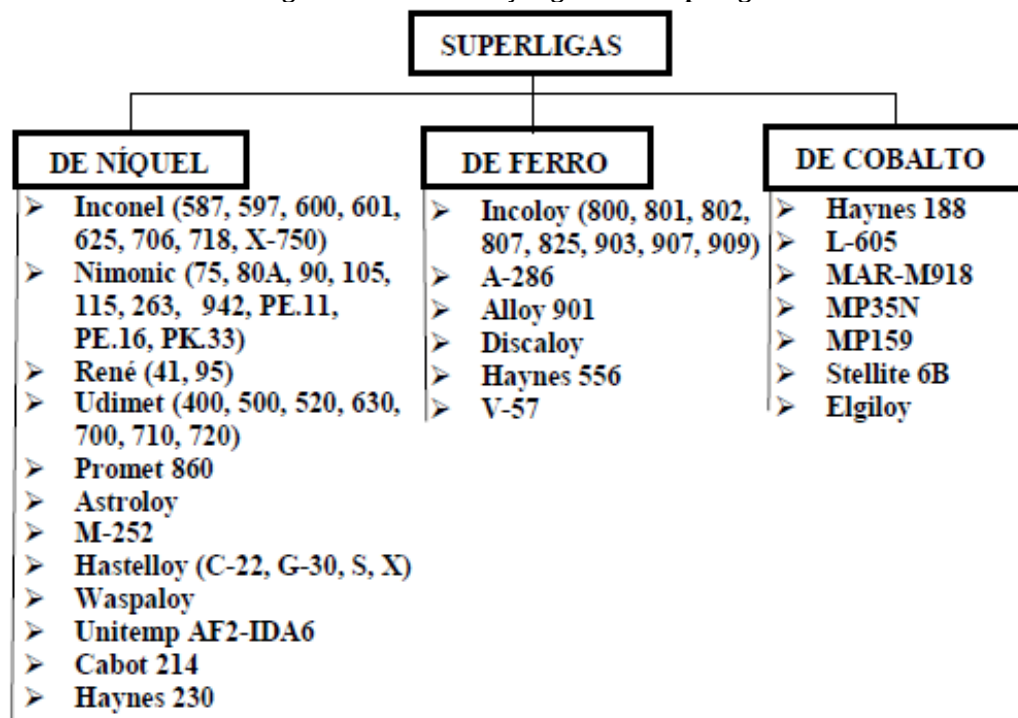
Desde a segunda metade do século XX, e continuamente no século XXI, vem ocorrendo um avanço nos processos de fabricação das superligas, de forma que cada vez mais a performance desses materiais vem melhorando e várias ligas com resistência à fluência em temperaturas cada vez maiores vem sendo criadas.

2.4.2 Superligas

As superligas constituem uma classe diferenciada de materiais de engenharia. Foram desenvolvidas para serem utilizadas em aplicações em que altas temperaturas são requeridas, onde tensões mecânicas relativamente severas são encontradas e uma alta estabilidade superficial é normalmente exigida. Assim, têm a finalidade de fornecer elevadas resistência mecânica e à corrosão/oxidação em altas temperaturas. Combinam boa resistência à fadiga térmica e mecânica, e elevada resistência à fluência.

As superligas são classificadas em três principais classes, de acordo com o elemento químico que predomina na liga: superligas a base de ferro, superligas a base de cobalto e superligas a base níquel (ASM, 2000). A Figura 10 mostra a classificação das superligas.

Figura 10 – Classificação geral das superligas



Fonte: Valle (2010)

As superligas de ferro são as mais indicadas para temperaturas mais baixas, a depender da resistência mecânica necessária e da aplicação, devido ao seu menor custo. As superligas a base de cobalto são mais apropriadas para aplicações em temperaturas mais elevadas, mas são significativamente mais caras. Já as superligas de níquel são as mais utilizadas, pois o níquel, como metal base, promove uma boa estabilidade microestrutural, devido à estabilidade da sua matriz, além de apresentar grande solubilidade para diversos elementos de liga (DONACHIE; DONACHIE, 2002).

2.4.3 Superligas de Níquel

As superligas de níquel constituem uma das principais classes das superligas, visto que podem ser utilizadas em uma vasta gama de condições de serviço e aplicações. Seu desenvolvimento foi motivado especialmente para uso em motores de turbina a gás, na década de 1930, mas ao longo dos anos seu campo de aplicação vem aumentando em função da crescente necessidade de materiais que resistam a ambientes agressivos, nos quais a utilização dos metais tradicionais, como o aço e o ferro fundido, são inadequados.

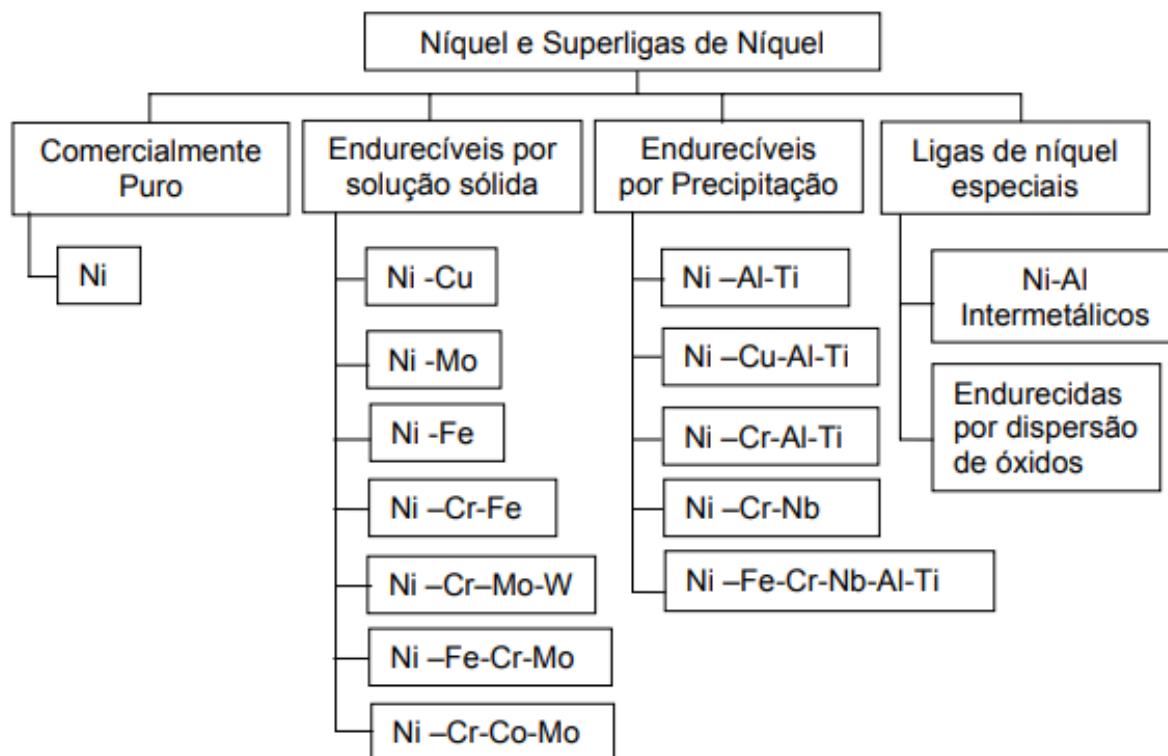
Existem diversas aplicações para as superligas de níquel. Estas podem ser utilizadas para aplicações em altas temperaturas, como motores de foguetes, plataformas de petróleo, submarinos, entre outros (BARBOSA, 2014). Ainda, apresentam propriedades interessantes para diversos setores industriais, como para as quais requerem uma alta resistência à corrosão em meios agressivos (setor petroquímico), uma baixa perda de resistência sob altas temperaturas (setor aeroespacial), além de aplicações de risco e de ordem médica como componentes para próteses (setor biomédico).

Ainda, podem ser aplicadas como revestimentos metálicos em superfícies para que se obtenha algumas das características da superliga depositada (MATTOS; VAREJÃO, 2009). São utilizadas, principalmente, em aplicações que necessitam de um material que possua uma elevada resistência mecânica, juntamente com boa resistência à fadiga e à fluência, boa resistência à corrosão em diversos meios agressivos e que seja capaz de suportar elevadas temperaturas (ASM, 1990; GOMES, 2016; NUNES, 2006).

As superligas de níquel contêm de 30 a 75% de níquel, com adição de até 30% de cromo, para promover sua resistência à corrosão e oxidação. Devido à sua estrutura CFC, o níquel possui elevada solubilidade de elementos de liga, que corresponde à quantidade de soluto que o solvente absorve. Assim, elementos como alumínio, nióbio, molibdênio, tungstênio e tântalo, em uma variedade de combinações, são adicionados para conferir, em altas temperaturas, as propriedades desejadas. Desta forma, suas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão serão dependentes dos elementos adicionados e de seus teores. Por exemplo, o níquel possui solubilidade total ao cobre, ampla faixa de solubilidade para elementos como cromo (35 e 40%) e ferro, além de um limite de solubilidade para o molibdênio de 20%.

A alta performance dessas ligas pode ser atribuída à mecanismos de endurecimento, podendo ser classificados por sua composição química e/ou pelo seu mecanismo de aumento de resistência em: níquel comercialmente puro, ligas endurecidas por solução sólida, ligas endurecidas por precipitação e ligas especiais, conforme apresentado na Figura 11.

Figura 11 – Classificação do níquel e suas ligas



Fonte: Oliveira (2011)

O endurecimento por solução sólida pode ser aplicado em praticamente todas as ligas a base de níquel, e está relacionado à formação de uma solução sólida substitucional, onde os átomos de soluto, presentes em menor quantidade, promoverão a substituição de átomos de solvente, sendo esse mecanismo associado geralmente ao bloqueio de discordâncias. Os principais elementos que atuam no aumento de resistência por solução sólida do níquel são o titânio, o tungstênio, o molibdênio, o cromo, o ferro, o cobre e o cobalto (ASM, 1990; SILVA, 2010). No entanto, se faz necessário observar a precipitação de compostos nos contornos de grão e na matriz γ , como função do resfriamento, visto que determinados compostos são considerados prejudiciais.

No caso do mecanismo de endurecimento por precipitação, há uma diminuição na solubilidade do soluto pela diminuição da temperatura, formando uma solução sólida supersaturada. Assim, os átomos de soluto se precipitarão na matriz γ e promoverão a formação de uma nova fase, a qual fará o bloqueio do movimento de discordâncias. As ligas de níquel endurecidas por precipitação contêm titânio, alumínio e nióbio, que são os responsáveis por formar, juntamente com o níquel, precipitados que vão conferir às ligas as propriedades desejadas. Os precipitados mais comuns são os do tipo γ' ($\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$) e γ'' (Ni_3Nb), mas outras fases também podem surgir como Laves, boretos e carbonetos (ASM, 1990).

O último mecanismo citado para o aumento de resistência está classificado como ligas de níquel especiais, onde o endurecimento ocorre em função da dispersão de óxidos, isto é, partículas muito finas de óxido refratário estão dispersas ao longo da matriz. Em geral, são utilizados como agentes endurecedores partículas de óxido yttrium (Y_2O_3) e óxido de titânio (Ti_2O_3).

2.4.3.1 Efeito dos elementos de liga

Diversos elementos podem ser encontrados na composição das superligas de níquel em função da alta solubilidade do níquel puro, devido à sua estrutura CFC, atribuindo determinadas características e alterando suas propriedades. Dentre os principais elementos, podem ser citados:

- Alumínio (Al): é adicionado à liga para auxiliar na resistência à corrosão, através da formação de óxidos de Al_2O_3 . Ainda, também atua no aumento de resistência mecânica por participar na precipitação da fase γ' .
- Carbono (C): atua na precipitação de carbonetos, os quais podem ter efeito benéfico ou não. São adicionados em pequenos percentuais para evitar formação de filmes de carbonetos nos contornos de grão, que são prejudiciais à resistência em temperaturas elevadas (TANCRET, 2003).
- Cromo (Cr): atua na melhoria das propriedades mecânicas através do mecanismo de endurecimento por solução sólida, apresentando como principal efeito o aumento da resistência à corrosão. Para teores maiores que 20%, contribuem para o aumento da resistência a corrosão em altas temperaturas, devido à formação de uma camada passivadora na superfície, que consiste em uma película de óxido de cromo (Cr_2O_3). Entretanto, a presença do cromo diminui a usinabilidade, devido à sua forte presença na formação de carbonetos.
- Ferro (Fe): atua no mecanismo de aumento de resistência por solução sólida, sendo responsável por aumentar a solubilidade do carbono no níquel, melhorando a resistência a altas temperaturas, e de diminuir a solubilidade de Mo e Nb na matriz, aumentando o potencial de segregação destes elementos. Entretanto, a presença de ferro pode comprometer a resistência a corrosão (SILVA, 2010; TANCRET, 2003).
- Manganês (Mn): possui afinidade com o enxofre, visando o controle dos efeitos nocivos da segregação de compostos sulfurados (RAMIREZ, LIPPOLD, 2004).

- Molibdênio (Mo): ao combinar com o níquel, contribui para o aumento da resistência à corrosão em atmosferas ácidas não oxidantes e à corrosão localizada, além de ser acrescido para aumentar a resistência em altas temperaturas.
- Nióbio (Nb): tem a função de estabilizar a liga durante a soldagem, evitando que haja fratura intergranular. Ainda, atua no aumento de resistência mecânica por solução sólida, podendo promover endurecimento por precipitação da fase γ'' (Ni_3Nb) após recozimento em condições específicas (GOMES, 2016). Além disso, propicia a formação de alguns tipos de carbonetos, como NbC , e é um forte formador de fase Laves, que está associada às trincas de solidificação.
- Silício (Si): elemento desoxidante, mas deve apresentar-se em pequenas quantidades, pois teores elevados aumentam a tendência de trinca a quente na soldagem. Para baixos teores, promove um aumento de resistência à corrosão em temperaturas elevadas (TANCRET, 2003).
- Titânio (Ti): produz um efeito semelhante ao do alumínio, atuando na precipitação da fase γ' . Também está presente nos metais de adição, a fim de se combinar com o nitrogênio e evitar a formação de porosidades (TANCRET, 2003).
- Tungstênio (W): apresenta um comportamento semelhante ao do molibdênio no aumento de resistência em atmosferas ácidas não oxidantes e à corrosão localizada. Tem participação importante no mecanismo de aumento de resistência por solução sólida tanto na matriz γ quanto nos precipitados de γ' . Juntamente com o molibdênio, atua na formação de fases TCP. Não é utilizado em grandes quantidades por apresentar densidade atômica quase duas vezes maior que o molibdênio, além de ser um dos elementos mais raros na natureza (TANCRET, 2003).

2.4.3.2 Fases presentes nas ligas a base de Ni

Quando os compostos se tornam insolúveis, devido a algum ciclo térmico ou um excesso na quantidade de elementos presentes, novas fases podem ser precipitadas na matriz de níquel (fase γ). As fases que podem ser formadas nas ligas de níquel e suas respectivas estruturas e composições podem ser observadas na Tabela 6.

No entanto, cabe salientar desde logo que nem todas estas fases aparecem nas ligas endurecidas por solução sólida, que é o caso da liga de Inconel 625, utilizada como metal de adição no presente trabalho. Na Seção 2.4.4 será comentado com mais detalhes sobre esta liga de níquel.

Tabela 6 – Estrutura e composição típica das fases que podem se formar nas ligas de níquel

Fase	Estrutura	Composição
γ'	CFC	Ni ₃ (Ti, Al)
γ''	TCC	Ni ₃ Nb
MC	Cúbica	(Ti, Cr, Fe, Ni, Nb)C
M ₆ C	CFC	(Cr, Fe, Ni, Nb, Mo, Si) ₆ C
M ₇ C ₃	Hexagonal	Cr ₇ C ₃
M ₂₃ C ₆	CFC	(Cr, Fe, Ni, Mo) ₂₃ C ₆
M ₃ B ₂	Tetragonal	(Nb, Mo, Ti, Cr, Ni, Fe, Ta, V) ₃ B ₂
MN	Cúbica	(Ti, Nb, Zr)N
H	HC	Ni ₃ Ti
δ	Ortorrômica	Ni ₃ Nb
μ	Romboédrica	(Fe, Co) ₇ (Mo, W) ₆
Laves	Hexagonal	(Cr, Fe, Ni) ₂ (Si, Ti, Nb, Mo)
Σ	Tetragonal	FeCr, FeCrMo, CrFeMoNi, CrCo, CrNiMo

Fonte: Adaptado de Floreen; Fuchs; Yang (1994) e Magalhães (2008)

Nas ligas de níquel em geral, as principais fases que são precipitadas intencionalmente, visando aumentar a resistência mecânica com a temperatura, são as fases γ' e γ'' . Assim, a resistência mecânica dessas ligas é fortemente influenciada pelas características dessas partículas, como sua quantidade, tamanho médio, formato e distribuição. Além da formação das fases γ' e γ'' , outras fases secundárias, não desejáveis, podem surgir nas ligas de níquel, tanto por decomposição daquelas quanto por variações localizadas de composição química, i.e., segregação. Essas fases surgem como consequência de processos de soldagem, tratamentos térmicos ou operação em serviço, comprometendo as propriedades mecânicas do material. As principais fases secundárias formadas comumente em ligas de níquel são as fases δ , fases de arranjo topologicamente fechado (TCP - *Topologically ClosePacked Phases*) - σ , μ , Laves -, carbonetos, nitretos e boretos.

A fase γ' é um composto intermetálico que surge pela precipitação em ligas com altos teores de Al e Ti, apresentando a mesma estrutura CFC da matriz γ do Ni. Esses precipitados são quase sempre coerentes com a matriz γ , de forma que o campo de tensões ao redor de um precipitado interage com o campo de tensões de uma discordância, dificultando o movimento das discordâncias e, conseqüentemente, provocando o endurecimento da liga. Desta forma, precipitados coerentes favorecem o aumento na resistência em relação aos semi-coerentes e aos incoerentes com a matriz. Ainda, a fase γ diminui a resistência com o aumento de temperatura,

enquanto a fase γ' é responsável por endurecer até cerca de 900°C, e então amolece. As superligas modernas são geralmente caracterizadas por uma alta fração volumétrica desses precipitados (BALDAN, 2009; MAGALHÃES, 2008).

Já a fase γ'' , encontrada principalmente em ligas Ni-Fe, são aquelas que contém maior adição de nióbio como elemento de liga, sendo que o ferro atua como um catalisador para formação da fase γ'' (ASM, 2004). Diferentemente da fase γ' , essa fase apresenta uma estrutura tetragonal de corpo centrado, desenvolvendo tensões elevadas coerentes com a matriz, sendo também responsável pelo endurecimento por precipitação. No entanto, a fase γ'' é metaestável e, ao ser exposta por longos períodos a temperaturas elevadas, é substituída pela fase ortorrômbica δ , a qual é geralmente indesejável por sua incoerência com a matriz de Ni.

Assim, as ligas que contém nióbio são susceptíveis a formação da fase δ quando expostas em elevadas temperaturas por longos períodos, sendo uma forma termodinamicamente estável de γ'' . Se formadas em grandes quantidades e com elevado crescimento dessas partículas a resistência é comprometida, resultando em uma drástica queda na resistência à tração e na dureza. No entanto, se sua precipitação for controlada ela pode ter um efeito benéfico, impedindo a propagação de trincas (GUOGE et al., 2006). Apresenta morfologia de plaquetas, podendo surgir na forma de glóbulos distribuídos nos contornos de grão.

A formação de fases TCP é associada com a composição química da liga, especialmente devido à presença dos elementos Ni, Cr, Co, Mo e W. Estas fases são frequentemente fragilizantes e, portanto, não desejáveis. As fases TCP apresentam efeito danoso nas propriedades das superligas, pois possuem morfologia em forma de plaquetas, constituindo uma fonte de iniciação e propagação de trincas, o que leva à fratura frágil. Causam também efeito na resistência à ruptura em alta temperatura, pois contêm elevados teores de metais extraídos da matriz γ , como o molibdênio e o tungstênio, que são essenciais para o endurecimento da liga (SIMS, 1987). As fases TCP mais frequentes nas ligas de níquel são as fases σ , Laves e μ , cujas estruturas e composições foram apresentadas na Tabela 6.

Nas ligas de níquel em geral os carbonetos mais frequentemente encontrados são os MC, M_6C , M_7C_3 e $M_{23}C_6$, sendo M um ou mais elementos metálicos formadores de carbonetos. Mesmo em pequenas quantidades, o carbono das ligas de níquel se combinará com elementos como titânio, tântalo e nióbio, formando os carbonetos MC que apresentam uma tendência a se decompor formando os carbonetos dos tipos M_6C e $M_{23}C_6$ (SIMS, 1987).

A formação de nitretos ocorre em virtude da presença de elementos, especialmente o titânio, que diminuem a possibilidade do surgimento de poros durante a soldagem ou fundição da liga (SIMS, 1987).

2.4.4 Inconel 625

O Inconel 625 (IN625) é uma superliga a base de níquel não magnética e de matriz níquel-cromo (Ni-Cr) endurecida por solução sólida. Recebe várias denominações, sendo as mais comuns, além do próprio Inconel 625: Alloy 625, Nickel 625, Chornin 625, Altemp 625, Nickelvac 625 e Haynes 625 (ANTOSZCZYSZYN, 2014). São utilizadas em revestimentos de aços carbono em meios corrosivos nos quais o aço inoxidável não promove proteção eficiente, como em válvulas na área de extração de petróleo (FERREIRA JUNIOR, 2020).

A superliga de IN625 é constituída por uma matriz austenítica de fase γ , contínua e homogênea, de estrutura CFC, não magnética, a base de níquel, capaz de solubilizar uma grande quantidade de elementos de liga em solução sólida. A Tabela 7 apresenta o intervalo típico para os elementos da composição química do IN625.

Tabela 7 – Limites de composição química do Inconel 625 (% peso)

Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	C	Mn
Mín. 58	20-23	Máx. 5	8-10	3,15- 4,15	Máx. 0,1	Máx. 0,5
Si	P	S	Al	Ti	Co	
Máx. 0,5	Máx. 0,015	Máx. 0,015	Máx. 0,4	Máx. 0,4	Máx. 1	

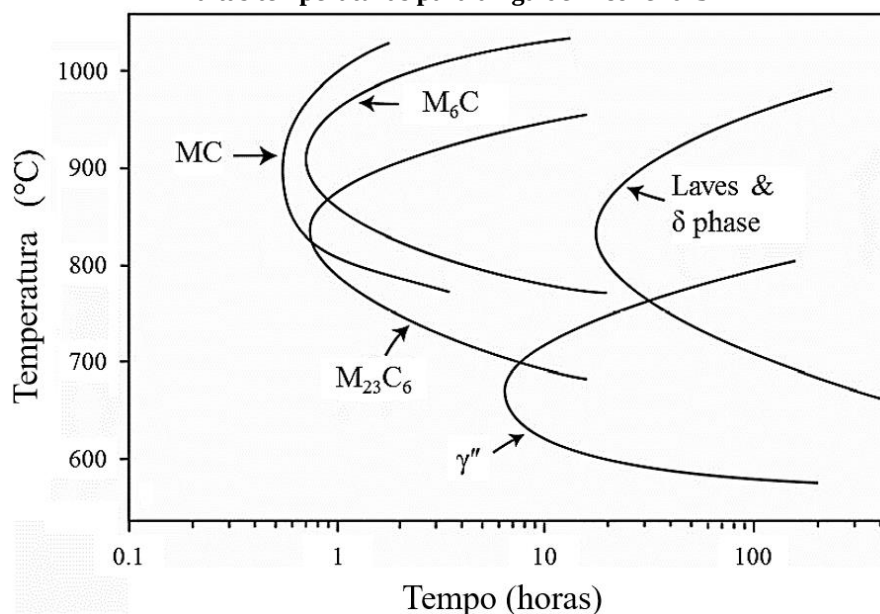
Fonte: Adaptado de ASM (2000)

Os principais elementos que contribuem para a estabilização desta fase são o Fe, Cr, Mo e o Co, uma vez que o raio atômico destes elementos não difere muito em relação ao do níquel (REED, 2006). As excelentes propriedades de resistência mecânica e tenacidade do IN625 são derivadas do endurecimento por solução sólida do molibdênio (Mo) e nióbio (Nb), não havendo necessidade de tratamentos térmicos e de endurecimento por precipitação (GOMES, 2016; RAMOS, 2018). Além disso, o alto teor de Cr e a adição de Mo promovem elevada resistência à corrosão para uma grande gama de ambientes corrosivos. Entretanto, quando a quantidade de elementos ultrapassa o limite de solubilidade pode ocorrer a precipitação de outras fases.

Desta forma, embora o IN625 tenha sido desenvolvido como uma liga endurecida por solução sólida, diferentes carbonetos e fases intermetálicas podem precipitar após exposição térmica. A precipitação dessas fases pode ter efeito benéfico ou maléfico para a liga, dependendo do tipo de fase precipitada, o local de precipitação e das propriedades requeridas.

Um diagrama Tempo – Temperatura – Transformação (TTT), com as curvas de transformação de fases para o Inconel 625 está apresentado na Figura 12. Para maiores tempos de exposição, inúmeras possibilidades de microestruturas podem ser formadas.

Figura 12 – Representação esquemática do Diagrama Tempo – Temperatura – Transformação (TTT) em altas temperaturas para a liga de Inconel 625



Fonte: Adaptado de Floreen; Fuchs; Yang (1994)

Na soldagem, em função das altas temperaturas impostas, o IN625 fica mais sensível às mudanças microestruturais, sendo as curvas de formação para ligas soldadas deslocadas para a esquerda, promovendo as mudanças para menores tempos. A microestrutura está relacionada com a microsegregação dos elementos de liga pela redistribuição do soluto na solidificação. A participação de fases no metal de solda também é influenciada pela participação do substrato na zona fundida (região de diluição) no caso de soldagem dissimilar (RAMOS, 2018)

O endurecimento nesta liga é, principalmente, derivado da precipitação fina da fase metaestável γ'' , rica em Ni e Nb, após recozimento por um longo período a temperaturas entre 550-850 °C, a qual se transforma gradualmente na fase δ quando expostas em elevadas temperaturas por longos períodos. A fase δ também pode ser encontrada diretamente por precipitação em solução sólida supersaturada em temperaturas superiores à 750°C. A precipitação controlada de fase δ pode ter um efeito benéfico, impedindo a propagação de trincas, no entanto, quando há formação em grande quantidade e com elevado crescimento dessas partículas, a resistência é comprometida (GOUGE et al., 2006; MAGALHÃES, 2008).

Mesmo com o baixo teor de carbono no IN625 ocorre a formação de carbonetos, inerentes a essa liga. Podem ser encontrados carbonetos primários MC que, quando submetidos a tratamentos térmicos ou expostos a longos períodos de trabalho, são decompostos, formando os carbonetos $M_{23}C_6$ e M_6C , que são precipitados nos contornos de grão. Para temperaturas mais elevadas (871°C a 1038°C), carbonetos M_6C podem ser formados, que são ricos em Ni, Nb, Mo e C, assim como os MC. Já quando exposto a temperaturas mais baixas (704°C a

871°C), são formados principalmente $M_{23}C_6$, que é rico em Cr. Depois das temperaturas intermediárias de tratamentos térmicos, todos os três carbonetos podem ser encontrados.

As fases TCP são extremamente indesejáveis nas ligas de níquel, sendo que na condição de recozido, o IN625 não apresenta as fases TCP (CAVALCANTE, 2013; NUNES, 2006). Uma investigação da estabilidade da liga IN625 após exposição por períodos prolongados na faixa de temperatura de 538°C à 982°C mostrou ausência da fase intermetálica comprometidora σ . No entanto, após processo de soldagem, como consequência da solidificação em não equilíbrio, ou após exposição longa em altas temperaturas, a partir de 24 horas e entre 704 °C e 982 °C, começam a precipitar as fase δ e Laves (FLOREEN; FUCHS; YANG, 1994).

A formação da fase Laves, que ocorre após a solidificação da superliga, pode prejudicar as propriedades mecânicas e de corrosão do revestimento se em excesso ou altamente localizada. A natureza frágil desta fase leva o material a apresentar pobre ductilidade sob tensão, tenacidade à fratura, resistência à fadiga e à fluência. Elementos de liga como Fe, Nb, Mo e Si promovem a formação da fase Laves, por isso seus teores na liga devem ser controlados e os menores possíveis de forma a manter as propriedades mecânicas esperadas deste material.

Assim, o IN625 foi desenvolvido para aplicações em temperaturas abaixo de 700 °C, combinando uma alta resistência ao envelhecimento com boas características de fabricação. Embora originalmente projetada para o aumento de resistência por solução sólida, é instável no envelhecimento ou no serviço em elevadas temperaturas. Por isso, observa-se a precipitação de fases intermetálicas (γ'' , Laves) e carbonetos (MC, M_6C e $M_{23}C_6$) (CAVALCANTE, 2013).

2.4.4.1 Soldabilidade

A soldagem é um dos principais processos de fabricação de componentes e estruturas, sendo utilizada em uma vasta gama de setores industriais. Assim, juntamente às propriedades de um material, sua soldabilidade deve ser avaliada.

O IN625 é considerado como uma liga que apresenta uma boa soldabilidade, podendo servir de consumível para diferentes procedimentos de soldagem, principalmente quando se trata de soldas dissimilares. Uma grande vantagem desta liga é que não são necessários tratamentos térmicos após o processo de soldagem para garantir a sua alta resistência mecânica e ductilidade (GOMES, 2016).

No entanto, limita-se principalmente pela elevada energia de soldagem, responsável por produzir precipitações de carbonetos em excesso ou fases intermetálicas. Assim, a fragilização por trincas à quente pode ocorrer ou perda de resistência à corrosão (FERREIRA JUNIOR,

2020). Alguns estudos indicam que quanto maior a diferença entre a temperatura máxima que a liga atinge na soldagem e a temperatura mínima de operação, maior a susceptibilidade a fragilização por trincas à quente. Assim, ao diminuir a amplitude de temperatura minimiza-se a segregação durante a solidificação, melhorando a trabalhabilidade a quente (GOMES, 2016).

2.4.4.2 Solidificação

A microestrutura formada durante os processos de deposição de revestimentos depende de processo de solidificação do metal fundido, o qual consiste na transformação da fase no estado líquido para o estado sólido na poça de fusão e depende dos fatores cinéticos e termodinâmicos (SANTOS, 2018). A morfologia da microestrutura é determinada basicamente pelo gradiente de temperatura (G) e taxa de solidificação (R).

Na solidificação de um metal puro a composição do sólido é igual à do líquido e o avanço da interface sólido/líquido (S/L) ocorre de forma planar. Já quando se trata de ligas, o processo de solidificação é mais complexo, pois os sólidos que se formam podem ou não acomodar tanto soluto quanto o líquido. Assim, para que ocorra uma solidificação planar em ligas, é necessária uma completa difusão do soluto no sólido e no líquido (SILVA, 2010).

Fora das condições de equilíbrio, a solidificação da interface S/L com crescimento planar de uma liga pode não ocorrer, surgindo novas morfologias de interface S/L como celular, colunar dendrítica e dendrítica equiaxial. Essa mudança no modo de solidificação decorre do superresfriamento constitucional, onde a condição de existência somente do líquido será instável. Assim, com o aumento do nível do superresfriamento constitucional, a morfologia de solidificação na interface S/L é modificada.

Quando o laser passa pelo substrato, sua superfície se torna metal líquido, formando uma poça de fusão com alta temperatura. No entanto, a temperatura geral do substrato é relativamente baixa. Na interface S/L, G é largo e R é pequeno, de forma que o valor G/R é grande, levando à formação de uma morfologia planar. Com o aumento do calor, a temperatura do substrato aumenta e, portanto, tem-se um G menor e R maior, reduzindo o valor G/R . Assim, aumenta-se o nível de superresfriamento na interface revestimento/substrato e grãos celulares começam a surgir acima. Na região intermediária da poça, o calor dissipa através do substrato e G/R diminui mais, e grãos colunares perpendiculares aos grãos planares aparecem. No topo, o padrão de dissipação muda, com os efeitos externos, apresentando maior estado de superresfriamento. A taxa de nucleação dos grãos é maior que a de crescimento e os grãos crescem sem direção preferencial, apresentando uma microestrutura equiaxial (ZHANG, 2023).

2.5 NITRETO DE TITÂNIO

As características tribológicas dos revestimentos são definidas por diversos fatores, como a dureza do revestimento e do substrato, o coeficiente de atrito e a taxa de desgaste. Visando aumentar o desempenho tribológico de ferramentas de corte, revestimentos de nitreto de titânio (TiN) vêm sendo uma solução desde a década de 1970, sendo utilizadas muitas técnicas, como deposições por feixe de íons e plasma, para crescer filmes finos de TiN.

O nitreto de titânio (TiN) é uma cerâmica refratária. Cerâmicas são materiais compostos por elementos metálicos e não metálicos e são comumente formadas por óxidos, nitretos e carbonetos. Possuem ligações de caráter misto, iônico-covalente, responsáveis por suas propriedades. Dentre as principais características dos materiais cerâmicos destacam-se: alto ponto de fusão; relativamente resistentes, sendo duros e frágeis; geralmente são isolantes elétricos (baixa condutividade elétrica); podem ser transparentes, opacos ou translúcidos; e alguns podem apresentar comportamento magnético (CALLISTER JR; RETHWICH, 2012).

O TiN se cristaliza em uma rede cúbica de face centrada (CFC), que não se altera se os átomos de Ti e N forem trocados de posição na rede. Este é um candidato para muitas aplicações tecnológicas, apresentando como principais características altos valores de dureza superficial, um elevado ponto de fusão, uma baixa densidade, baixas condutividades elétrica e térmica, apresentar inércia química em temperaturas elevadas, apresentar alta resistência a corrosão (susceptível a corrosão a 800°C) e ao desgaste e baixo coeficiente de atrito (DINIZ, 2015). Na Tabela 8 são resumidos os valores das principais propriedades do TiN.

Tabela 8 – Valores de propriedades físicas e mecânicas do TiN

Forma cristalina	CFC
Parâmetro de rede (a)	0,424 nm
Composição	TiN _{0,6} até TiN _{1,1}
Cor	Dourada
Densidade	5,43 g/cm ³
Ponto de fusão	2950 °C
Dureza	2300 HV
Módulo de elasticidade	250-300 GPa

Fonte: Adaptado de Diniz (2015)

Esta cerâmica é utilizada geralmente sob a forma de filme de revestimento muito fino em aços e ligas de alumínio e titânio para melhorar as propriedades superficiais desses

substratos, sendo de grande interesse em aplicações onde são necessários valores grandes de dureza superficial, resistência à corrosão e ao cisalhamento, tanto em temperaturas ambientes quanto em temperaturas altas, e valores pequenos de coeficiente de atrito (DINIZ, 2015). Ainda, é utilizada como camada protetora de aços em situações com características tribocorrosivas.

Diversas são as aplicações tecnológicas de filmes de TiN, podendo ser encontradas em diversas áreas, como nas indústrias médica e odontológica, mecânica, química, microeletrônica e espacial (DINIZ, 2015). Além destas áreas de aplicação, o TiN é comumente utilizado em revestimentos de ferramentas para máquinas, melhorando sua vida útil. Sua aplicação também abrange a produção de eletrodos, turbinas, motores a jato e válvulas cardíacas, por apresentar biocompatibilidade com o corpo humano (KOLA et al., 1996).

Devido às suas propriedades, o TiN pode ser utilizado ainda como um componente de reforço em matrizes metálicas na obtenção de compósitos, visando aumentar a dureza e determinadas propriedades que o material da matriz não possui.

2.6 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS (DoE)

O Planejamento de Experimentos, ou Design de Experimentos (DoE), é uma abordagem científica e estatística para otimização do processo, cujo objetivo é determinar a influência de diversos fatores (variáveis de entrada) nos resultados (variáveis de resposta). Esta técnica permite avaliar diversos parâmetros através de um pequeno número de experimentos, sem prejuízo da qualidade da informação. Ainda, apresenta como benefícios o estudo simultâneo dessas várias variáveis com separação de seus efeitos, confiabilidade dos resultados, seleção das variáveis com maior influência no processo, entre outros. Um planejamento experimental adequado permite, portanto, além do entendimento dos dados e aprimoramento de processos, reduzir a variabilidade de resultados, redução nos tempos de estudo, propiciando uma maior eficiência e redução dos custos (BUTTON, 2012).

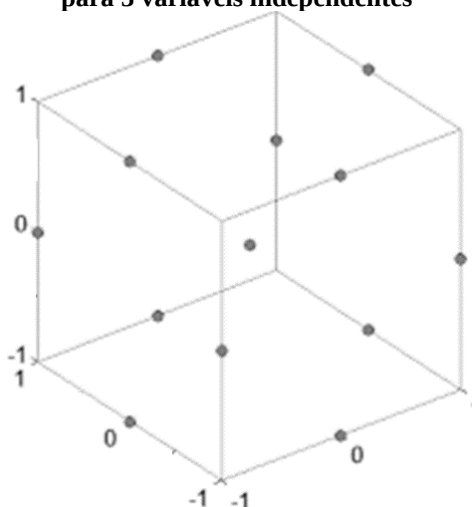
O procedimento para planejamento de um experimento se inicia com o reconhecimento e definição do problema e, em seguida, tem-se a escolha das variáveis independentes (fatores de influência) e seus níveis (valores), e das variáveis dependentes (variáveis de resposta). Depois, faz-se o delineamento dos experimentos, isto é, escolhe-se qual o modelo a ser utilizado diante do que se está em busca, considerando o tamanho da amostra. A partir de então tem-se a execução dos experimentos de forma monitorada e controlada. Por fim, realiza-se a análise dos resultados com uso de métodos estatísticos, tornando possível concluir quais fatores impactaram os resultados de forma mais significativa e como se dá esta influência.

2.6.1 Planejamento Box-Behnken

O planejamento de experimentos do tipo Box-Behnken foi desenvolvido por Box e Behnken em 1960, sendo uma das metodologias de superfície de resposta mais conhecidas da atualidade, não contendo um experimento fatorial completo ou fracionado incorporado. Esse tipo de planejamento tem se mostrado a metodologia mais utilizada atualmente para planejamento fatorial em 3 níveis, sendo possível utilizar mais do que 3 variáveis independentes, sendo amplamente utilizado na química analítica na otimização de processos (GOMES, 2013).

No Box-Behnken, ocorre um planejamento rotacional, onde cada variável independente apresenta 3 níveis e os pontos experimentais estão distribuídos de forma equidistante do ponto central. A distribuição espacial dos pontos pode ser observada na Figura 13 para um planejamento com 3 variáveis.

Figura 13 – Distribuição espacial dos pontos experimentais de um planejamento do tipo Box-Behnken para 3 variáveis independentes



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Assim, esse modelo se caracteriza por requerer um número de experimentos de acordo com a fórmula $N = 2k(k-1) + PC$, onde k representa o número de variáveis e PC o número de pontos centrais. Ainda, cada fator apresenta somente 3 níveis de valores (-1, 0, +1). Desta forma, comparando com um planejamento fatorial completo de 3 variáveis e 3 níveis, que geraria 27 experimentos, o Box-Behnken permite obter um processo otimizado com apenas 15 experimentos, a partir dos 12 pontos nos centros das arestas e 3 pontos centrais do cubo. A Tabela 9 apresenta a matriz de experimentos para o planejamento do tipo Box-Behnken para 3 variáveis independentes.

Tabela 9 – Matriz de experimentos do planejamento do tipo Box-Behnken para 3 variáveis independentes (X_1 , X_2 e X_3) e 3 níveis

Amostra	X_1	X_2	X_3
1	-1	-1	0
2	-1	0	-1
3	-1	0	+1
4	-1	+1	0
5	0	-1	-1
6	0	-1	+1
7	0	0	0
8	0	0	0
9	0	0	0
10	0	+1	-1
11	0	+1	+1
12	+1	-1	0
13	+1	0	-1
14	+1	0	+1
15	+1	+1	0

Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

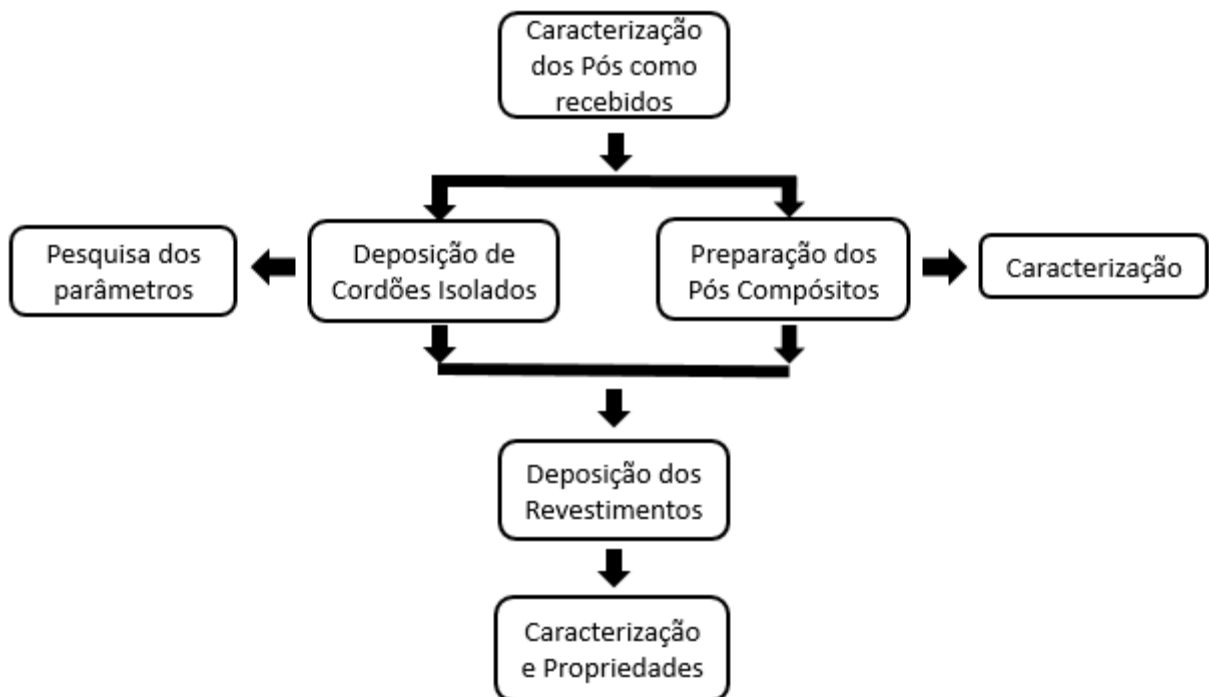
No presente estudo, o planejamento do tipo Box-Behnken foi aplicado para analisar e otimizar a influência das condições operacionais do processo de laser *cladding* sobre as características geométricas dos cordões depositados. Os parâmetros do processo considerados como mais significativos para o estudo e, portanto, selecionados como fatores de controle foram a potência do laser (W), a velocidade de deposição (mm/s) e a velocidade de rotação do prato giratório (rpm). Como variáveis de resposta foram analisadas: altura do cordão (A), largura do cordão (L), profundidade fundida do substrato (PR), razão A/L ou molhabilidade e grau de diluição (D). Ressalte-se que o ensaio é realizado de forma aleatória.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O presente estudo foi dividido em duas etapas principais: a fabricação de pós compósitos de matriz metálica e a deposição de revestimentos por laser *cladding*, tanto com injeção contínua de pós, quanto através do método de pré-colocação do material de adição no substrato.

O procedimento experimental utilizado para o desenvolvimento da pesquisa foi realizado conforme fluxograma mostrado na Figura que será detalhado a seguir.

Figura 14 – Fluxograma das atividades realizadas no presente trabalho



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Inicialmente, foi realizada a caracterização dos metais de adição como recebidos, com base na metodologia indicada para caracterização de pós utilizados em manufatura aditiva (CORDOVA; CAMPOS; TINGA, 2019). Em seguida, foram depositados por laser *cladding*, através do método de injeção contínua, cordões isolados de IN625 conforme uma matriz de experimentos, a fim de se realizar uma pesquisa da influência dos parâmetros do processo nas características dos depósitos. Paralelamente, foi desenvolvida a elaboração de pós compósitos de IN625 reforçados com TiN e feita a respectiva caracterização dos pós produzidos. Por fim, a partir dos parâmetros determinados pelo estudo da deposição de cordões isolados e utilizando os pós compósitos obtidos, foram feitas as deposições das camadas de revestimentos propriamente ditos e a respectiva caracterização.

3.1 MATERIAIS UTILIZADOS

3.1.1 Substrato

Como substrato para as deposições, foram utilizadas chapas de aço carbono ASTM A36, com 6,35 mm de espessura. Sua composição química, conforme estabelecida pela Norma ASTM A36, está apresentada na Tabela 10. Previamente às deposições, as chapas foram submetidas a procedimentos de preparação da superfície. A princípio, as chapas foram jateadas com um abrasivo para remoção de sujeiras, óxidos e imperfeições na superfície do substrato. Posteriormente, passaram pela limpeza com acetona.

Tabela 10 – Composição química do aço ASTM A36 (% em peso)

C	Mn	S	P	Si	Cu	Fe
0,28 (max)	0,60- 0,90	0,05 (max)	0,04 (max)	0,4 (max)	0,2 (min)	Bal.

Fonte: Adaptado da Norma ASTM A36 (1997)

3.1.2 Metais de adição

Como metal de adição, devido à sua conhecida versatilidade para suportar corrosão em diversos ambientes ácidos, alcalinos e com temperaturas elevadas, foi utilizada a liga à base de níquel Inconel 625 (IN625), na forma de pó, cuja composição química padrão está indicada na Tabela 7. O IN625 foi aplicado como matriz para a obtenção dos compósitos, sendo que na deposição de cordões isolados utilizou-se apenas o IN625 como metal de adição.

Como material de reforço foi utilizado o nitreto de titânio (TiN), também na forma de pó, sendo este um material cerâmico extremamente duro que propicia a melhoria no desempenho e no tempo de vida útil de ferramentas. Os pós compósitos de IN625 reforçados com diferentes percentuais de TiN foram obtidos através de técnica de metalurgia do pó, conforme descrito na Seção 3.2, para serem utilizados na deposição dos revestimentos.

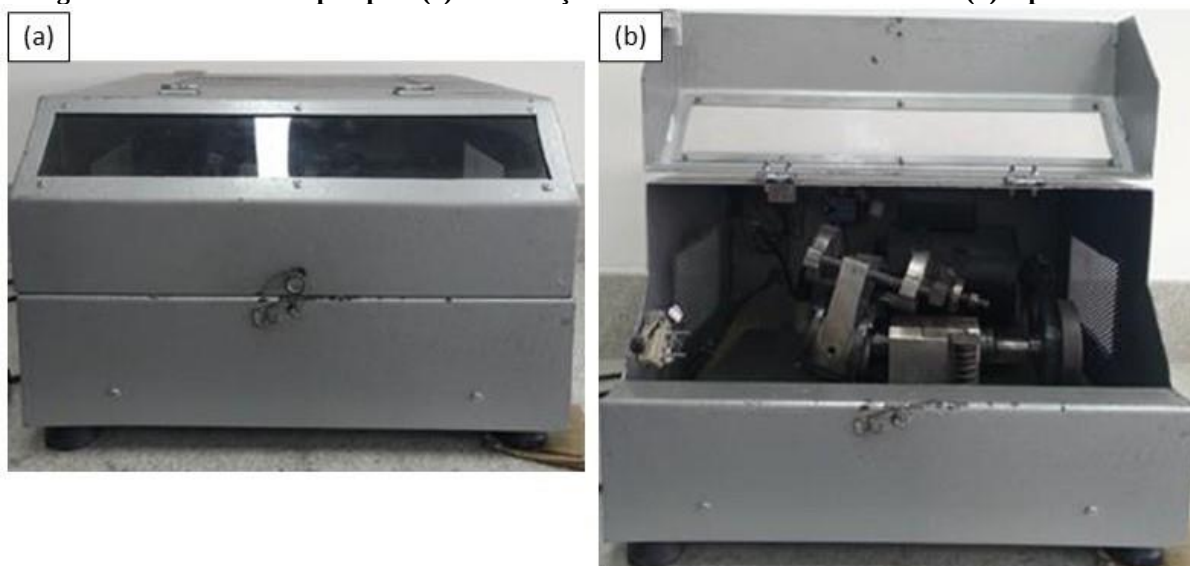
3.2 PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS

Devido à grande diferença na distribuição granulométrica, morfologia e densidade dos metais de adição, foi necessária a fabricação dos pós compósitos através do processo de moagem de alta energia (MAE). Assim, foram utilizados pós de IN625 como componente da matriz e TiN como material de reforço, em diferentes percentuais.

O produto do processo de MAE depende de diversas variáveis, entre as quais podem ser destacadas: tipo do moinho utilizado, tempo de moagem, meio de moagem, velocidade de moagem, relação entre a massa das esferas e a massa do pó, temperatura de processamento, entre outros (DE LIRA, 2016).

O processo foi realizado em um moinho de esferas *Spex*, do tipo vibratório, o qual é caracterizado pela movimentação do cabeçote em uma trajetória em forma de infinito (∞). O moinho vibratório do tipo *Spex* utilizado está apresentado na Figura 15, sendo algumas das características deste tipo de moinho destacadas na Tabela 11.

Figura 15 – Moinho do tipo Spex: (a) visualização externa do moinho vibratório e (b) aspecto interno



Fonte: Adaptado de Nascimento (2020)

Tabela 11 – Características básicas de um moinho SPEX para Moagem de Alta Energia

	Spex
Relação da energia de impacto	10
Atrito no processo	Baixo
Relação de colisão	Alto
Processamento cinético	Muito rápido
Influência da gravidade	Pouca
Diâmetro máximo (m)	0,08
Volume máximo total (l)	0,2
Velocidade relativa máxima (m/s)	19
Carga produzida (Kg)	0,2
Contaminação	Baixa
Vácuo	Possível
Temperatura de controle	Muito difícil
Custo de investimento	Baixo
Custo de operação	Muito alto

Fonte: Adaptado de De Lira (2016)

Os pós (matriz + reforço) foram adicionados, pesados em uma balança semi-analítica de resolução de 0,001g, nas frações de volume de 2%, 3%, 5% e 10% de TiN. Em cima da massa final, foram adicionados aos pós 2% em volume de ácido esteárico ($C_{18}H_{36}O_2$), que age como controlador do processo de moagem. Esta substância tem a finalidade de atuar como lubrificante e antiaglomerante, reduzindo a energia superficial do material e minimizando a soldagem a frio das partículas do pó (HASSANI, 2014; NASCIMENTO, 2020).

A mistura dos pós foi colocada em uma jarra cilíndrica de aço inoxidável 304L em meio úmido, através da adição de álcool isopropílico (C_3H_7OH), o que se fez necessário devido à possibilidade do sólido de sofrer combustão. A razão de esferas-pós utilizada foi de 10:1. A jarra foi colocada no moinho e o processo foi realizado em atmosfera e temperatura ambientes. Após a moagem, os pós passaram pelo processo de secagem em uma estufa, modelo MD 1.1 da marca MEDICATE à 100°C, a fim de proporcionar a evaporação do álcool.

Os tempos de moagem utilizados no estudo foram de 60 e 120 minutos, visando avaliar a diferença nas morfologias obtidas, mas especialmente a fim de determinar o tempo necessário para uma adequada incorporação do reforço à matriz.

3.2.1 Caracterização dos pós

O processamento de deposição de metais a laser é influenciado diretamente pela morfologia das partículas, bem como pela presença de partículas satélites, visto que pode resultar em diminuição da capacidade de compactação dos pós e levar à formação de poros na camada depositada (DAWES; BOWERMAN, 2015). Desta forma, faz-se necessária a caracterização dos pós como etapa inicial do estudo. Assim, inicialmente tanto os pós de IN625 e TiN, como recebidos, quanto os pós compósitos produzidos através do processo de moagem de alta energia (MAE), foram submetidos a análises para caracterização das partículas.

Primeiramente, os pós foram avaliados através da Microscopia Eletrônica de Varredura equipada com Espectrometria de Raios-X por Dispersão de Energia (MEV/EDS), conforme especificação detalhada do equipamento na Seção 3.6.2. Nesta etapa, o MEV/EDS foi utilizado para determinação da evolução morfológica dos pós antes e após o processo de MAE, da sua composição e do tamanho das partículas.

A distribuição granulométrica foi obtida através da técnica de Difração de Raios Laser, no equipamento Mastersizer 2000 da Malvern Instruments U.K, localizado no Departamento de Engenharia de Minas da Universidade Federal de Pernambuco (DEMINAS - UFPE).

O método consiste na dispersão das partículas em um fluido em movimento, causando descontinuidades no fluxo do fluido, as quais são detectadas por uma luz incidente e correlacionadas com o tamanho das partículas. O ensaio de difração a laser foi realizado visando avaliar a eficiência da moagem e analisar o efeito do tempo de moagem e adição do reforço no tamanho de partícula. As análises foram realizadas via úmida, utilizando água como agente dispersante para o caso dos pós como recebidos, enquanto que para os pós compósitos foi necessário utilizar álcool etílico como dispersante. A avaliação da distribuição das partículas é feita através de uma análise estatística dos valores medidos numa amostra. A distribuição de partícula de pós comerciais é dada comumente por uma curva gaussiana, que apresenta os tamanhos das partículas e a frequência com que eles aparecem (CHANG; ZHAO, 2013; KONG et al., 2007).

Por fim, foi utilizada a técnica de Difração de Raios-X (DRX), tendo o ensaio sido realizado no Difractômetro Shimadzu XRD – 700, localizado no Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Material (INTM) na UFPE. Esta é uma técnica que permite obter informações sobre a estrutura atômica e molecular detalhada de vários materiais (notadamente os cristalinos). Desse modo, podem ser identificadas e quantificadas diferentes fases presentes em uma amostra pulverizada, havendo um banco de dados obtido do *International Centre for Diffraction Data* (ICDD) para auxiliar nesta identificação de fases cristalinas. Assim, o DRX foi utilizado na fabricação dos pós compósitos a fim de, através dos picos característicos dos materiais, poder identificar o tempo necessário para incorporação do reforço cerâmico à matriz metálica.

O método do DRX consiste na incidência da radiação em uma amostra e na detecção dos fótons difratados, que constituem o feixe difratado. Através do ensaio é obtido um difratograma, produzindo picos cujas alturas são proporcionais às intensidades dos efeitos da difração. Cada estrutura cristalina produz um padrão de difração característico.

Para a caracterização dos pós por meio do DRX foram utilizadas as seguintes condições de aquisição no ensaio:

- Ângulo de difração: (2θ) ;
- Intervalo de varredura entre os ângulos: $20^\circ - 100^\circ$;
- Passo: $0,02^\circ/\text{s}$;
- Tensão: 40 kV;
- Corrente: 30 mA.

3.3 EQUIPAMENTO PARA DEPOSIÇÃO

As deposições pelo processo de *laser cladding* foram realizadas no equipamento TruDisk 6002 da Trumpf Inc., localizado no INTM, conforme Figura 16. Este é um laser à disco de diodo de alta potência, cuja capacidade nominal varia de 120 a 6000 W, sendo que atualmente está equipado para promover até 4000 W de potência. A qualidade do feixe é de 8 mm-mrad e produz comprimento de onda de 1030 nm.

Figura 16 – Equipamento Laser TruDisk 6002



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

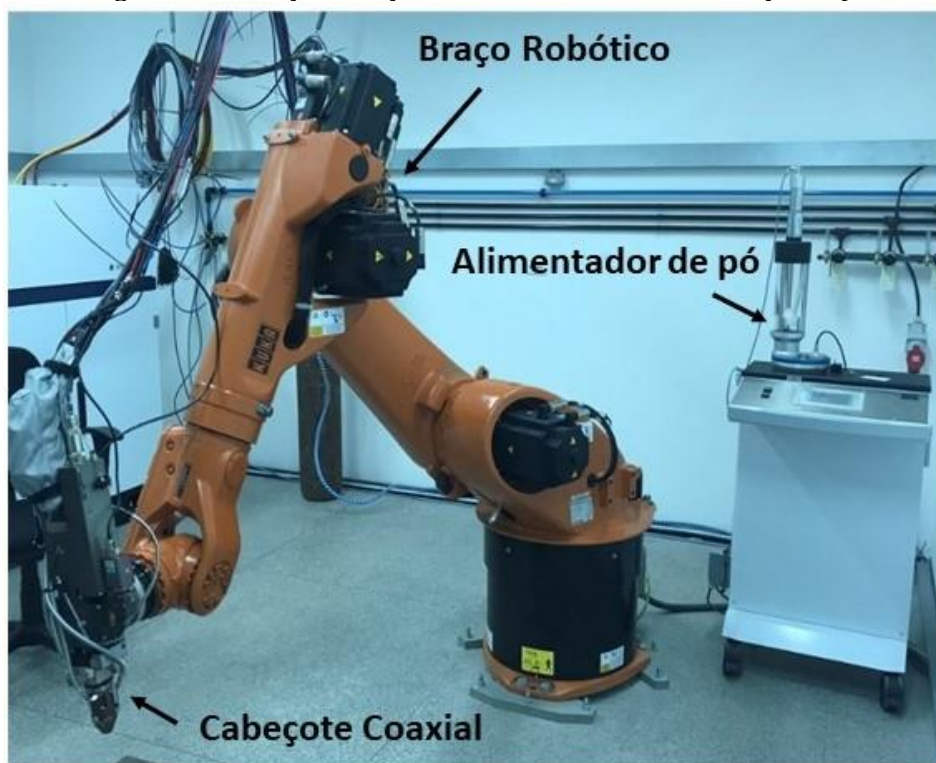
O laser está incorporado a um sistema de movimentação, que consiste em um robô de alta precisão, modelo KR 60 HA da Kuka, e a um alimentador de pó, modelo PF21 da GTV, conforme mostrado na Figura 17.

O robô possui 6 eixos para realização de seus movimentos complexos, sendo capaz de suportar uma carga de até 60 kg e com precisão de $\pm 0,05$ mm. Ao braço robótico é acoplado um cabeçote para realização das deposições, fabricado pelo Instituto Fraunhofer de Tecnologias LASER.

O sistema de injeção de pó à disco tem como função encaminhar, de forma controlada, a quantidade de pó necessária para o processo, sendo a alimentação (vazão) do pó proporcional

à rotação imprimida ao seu prato giratório. O pó é fornecido através de uma corrente gasosa, tendo sido utilizado o gás Argônio, e depositado em um dos cones da cabeça de *cladding*, que o distribui pelo feixe de laser. A combinação correta da velocidade do prato giratório, limitada a 10 rotações por minuto (rpm), e do fluxo de gás de arraste, limitada a 10 litros padrões por minuto (slpm), assegura o fornecimento adequado do pó ao laser.

Figura 17 – Cabeçote, braço robótico e sistema de alimentação de pó



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

3.4 DEPOSIÇÃO DE CORDÕES ISOLADOS

Previamente à deposição de camadas de revestimentos com ligas de níquel, tornou-se necessário realizar testes preliminares pela deposição de cordões singulares a fim de executar uma pesquisa sistêmica dos parâmetros do processo. O intuito desta etapa foi explorar as variáveis do processo e definir uma combinação de parâmetros adequada para a posterior deposição dos revestimentos. Entende-se por parâmetros adequados aqueles que apresentem um cordão com morfologia, composição química e diluição apropriados e com níveis satisfatórios em relação à presença de descontinuidades como trincas e porosidades, conforme escolha e critérios do autor, os quais podem variar de acordo com os diferentes tipos de aplicação.

Diversos são os parâmetros do processo de laser *cladding* que têm influência sobre as características metalúrgicas e propriedades mecânicas dos cordões. Podem ser destacados: a potência do laser (W), a velocidade de deposição/avanço (mm/s), a taxa de alimentação do pó (g/min), o fluxo do gás de arraste (slpm), a distância focal (mm), a sobreposição e possibilidade de pré-aquecimento, entre outros. A taxa de alimentação é função da velocidade de rotação do prato giratório (rpm), que é o parâmetro introduzido no sistema de injeção de pó, tendo este sido definido como um dos fatores de controle do experimento.

Como gás de proteção e de arraste foi utilizado o Argônio, cuja vazão foi mantida constante em 7 slpm. A distância focal foi mantida fixa em 25 mm, estando o ponto focal localizado acima da superfície do substrato, necessária para o processamento de deposição de revestimentos. Caso fosse realizado um processo de soldagem, o ponto focal deveria estar localizado abaixo da superfície, i.e., dentro da peça de trabalho (FIGUEIREDO, 2019; SOARES, 2005). Não foi utilizado pré-aquecimento no presente estudo.

A realização de um planejamento de experimentos permite uma análise estatística dos resultados para obter a influência dos fatores de controle sobre as variáveis de resposta utilizando um reduzido número de experimentos. Sendo a relação entre os parâmetros e as características dos cordões depositados notadamente relacionadas à potência do laser (W), à velocidade de deposição (mm/s) e à taxa de alimentação do pó (g/min), estes foram utilizados como fatores de controle (variáveis independentes) no presente estudo.

A pesquisa para análise dos parâmetros foi então realizada através do planejamento experimental, por meio da matriz de experimentos do tipo Box-Behnken, a qual tem se mostrado a metodologia mais utilizada atualmente para planejamento fatorial em 3 níveis. A designação dos níveis referentes a cada fator está apresentada na Tabela 12, enquanto a Tabela 13 mostra a matriz de experimentos aplicada, tendo os ensaios sido executados de forma aleatória.

Tabela 12 – Designação dos fatores de controle e respectivos níveis do delineamento Box-Behnken

Fator de controle	Níveis		
	1	2	3
Potência do laser (W)	1000	1500	2000
Velocidade de deposição (mm/s)	6	9	12
Velocidade do prato giratório (rpm)	6	8	10

Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Tabela 13 – Sequência dos parâmetros para deposição dos cordões isolados conforme Matriz de Experimentos Box Behnken e ordem aleatória de ensaio

Nº da Amostra	Ordem do ensaio	P (W)	V (mm/s)	R (rpm)
1	5	1000	6	8
2	8	1000	9	6
3	14	1000	9	10
4	13	1000	12	8
5	6	1500	6	6
6	9	1500	6	10
7.1	10	1500	9	8
7.2	1	1500	9	8
7.3	2	1500	9	8
8	11	1500	12	6
9	12	1500	12	10
10	15	2000	6	8
11	3	2000	9	6
12	4	2000	9	10
13	7	2000	12	8

Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

A avaliação dos resultados consistiu primeiramente em uma análise visual dos cordões singulares, a qual buscou identificar se os parâmetros apresentaram deformações na peça de trabalho, porosidades, descontinuidades, deslocamentos ou heterogeneidades na superfície da camada depositada. Ainda, foi realizada a caracterização da seção transversal, em termos do grau de diluição do substrato no revestimento e da morfologia dos cordões (i.e., altura, largura, molhabilidade e profundidade da zona fundida do substrato), consideradas como variáveis de resposta no estudo. Essas variáveis foram definidas pelo fato de que a resistência ao desgaste apresenta correlação com a diluição e com a microestrutura obtidas no processo de deposição por laser *cladding*.

Para avaliar a influência dos fatores de controle sobre as variáveis de resposta foram realizadas avaliações estatísticas empregando a análise de variância (ANOVA) através de um programa de tratamento estatístico, o software Minitab. Foram estabelecidos como critérios para definição do conjunto de parâmetros adequados para serem utilizados na etapa de deposição de revestimentos: ausência visual de defeitos no cordão, razão A/L e nível de diluição.

3.5 DEPOSIÇÃO DE REVESTIMENTOS

Para os revestimentos foram empregados os seguintes pós como metais de adição:

- IN625;
- Mistura mecânica de IN625 com 5% de TiN;
- Compósito de IN625 com adição de 5% de TiN;
- Compósito de IN625 com adição de 10% de TiN.

Com base nos critérios definidos na etapa de deposição de cordões isolados pela pesquisa de experimentos a partir do DoE, foram utilizados os parâmetros apresentados na Tabela 14 para a deposição das diferentes camadas de revestimento por laser *cladding*.

Parâmetros	Níveis designados
Potência do laser	1000W e 1500 W
Velocidade de deposição	12 mm/s
Velocidade de rotação do prato giratório	6 rpm

Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Embora o processo de laser *cladding* pelo método de injeção contínua dos pós (deposição coaxial) venha se mostrando o método mais utilizado na atualidade, para o presente trabalho se fez necessário utilizar o método de deposição em duas etapas para os revestimentos compósitos, diante da morfologia dos pós obtida. Assim, foram empregadas duas técnicas de deposição: com alimentação contínua dos pós (processo em uma etapa) e com a pré-colocação do material de adição no substrato (processo em duas etapas). O primeiro método consiste na injeção contínua dos pós em uma poça de fusão gerada pela fonte de laser, da mesma forma que feito para os cordões singulares. No segundo método, por outro lado, há aplicação prévia do material sobre o substrato por meio de um ligante e, posteriormente, ocorre a formação de um banho de fusão da camada pré-colocada pela irradiação do laser.

Dois valores de potência do laser foram utilizados para a deposição em duas etapas, visto que o método não havia sido utilizado no estudo preliminar para cordões isolados. Foram então depositados 6 revestimentos (multicordões de 1 camada) utilizando uma velocidade constante de deposição de 12 mm/s. Argônio foi utilizado como gás de proteção e de arraste com vazão de 7 slpm. A distância focal foi mantida fixa em 25 mm. A combinação dos diferentes materiais de adição, métodos de deposição e potências do laser são apresentados na Tabela 15.

Tabela 15 – Camadas de revestimento depositadas com os respectivos materiais de adição, método de deposição aplicado e potência utilizada

Revestimento	Material de adição	Método de Deposição	Potência (W)
1	IN625	Coaxial	1500
2	IN625-5%TiN - Mistura Mecânica	Coaxial	1500
3	IN625-5%TiN – Compósito	Pré-deposição	1000
4	IN625-5%TiN – Compósito	Pré-deposição	1500
5	IN625-10%TiN - Compósito	Pré-deposição	1000
6	IN625-10%TiN – Compósito	Pré-deposição	1500

Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Para a deposição da camada de revestimento utilizando o laser *cladding* em duas etapas, se fez necessário avaliar e definir o ligante químico capaz de formar uma pasta e garantir uma aglomeração adequada para assegurar uma boa ligação entre o material de adição e o substrato. Esta primeira etapa é responsável por prevenir a remoção das partículas de pó devido ao fluxo de gás inerte na segunda etapa do processo e garantir uma boa qualidade do revestimento final. Entretanto, conforme exposto por Valente (2017), a evaporação do ligante durante o processo pode levar a porosidades na camada de revestimento.

Para definir o ligante a ser utilizado na pré-colocação do pó no substrato foram avaliados quatro materiais: reagente termoplástico (resina), álcool, solução de vidro e álcool polivinílico. Os ligantes foram misturados apenas com pó de IN625, a fim de não haver desperdício dos pós compósitos obtidos. A mistura foi realizada até formar uma pasta uniforme, a fim de garantir a sua aglomeração e assegurar boa ligação entre o material de adição e o substrato. O tempo de secagem foi de 24 horas a temperatura ambiente. Como o cordão isolado selecionado apresentou uma espessura de 0,7 mm, para o método de duas etapas foi utilizada uma camada pré-depositada de 0,8 mm, através do uso de uma placa vazada para restringir a região do pó pré-colocado. A Figura 18 apresenta a configuração para pré-colocação do pó compósito no substrato para a deposição por laser *cladding* em duas etapas.

Primeiramente foi realizado um teste com reagente termoplástico (resina), conforme relatado por Wu et al. (2004), o qual realizou a pré-deposição de uma mistura de pó de liga à base de níquel e de WC. No entanto, não foi possível dar continuidade ao ensaio, visto que o ligante orgânico não suportou o calor.

Tomando como base o estudo desenvolvido por Qunshuang et al. (2015), a pré-colocação dos pós no substrato foi feita por meio de uma mistura do pó de IN625 com álcool. Embora o citado estudo tenha depositado uma mistura de pós de Ni60 com WC em um substrato

de aço, no presente trabalho este ligante se apresentou inadequado. Em função do gás de proteção e de uma camada mais espessa, os pós não apresentaram aderência suficiente ao substrato e a eficiência energética da deposição se mostrou bastante baixa.

Figura 18 – Pré-colocação dos pós compósitos no substrato para posterior processamento por laser



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Posteriormente, foi utilizada solução de vidro ($\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} = 1:3$, vol%) para formação de uma pasta através da mistura homogênea com o pó de IN625. Muito embora esse ligante tenha se mostrado eficaz no estudo desenvolvido por Weng et al. (2017), o qual fez a pré-deposição de uma mistura de Co42 com SiC como material de adição em um substrato de Ti-6Al-4V, para uma mesma espessura de 0,8 mm, no presente trabalho não foi obtido um resultado satisfatório.

Por fim, foi aplicada uma solução aquosa de álcool polivinílico como ligante, a qual se mostrou eficaz para formação da camada pré-colocada no substrato e posterior laser *cladding* nos estudos de Chen et al. (2019), Zhao et al. (2021) e Xu et. al (2018). Bhatnagar e Mullick (2023), mais recentemente, realizaram um estudo da influência do tamanho das partículas de reforço de TiC no IN625, e aplicaram para formação da camada uma solução aquosa com 5% de álcool polivinílico. Apesar de diferentes configurações para formação das camadas, a aplicação desta solução se mostrou adequada.

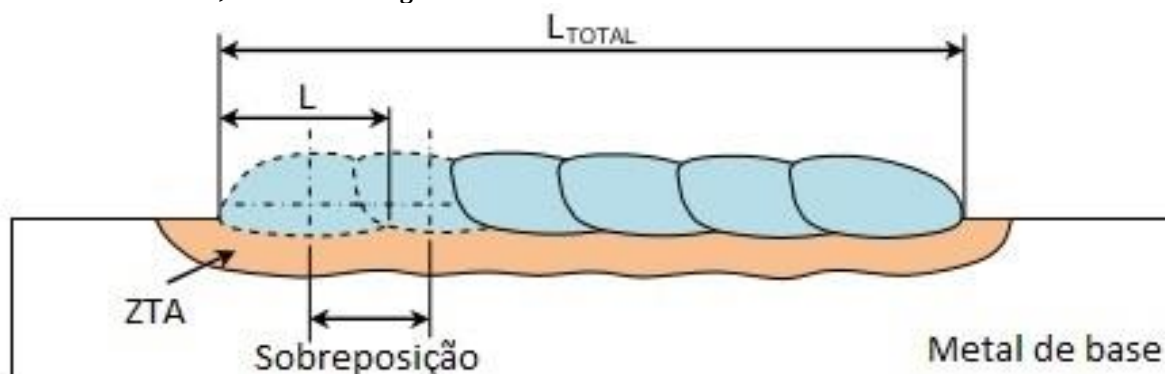
No presente estudo, portanto, uma determinada quantidade de pó compósito foi adicionada a uma solução aquosa com 5% de álcool polivinílico, realizando a mistura até que a obtenção de um estado de suspensão fosse atingido. A mistura foi então distribuída na superfície do substrato, conforme apresentado na Figura 18. Na condução dos experimentos, o

pó pré-colocado e uma região do substrato se fundem e solidificam rapidamente, formando uma camada contínua de revestimento na superfície do substrato.

Na deposição de camadas de revestimento outro parâmetro de extrema importância é a sobreposição dos cordões. Certamente, para formação de uma camada de revestimento, cordões singulares são sobrepostos uns aos outros, sendo o distanciamento necessário calculado pela largura dos cordões isolados. Assim, o percentual de sobreposição deve ser suficiente para proporcionar um bom acabamento superficial do revestimento, além de apresentar uma diluição adequada e proporcionar ausência de defeitos.

Para definição da sobreposição foram utilizados os percentuais de 30%, 40% e 50% de sobreposição conforme a largura de um cordão isolado, que depende do parâmetro ótimo a ser definido no presente estudo. A Figura 19 apresenta a representação esquemática da sobreposição de cordões para formação de uma camada de revestimento.

Figura 19 – Representação esquemática da sobreposição dos cordões para formação de uma camada de revestimento, onde L é a Largura do cordão isolado e ZTA a Zona Termicamente Afetada



Fonte: Adaptado de Silva (2010)

3.6 ENSAIOS PARA CARACTERIZAÇÃO DAS DEPOSIÇÕES

3.6.1 Preparação metalográfica

A preparação metalográfica das seções transversais dos revestimentos foi realizada de acordo com a norma ASTM E3-01 “*Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens*”. Na Tabela 16 está apresentado o procedimento seguido para a preparação das amostras. Primeiramente é feito o corte das amostras e o respectivo embutimento. Posteriormente, ocorre o lixamento e polimento necessários para o ataque químico da superfície a ser avaliada.

Tabela 16 – Procedimento para preparação das amostras para análise metalográfica

Corte das Amostras	- As amostras das seções transversais foram extraídas da metade do comprimento dos cordões/revestimentos, tendo o corte sido realizado na cortadeira DiscoTom - 10 da fabricante Struers;
Embutimento	- As amostras foram embutidas a quente na embutidora Citopress-30 da fabricante Struers.
Lixamento/Polimento	- Para preparação da superfície foi feito o lixamento com lixas d'água de granulometrias desde 180 a 1200 mesh, na lixadeira/politriz automática Tegramin-20 da Struers. - Polimento final foi feito com o pano MD-Chem (marca Struers).
Ataque químico	- Foram utilizados dois reagentes para possibilitar visualização do substrato e do revestimento, respectivamente: • Ataque por imersão com o reagente Nital 3% (3 ml HNO₃/97 ml Ethanol em volume) por 10 segundos; • Ataque eletrolítico com reagente Nital 5% (em volume) com variação do tempo de exposição de ataque de 10 a 20 segundos sob uma tensão de 3 a 5V.

Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

3.6.2 Caracterização Macroestrutural e Microestrutural

Do ponto de vista macroestrutural, as imagens dos cordões isolados e dos revestimentos foram obtidas e analisadas com o uso do estereoscópio Stemi 2000, com uma câmera acoplada AxioCam 105 color da Zeiss. Esta análise teve como finalidade determinar a geometria e o nível de diluição dos cordões, avaliar a homogeneidade das deposições e a presença de descontinuidades.

Na deposição de cordões isolados, o estudo se concentrou na análise macroestrutural, a fim de caracterizar os cordões em termos de suas características geométricas, molhabilidade e diluição. Essa etapa visa determinar os parâmetros adequados a serem utilizados na deposição dos revestimentos.

Na deposição dos revestimentos foi realizada a análise macroestrutural e a caracterização microestrutural. Para este fim, foi feito uso tanto da Microscopia Ótica como da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A microscopia ótica foi realizada por meio de um microscópio invertido, Axio Lab A2, com uma câmera digital acoplada, AxioCam 105 color da Zeiss. Esta técnica é aplicada visto que, para algumas características das deposições, não se faz necessária a obtenção de grandes ampliações, como para observação de vazios, poros,

geometria, diluição, entre outros. Para a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizado um equipamento da Tescan, modelo MIRA3, localizado no INTM – UFPE.

O recurso de avaliação por meio de elétrons secundários, em função da maior profundidade de foco, possibilita uma melhor avaliação da topografia de superfícies. A análise microestrutural permitiu verificar a presença de ligação entre o revestimento e o substrato, além da ausência de defeitos internos, especificamente na região da interface. Ainda, foi avaliada a microestrutura formada como consequência do ciclo térmico a que está sujeito pelo processamento por laser *cladding*.

O MEV utilizado está equipado com a Espectrometria de Raios-X por Dispersão de Energia (MEV/EDS). Assim, se tornou possível fazer a identificação dos elementos que constituem o material pela análise de raios-X característicos do material que são emitidos pela amostra ao ser bombardeada pelo feixe de elétrons.

O EDS é responsável por fazer uma leitura da energia dispersada pela amostra, pois, como cada elemento tem uma faixa de energia específica, é possível comparar com padrões para identificação dos elementos. Desta forma, para caracterização das camadas de revestimentos foram realizadas análises de EDS de mapa, em linha (LineScan) e realizado o mapeamento qualitativo e semiquantitativo dos elementos presentes nas camadas depositadas por laser *cladding*.

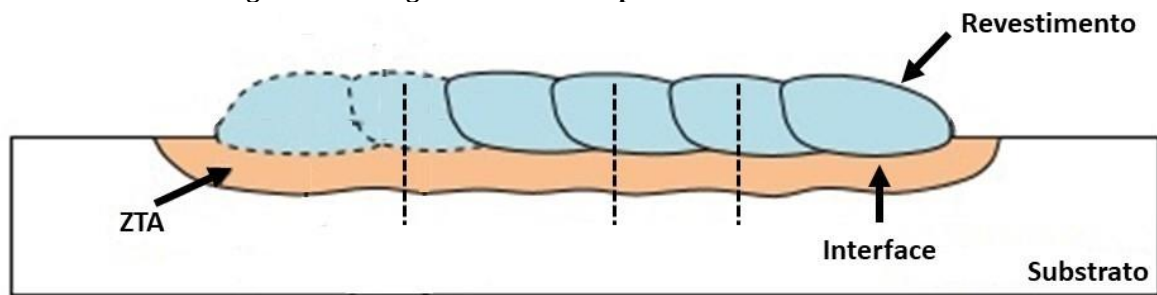
3.6.3 Ensaio de Microdureza

Para a caracterização mecânica, visando verificar o perfil de dureza ao longo do revestimento depositado e a influência da diluição, foi realizado o ensaio de microdureza Vickers no Microdurômetro Emcotest Durascan, modelo G5. Este microdurômetro apresenta uma capacidade variando de 0,25 kgf a 62,5 kgf. Para os ensaios foi utilizada uma carga de 300 g, tempo de carga de 15 s e distância vertical entre identificações de 0,25 mm.

As medições foram realizadas ao longo da seção transversal da amostra, consistindo em três perfis lineares verticais, desde o topo do revestimento até o metal de base, conforme apresentado esquematicamente na Figura 20.

A importância deste ensaio reside na possibilidade de avaliar a influência dos parâmetros nas propriedades do material, visto que a mudança da densidade de energia pode promover alterações significativas na composição química e microestrutura e, como resultado, provocar variações de dureza. Desta forma, se mostra relevante fazer a conexão entre os parâmetros utilizados e as durezas correspondentes a cada um.

Figura 20 – Imagem ilustrativa do perfil de microdureza adotado



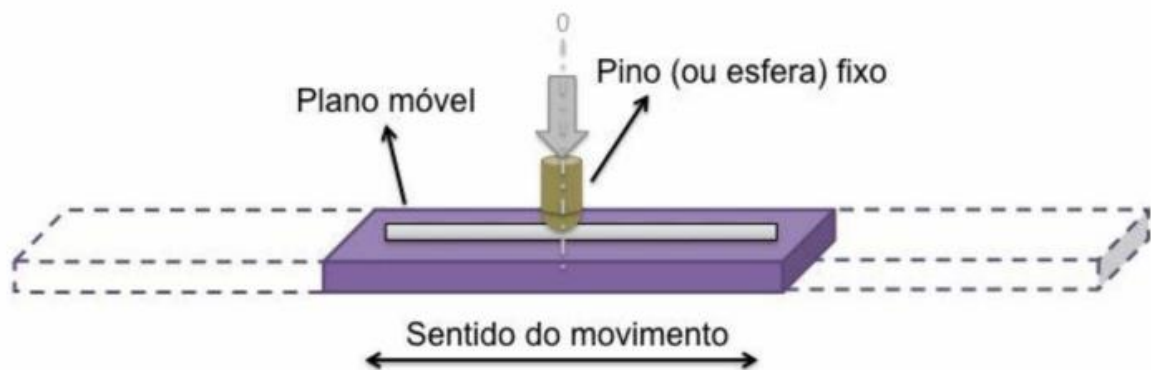
Fonte: Adaptado de Silva (2010)

3.6.4 Resistência ao Desgaste

Para avaliação da resistência ao desgaste dos revestimentos, foi utilizado o Tribômetro de pino sobre disco da Anton Paar, pertencente ao Laboratório de Materiais Compósitos e Integridade Estrutural (COMPOLAB) localizado no Instituto de Pesquisa em Petróleo e Energia (LITPEG) na UFPE. Este equipamento é considerado padrão para medição de atrito, desgaste e lubrificação. O ensaio foi realizado de acordo com a norma ASTM G99 - *Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus*.

Foram realizados testes unidirecionais de desgaste por deslizamento alternado, em meio seco, utilizando uma configuração de esfera sobre plano. A Figura 21 apresenta uma representação esquemática deste tipo de ensaio de desgaste por deslizamento.

Figura 21 – Representação esquemática do ensaio de desgaste por deslizamento com movimento alternado



Fonte: Dutra (2017)

O ensaio de desgaste por deslizamento pode ser classificado conforme seu movimento em contínuo ou alternado. No movimento contínuo, ocorre o deslizamento das superfícies, uma sobre a outra, com movimento relativo em uma única direção, enquanto no movimento alternado a direção oscila em determinada frequência. Justifica-se o uso do movimento

alternado pelo fato que de as maiorias das aplicações industriais operam com esse movimento, como nas seguintes aplicações: motores de combustão interna, bombas de deslocamento positivo de pistões ou êmbolos, pistões de compressores herméticos de sistemas de refrigeração e cilindros de laminação (DUTRA, 2017).

Os ensaios tribológicos foram então realizados com aplicação de uma carga de 10 N, uma distância de deslizamento de 50 m e amplitude de 10 mm. A velocidade de deslizamento foi de 3,1416 cm/s e uma taxa de aquisição de 50 Hz. O teste foi realizado a temperatura ambiente. Como contra corpo foram utilizadas esferas de aço com diâmetro de 6 mm.

Imediatamente antes do teste, e antes de cada medição de peso, os corpos de prova foram limpos em um banho ultrassônico com álcool isopropílico por 10 minutos e secos com cuidado para remover todo o fluido e resíduos que pudessem estar aprisionados no material. Foram realizadas triplicatas em cada amostra, sendo que, a cada etapa, as amostras eram pesadas em uma balança com resolução de 0,0001 g.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

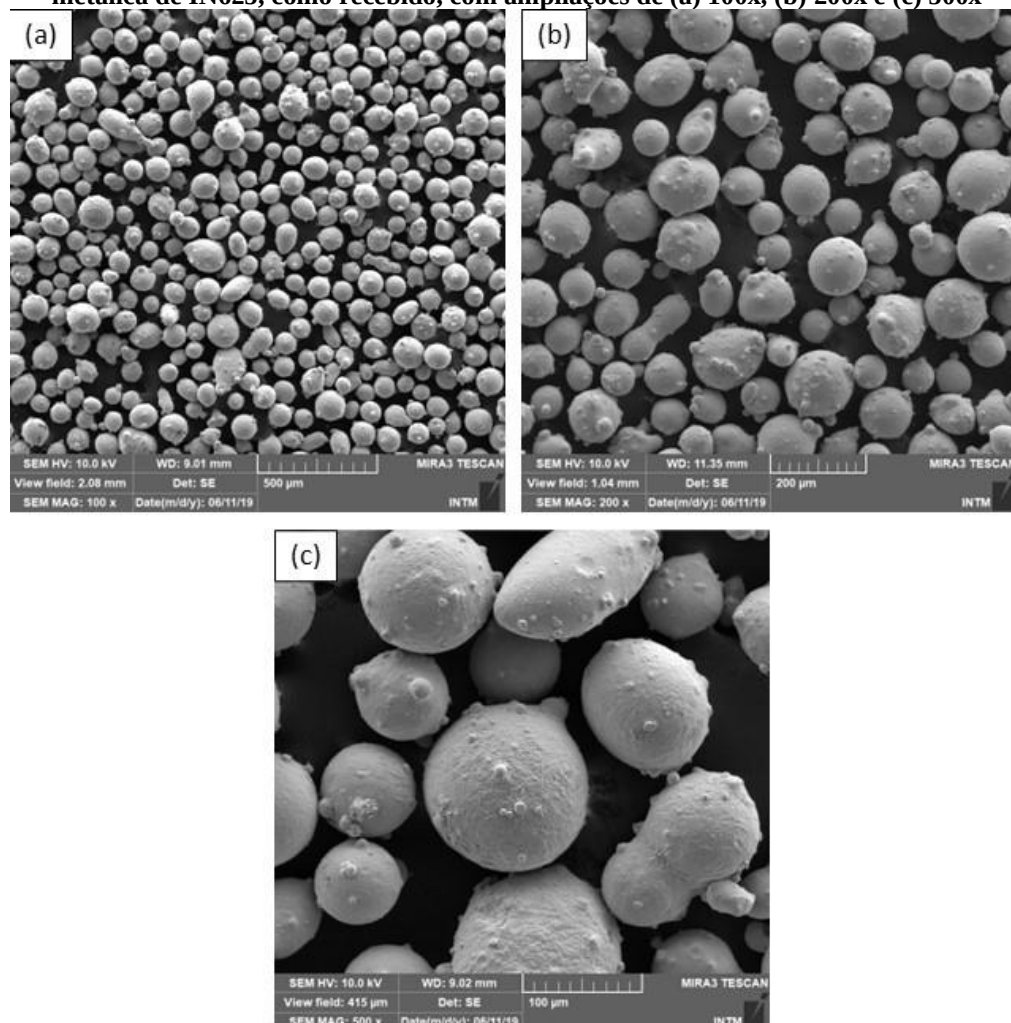
4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS METAIS DE ADIÇÃO

O processo de deposição a laser sofre influência direta da morfologia das partículas, assim como pela presença de partículas satélites. Desta forma, primeiramente, os metais de adição utilizados no presente estudo foram submetidos à caracterização através da análise morfológica de suas partículas obtidas por MEV/EDS, de sua distribuição granulométrica e de difratogramas obtidos por DRX.

4.1.1 IN625 e TiN como recebidos

A morfologia das partículas do pó de IN625, como recebido pelo fornecedor, obtida através do MEV, está apresentada na Figura 22.

Figura 22 – Imagens obtidas por MEV por meio de elétrons secundários da morfologia do pó da matriz metálica de IN625, como recebido, com ampliações de (a) 100x, (b) 200x e (c) 500x



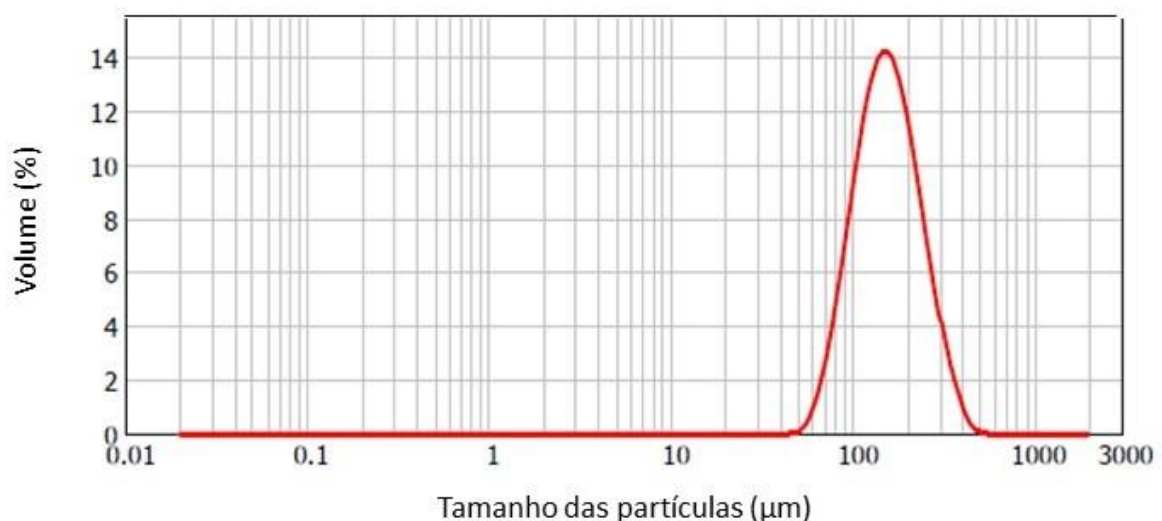
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

O pó metálico de IN625 apresenta uma morfologia predominantemente esférica com a presença de partículas satélites em sua quase totalidade. Essa morfologia é considerada típica de materiais com características dúcteis, os quais são geralmente fabricados através do método de atomização a gás. Este método de fabricação de pós consiste em um banho de metal fundido que é forçado através de um bico e em seguida é desintegrado com um fluxo de gás inerte. Isso faz com que o metal fundido solidifique e as partículas esféricas, finamente divididas, sejam recolhidas no fundo da câmara (NASCIMENTO, 2020).

Partículas satélites podem ser definidas como aquelas com tamanhos que variam na faixa de 2 a 10 μm , formadas durante o processo de atomização e podem, ou não, estar conectadas com as partículas maiores. Esta característica é considerada comum no processo de atomização a gás e tem como efeito afetar a escoabilidade do pó metálico através dos sistemas de alimentação de pó. A inadequada escoabilidade do material é uma condição indesejada para o processo, visto que pode causar entupimentos das mangueiras de alimentação, assim como do próprio cabeçote de deposição coaxial. Além destes possíveis problemas na alimentação e na deposição do material, estas partículas são capazes de afetar a camada depositada, podendo estar associadas à formação de porosidade nos cordões (CHANG; ZHAO, 2013).

Os processos de fabricação de pós em geral geram partículas de tamanhos diferentes, de forma que se faz necessário avaliar a distribuição granulométrica das partículas. Sua avaliação é feita através de uma análise estatística dos valores medidos em uma amostra, sendo a distribuição dada comumente por uma curva gaussiana, conforme pode ser observado para a distribuição dos pós de IN625 na Figura 23.

Figura 23 – Distribuição granulométrica por volume (%) das partículas de IN625

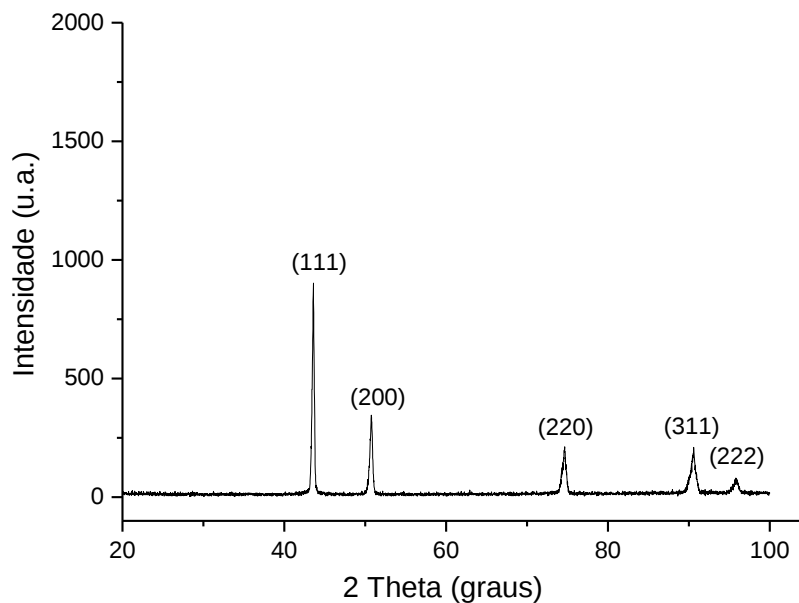


Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Foi observada uma distribuição de partículas de IN625 com formato monomodal e simétrica, além de estreita. Foi verificado um diâmetro mediano equivalente ($D_{0,5}$) de 150 μm , além de que 10% das partículas são menores que 91 μm e que 90% das partículas são menores 264 μm .

Na Figura 24 é apresentado o padrão de difração de raios X para o pó de IN625 recebido.

Figura 24 – Difração de Raios X do pó de IN625 como recebido



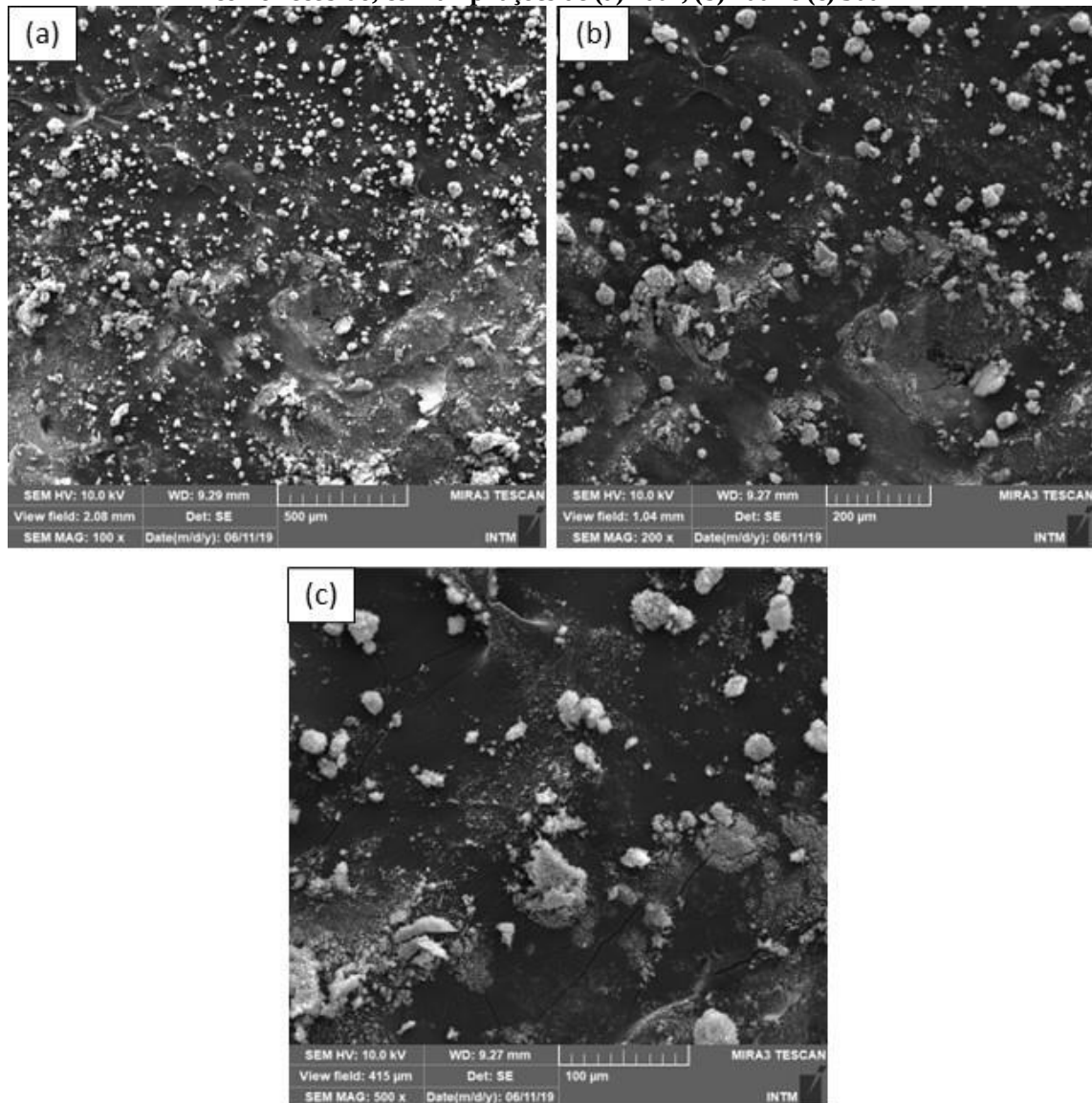
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

No difratograma obtido do pó metálico da matriz de IN625 como recebido, os picos principais foram encontrados nos ângulos de $2\theta = 43,6^\circ$; $50,8^\circ$; $74,6^\circ$; $90,5^\circ$ e $95,8^\circ$, os quais podem ser indexados à difração de planos (111), (200), (220), (311) e (222) e indicam a presença dos picos dominantes da solução sólida austenítica de Ni-Cr (fase γ) na matriz CFC, sem a presença de fases intermetálicas. Por outro lado, conforme o *datasheet* para o níquel puro, os principais picos são encontrados para valores de $2\theta = 44,5^\circ$; $51,9^\circ$; $76,4^\circ$; $92,9^\circ$ e $98,5^\circ$.

Observa-se que os picos para o níquel puro ocorrem para valores de 2θ ligeiramente superiores quando em comparação aos obtidos para o IN625. Essa pequena diferença estaria associada ao efeito dos elementos de liga presentes em solução sólida no IN625 e da presença de discordâncias, levando à imperfeição da estrutura cristalina da fase γ na superliga IN625, conforme relatado por Abioye, McCartney e Clare (2015) e Guo et. al (2023).

Com relação ao pó de reforço TiN como recebido do fornecedor, sua morfologia está apresentada na Figura 25.

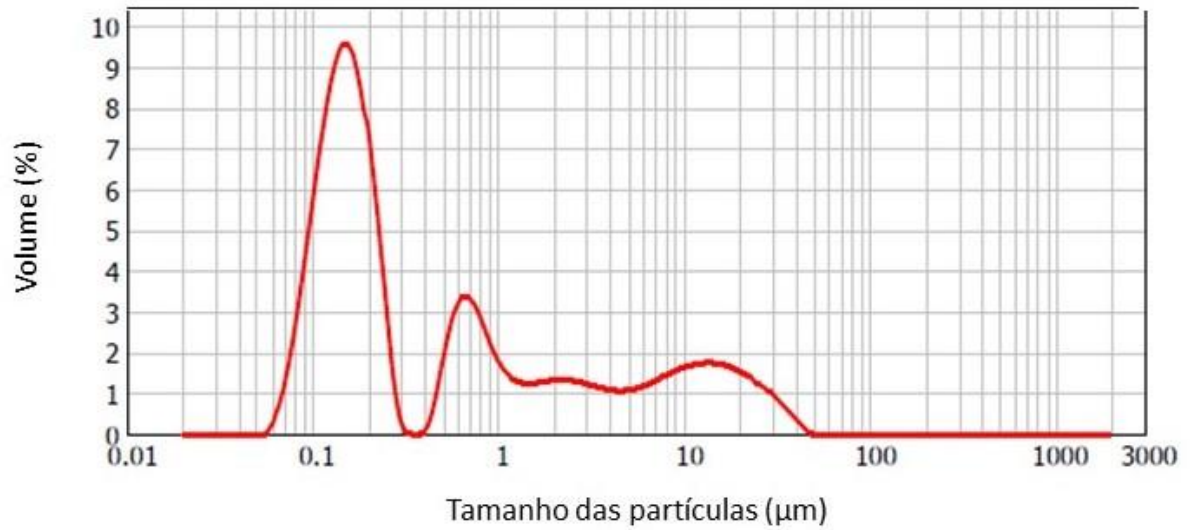
Figura 25 – Imagens por MEV por meio de elétrons secundários da morfologia do pó de reforço de TiN, como recebido, com ampliações de (a) 100x, (b) 200x e (c) 500x



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Pode-se observar que, diferentemente do pó da matriz dúctil de IN625, a morfologia do pó de reforço TiN é predominantemente irregular, característica típica de um material duro (cerâmico). Ainda, não é possível observar a formação de aglomeração de partículas e apresenta tamanho não uniforme, conforme mostrado na distribuição granulométrica apresentada na Figura 26. Assim, considerando o maior volume de partículas, foi observado um diâmetro mediano equivalente ($D_{0,5}$) de 22 nm, os quais são consideravelmente inferiores quando comparados ao pó de IN625.

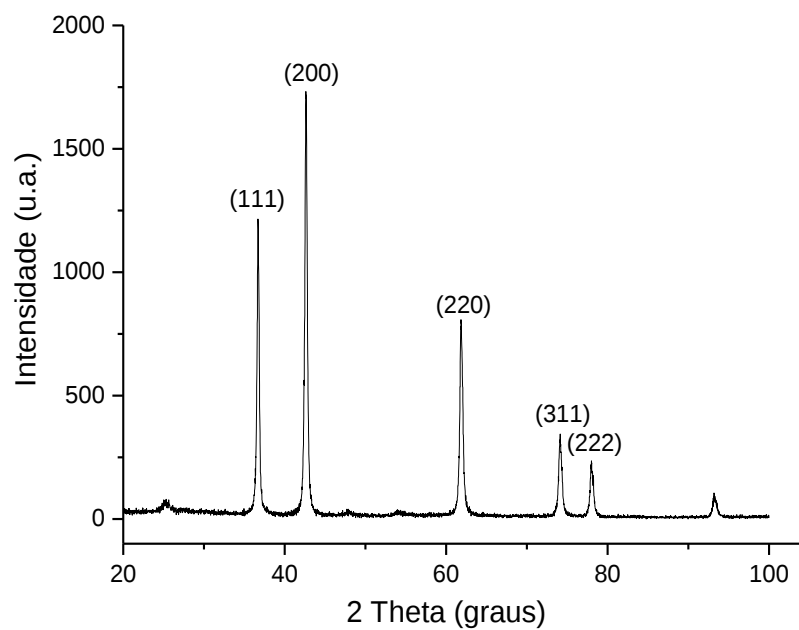
Figura 26 – Distribuição granulométrica por volume (%) das partículas de TiN



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

O difratograma para o TiN é apresentado na Figura 27. Os picos característicos para o pó do reforço apareceram para os ângulos de $2\theta = 36,7^\circ$; $42,6^\circ$; $61,8^\circ$; $74,1^\circ$ e 78° , os quais podem ser indexados à difração de planos (111), (200), (220), (311) e (222), respectivamente, da ficha cristalográfica do TiN, de estrutura cristalina CFC.

Figura 27 – Difração de Raios X do pó de TiN como recebido



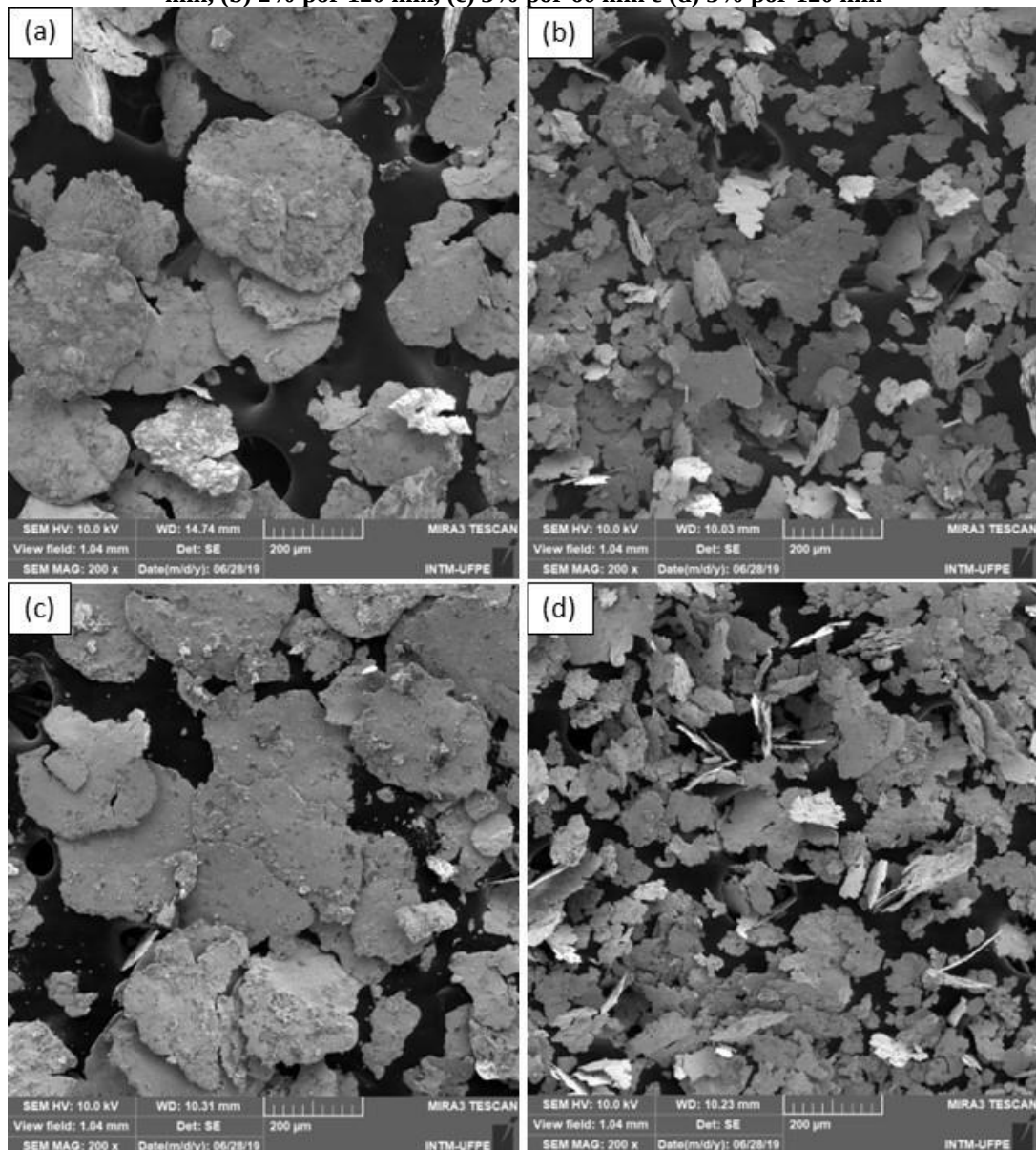
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

4.1.2 Caracterização dos pós compósitos de IN625 reforçados com TiN

Inicialmente, pós compósitos de IN625 reforçados com 2% e 3% de TiN foram obtidos através da técnica de MAE, nos tempos de 60 e 120 min para cada percentual. Essa etapa inicial teve como finalidade estudar o processamento de moagem e suas características, além de determinar o percentual de reforço a ser utilizado no presente estudo e o tempo necessário para incorporação do reforço cerâmico à matriz metálica.

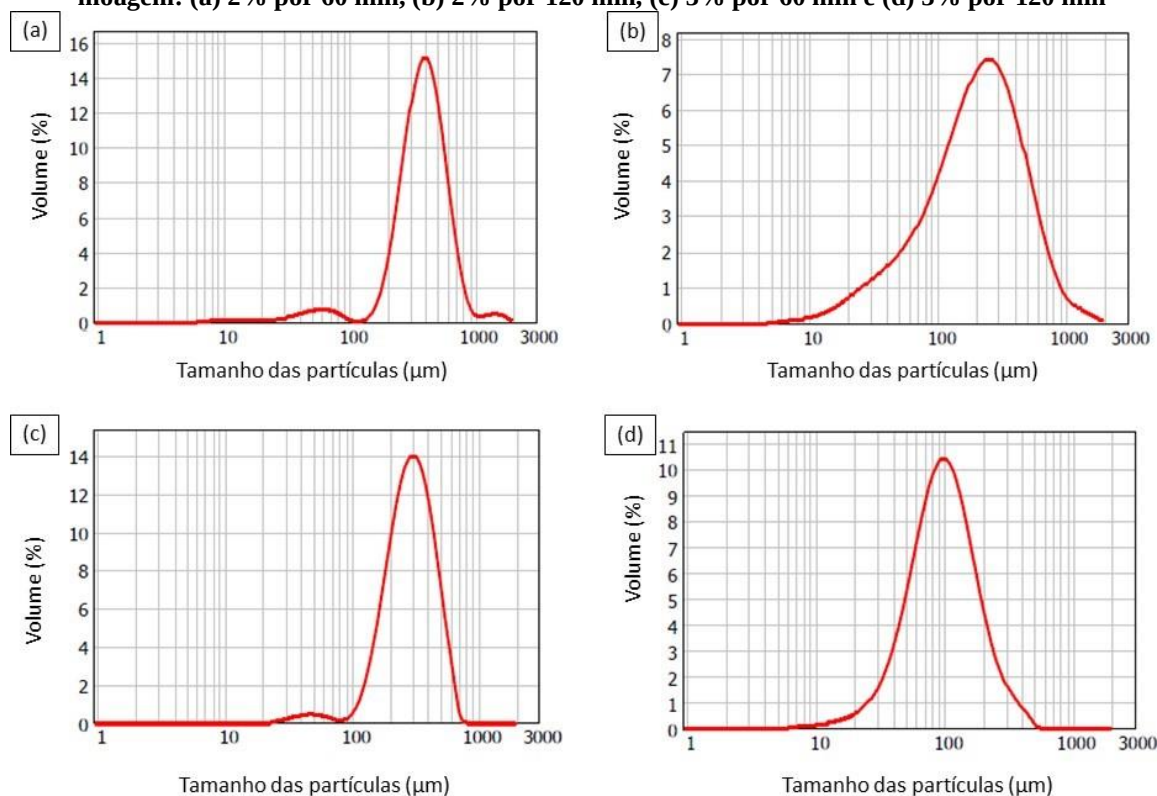
Na Figura 28 estão apresentadas as microscopias destes pós compósitos obtidos por MEV, enquanto na Figura 29 observa-se sua respectiva distribuição granulométrica.

Figura 28 – Evolução morfológica conforme percentual de reforço e tempo de moagem: (a) 2% por 60 min, (b) 2% por 120 min, (c) 3% por 60 min e (d) 3% por 120 min



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Figura 29 – Distribuição do tamanho das partículas para os seguintes percentuais de reforço e tempos de moagem: (a) 2% por 60 min, (b) 2% por 120 min, (c) 3% por 60 min e (d) 3% por 120 min



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

A morfologia esférica original do pó dúctil de IN625 foi modificada pelo processo de MAE devido às colisões contínuas entre as partículas e as esferas, sendo que o tempo de moagem provoca uma significativa diferença na morfologia e tamanho das partículas.

A Figura 28 mostra que, tanto para adição de 2% quanto de 3% de TiN, e para ambos os tempos de moagem, a morfologia da partícula dúctil do IN625, originalmente esférica, foi modificada para uma morfologia laminar, mais achatada e irregular, assim como obtido no estudo de Nascimento (2020) para pós compósitos de liga de alumínio. Essa morfologia é resultante da deformação plástica por um processo de microforjamento e do posterior estágio de soldagem a frio, no qual as partículas frágeis são distribuídas na superfície do material mais mole (NOWOSIELSKI; PILARCZYK, 2005). Isto leva a um fator de empacotamento menor no compósito, apresentando uma menor densidade aparente do pó e um aumento do tamanho médio das partículas em um momento inicial.

Conforme a distribuição das partículas, observa-se que para os dois percentuais de reforço, as curvas foram simétricas em relação ao tamanho médio das partículas ($D_{0,5}$). Apenas para a condição com adição de 2% de TiN pelo tempo de 120 min (Figura 29 (b)) percebe-se uma distribuição assimétrica, com uma leve tendência à direita, região de maior tamanho de

partícula, o que indica que se inicia uma fase de soldagem a frio mais significativa durante a moagem (FAGAGOLO et al., 2003; NASCIMENTO, 2020). Os diâmetros $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$ das partículas para os pós compósitos obtidos estão apresentados na Tabela 17.

Tabela 17 – $D_{0,1}$, $D_{0,5}$ e $D_{0,9}$ em função do percentual de reforço e do tempo de moagem

Pó compósito	Tempo de moagem (min)	$D_{0,1}$ (μm)	$D_{0,5}$ (μm)	$D_{0,9}$ (μm)
IN625 + 2 % TiN	60	213	380	625
IN625 + 2 % TiN	120	50	206	536
IN625 + 3 % TiN	60	162	291	483
IN625 + 3 % TiN	120	43	97	205

Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Primeiramente, pode-se observar que um aumento na quantidade de reforço promoveu uma diminuição no tamanho das partículas, isto é, um refinamento das partículas. Esta mesma tendência foi demonstrada no estudo de Nascimento (2020), para adição de diferentes materiais e percentuais de reforço em uma liga de alumínio. Essa redução no tamanho das partículas em função do aumento no percentual de reforço estaria relacionada a uma menor resistência à fratura da matriz metálica pela adição do reforço cerâmico, aliada à deformação plástica. Isto porque a adição de partículas duras em uma matriz mole promove a geração de defeitos cristalográficos, aumentando as discordâncias e a dureza do compósito. Consequentemente, tornam as partículas mais frágeis e, portanto, mais facilmente quebradas para menores tempos de moagem (HASSANI et al., 2014).

Em relação ao diâmetro médio das partículas originais, sem reforço, de IN625 de 150 μm , pode-se observar que, inicialmente, o processo de moagem promove uma elevação no tamanho das partículas. Com o aumento deste tempo, no entanto, essas partículas tendem a reduzir. Isto ocorre porque para tempos de moagem maiores os efeitos da soldagem são superados pelas fraturas, provocando uma redução dos tamanhos de partículas dos pós (DE LIRA, 2016). Assim, quanto mais prolongado o tempo de moagem, menores seriam os tamanhos de partículas dos pós compósitos obtidos, até que fosse atingido o regime estacionário. A partir deste estágio, no qual a soldagem a frio e a taxa de fratura entram em equilíbrio, não ocorre mais redução no tamanho das partículas (FOGAGNOLO, 2003; NASCIMENTO, 2020).

No entanto, no presente estudo não se fez necessário atingir o estado estacionário, mas apenas a incorporação adequada do reforço cerâmico à matriz metálica, devido à elevada

diferença no tamanho e densidade das partículas. Isto porque, mesmo após atingida a estabilização, as partículas apresentam morfologia laminar, a qual é inadequada para o método de laser *cladding* por injeção contínua dos pós, diante da possibilidade de danos ao equipamento. Desta forma, se faz necessário o processo em duas etapas, com pré-deposição do material de adição no substrato, para a obtenção de revestimentos com os pós compósitos.

Ainda, foi realizada a análise de EDS visando observar a presença do TiN nas partículas de IN625, a fim de embasar a constatação da incorporação do reforço à matriz. As Figuras 30, 31, 32 e 33 apresentam os resultados desta análise para as adições de 2% e 3% de TiN.

Figura 30 – Análise de EDS no pó compósito para a condição com adição de 2% de TiN e tempo de moagem de 60 min

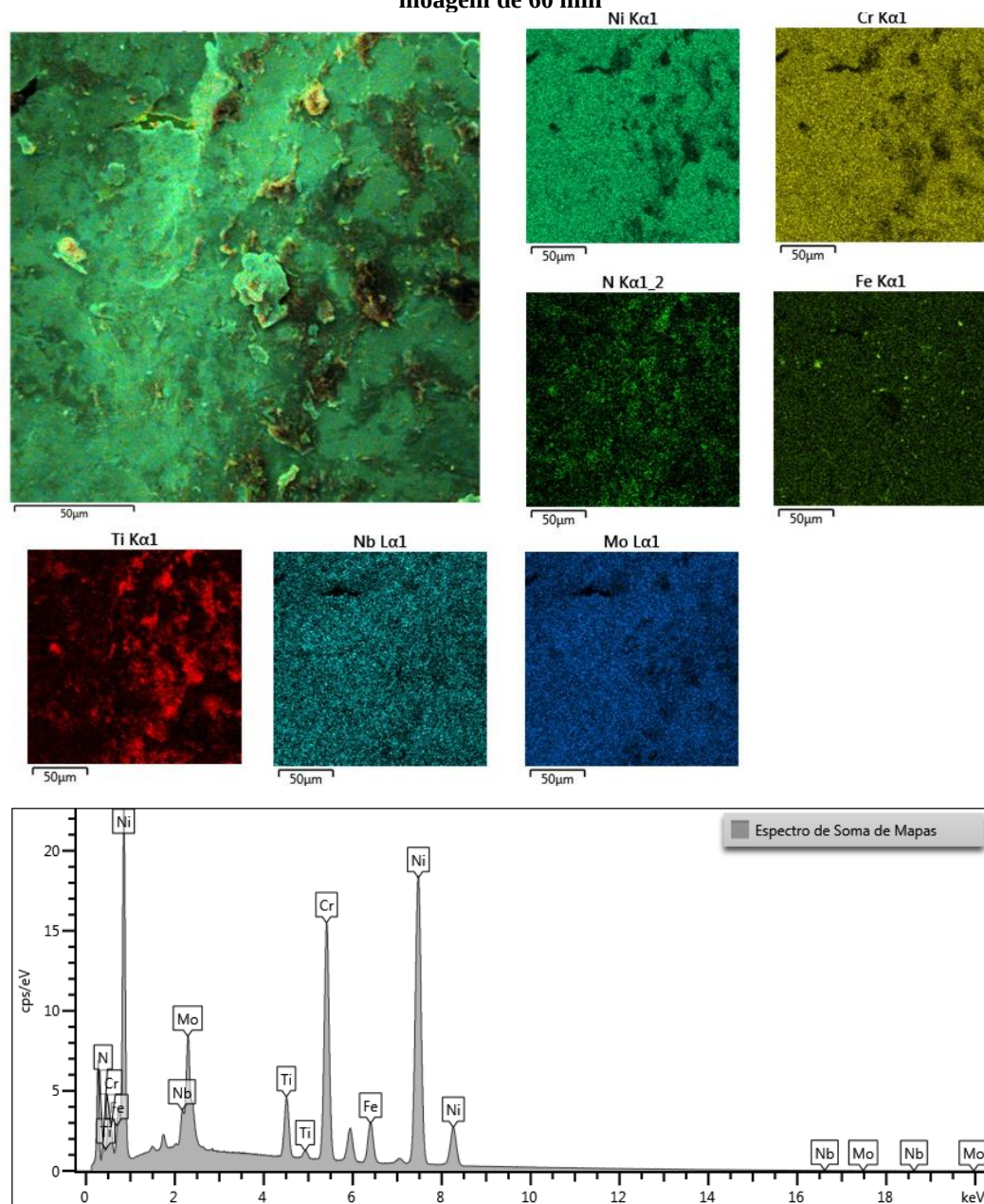
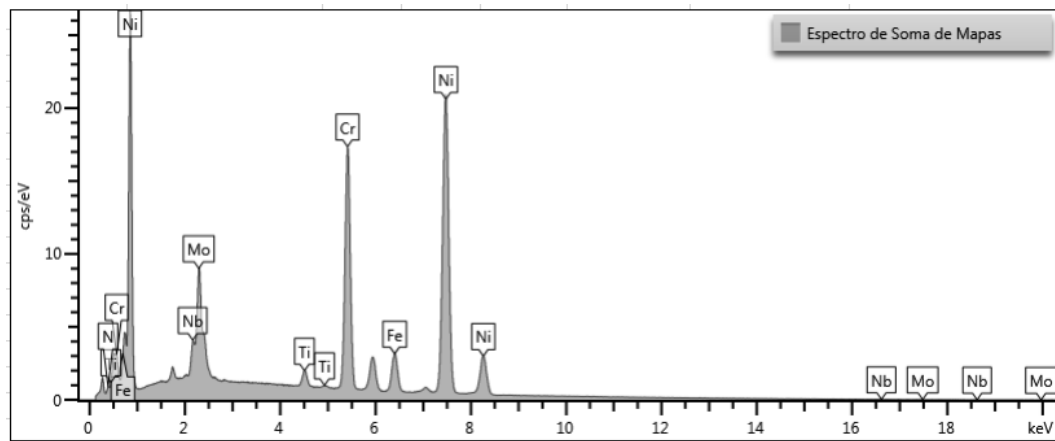
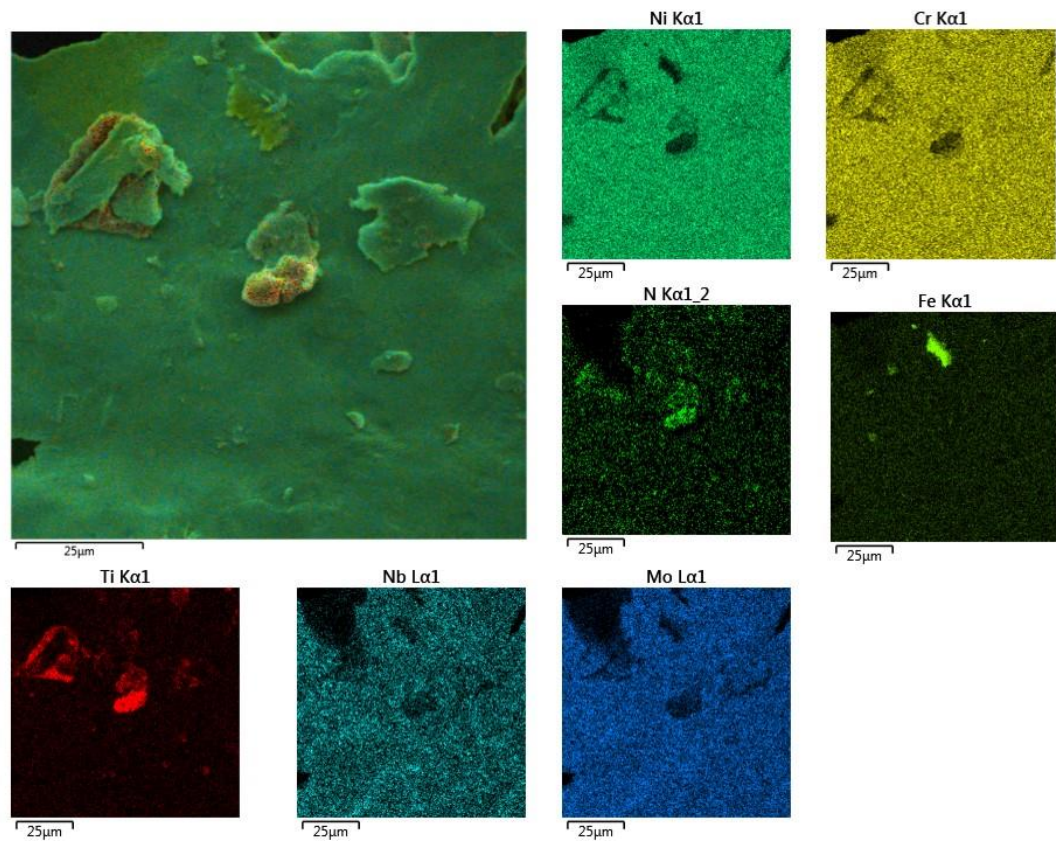
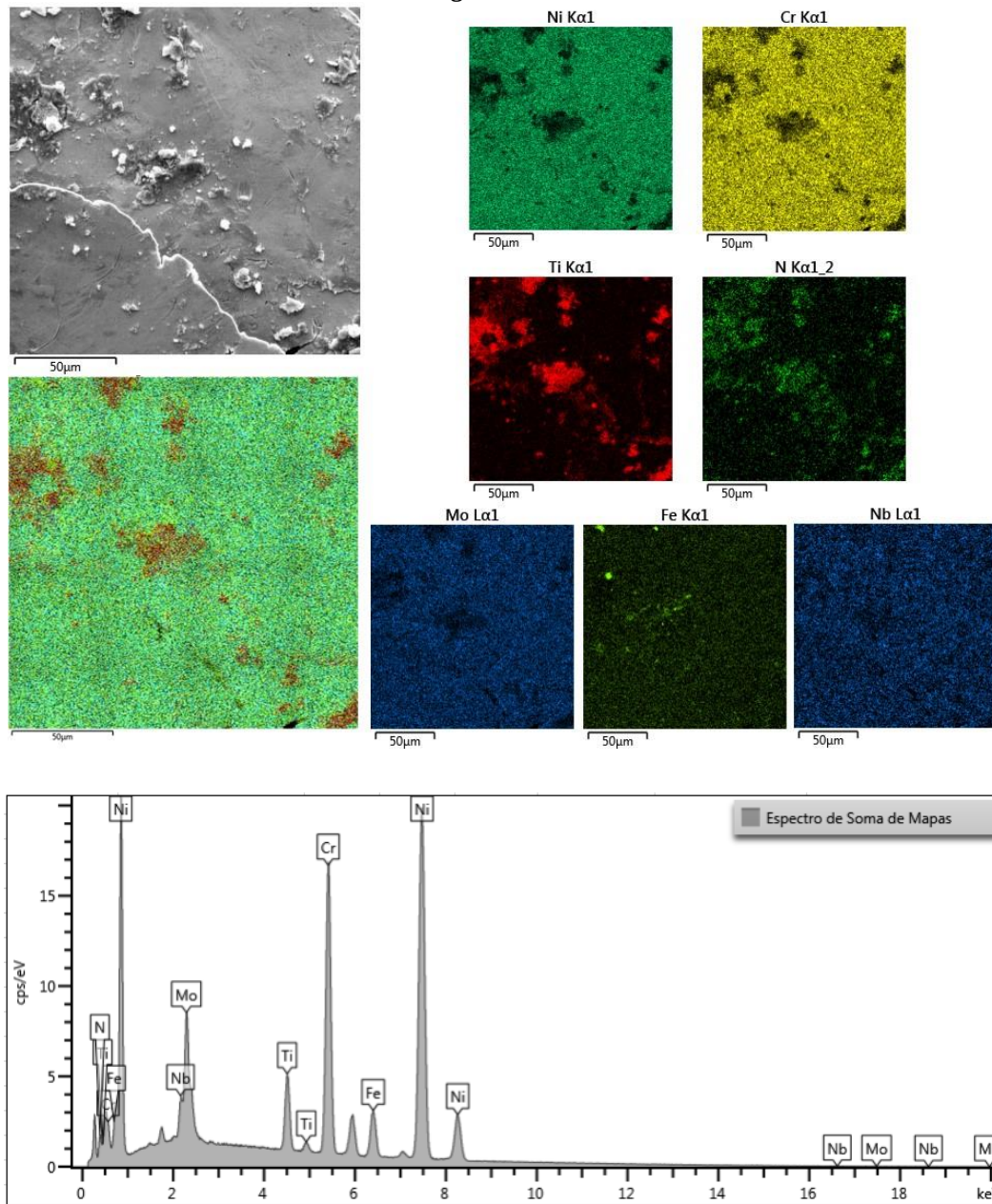


Figura 31 – Análise de EDS no pó compósito para a condição com adição de 2% de TiN e tempo de moagem de 120 min



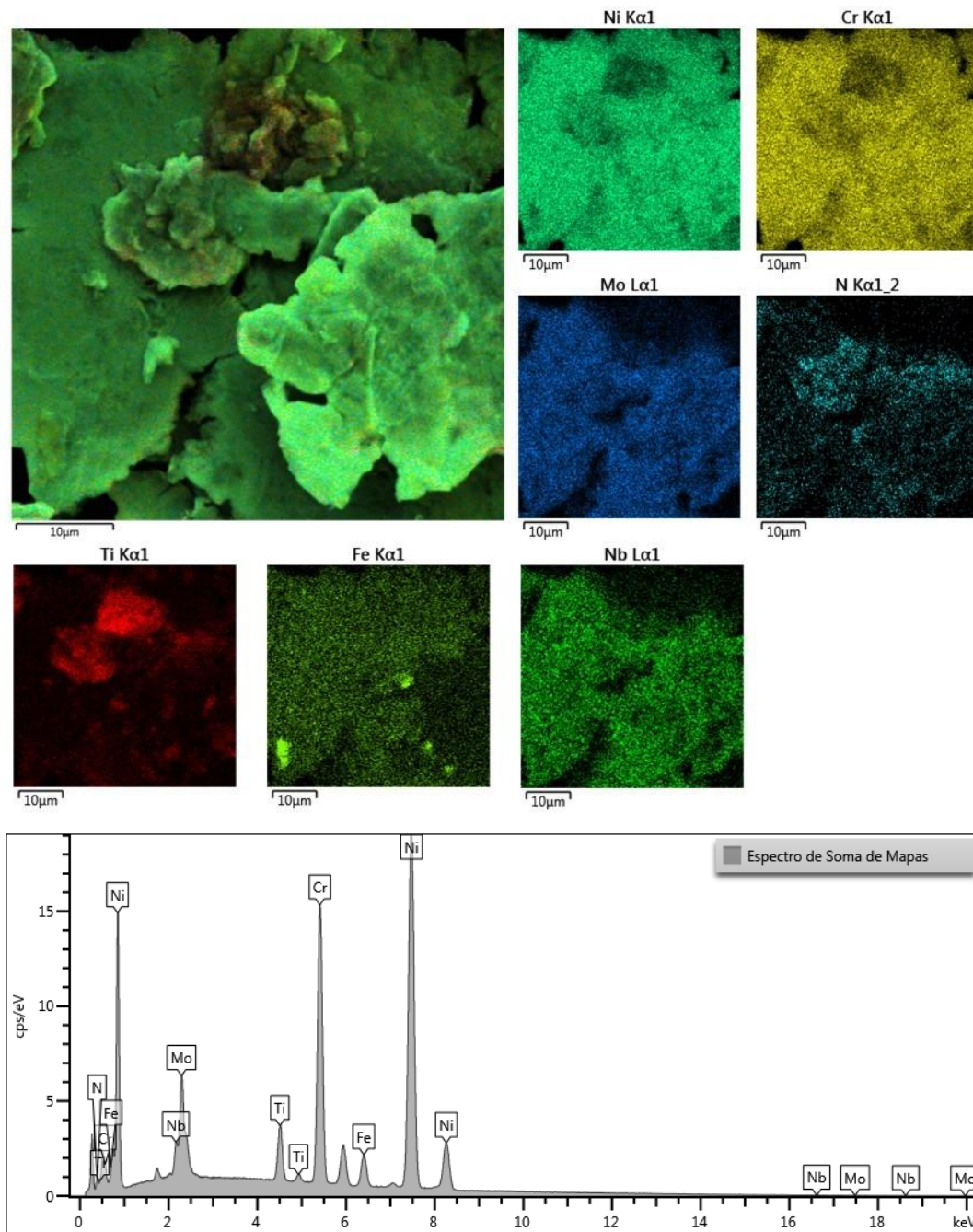
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Figura 32 – Análise de EDS no pó compósito para a condição com adição de 3% de TiN e tempo de moagem de 60 min



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Figura 33 – Análise de EDS no pó compósito para a condição com adição de 3% de TiN e tempo de moagem de 120 min



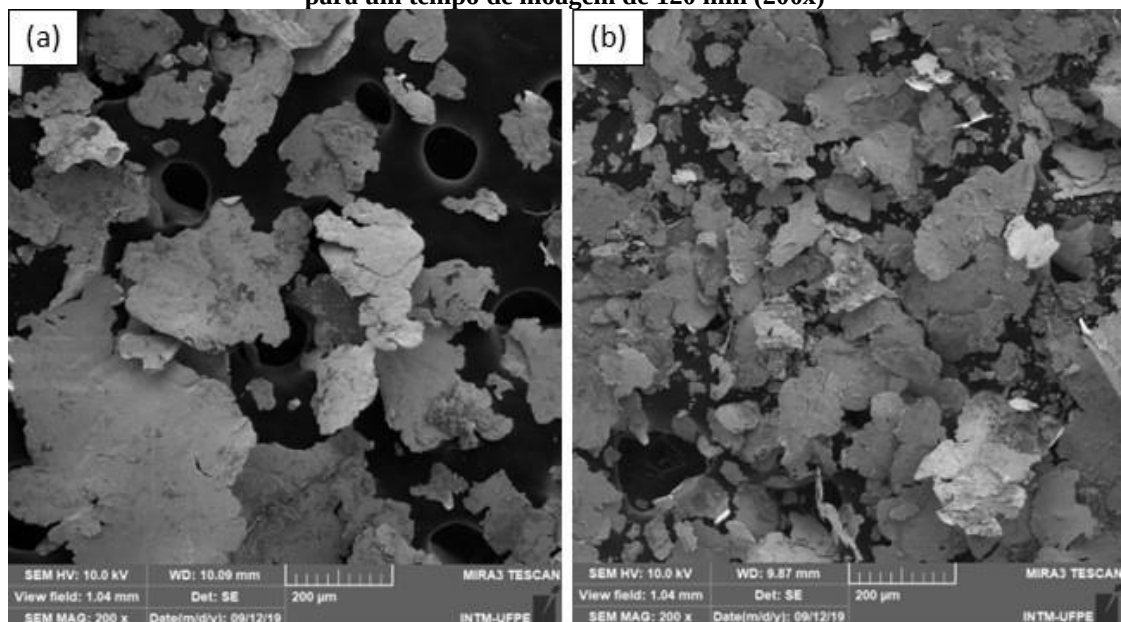
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Observa-se a presença majoritária do níquel e cromo, que compõem a matriz de IN625, além de outros elementos de liga, como molibdênio, ferro e nióbio. Percebe-se que as partículas de TiN foram incorporadas à superfície do IN625, além da presença dos picos deste elemento nos espectros de microanálise de EDS. Ainda, pode-se observar que a concentração de incorporação das partículas de TiN aumenta com o percentual de reforço adicionado. Entretanto, não há uma distribuição uniforme dessas partículas de reforço na matriz metálica.

Devido aos baixos percentuais de TiN adicionados inicialmente, sua distribuição não uniforme e a impossibilidade de confirmação de incorporação daqueles percentuais via DRX, o reforço de TiN foi adicionado à matriz de IN625 em percentuais de 5% e 10%. Assim, buscou-se garantir uma maior quantidade de partículas de TiN incorporadas ao IN625, como forma de melhorar as propriedades do pó composto e, conseqüentemente, do revestimento a ser depositado. Neste momento, foi utilizado apenas o tempo de moagem de 120 min, visando possibilitar uma maior incorporação das partículas.

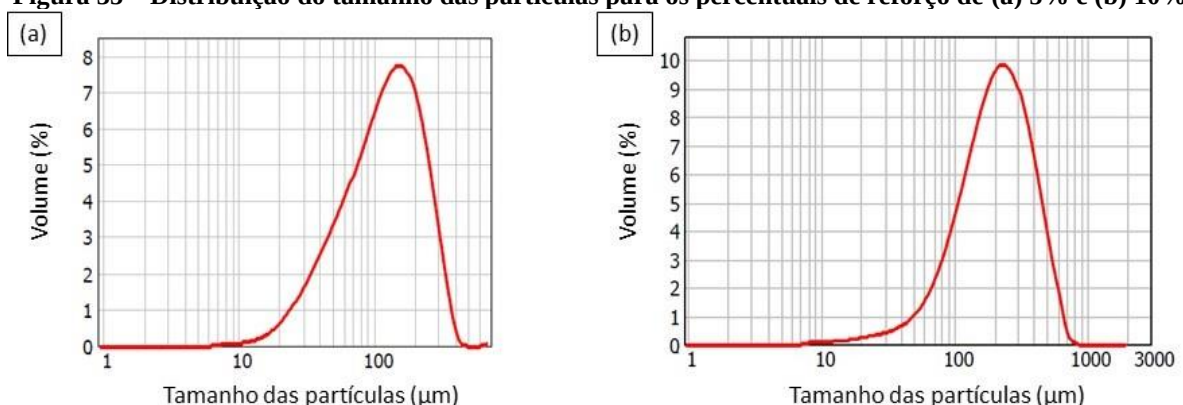
Na Figura 34 é apresentada a morfologia dos pós compostos com adição de 5% e 10% de TiN produzidos através da MAE por 120 min e na Figura 35 a respectiva distribuição granulométrica por volume.

Figura 34 – Imagens obtidas no MEV do IN625 com adição de TiN nos percentuais de (a) 5% e (b) 10% para um tempo de moagem de 120 min (200x)



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Figura 35 – Distribuição do tamanho das partículas para os percentuais de reforço de (a) 5% e (b) 10%



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

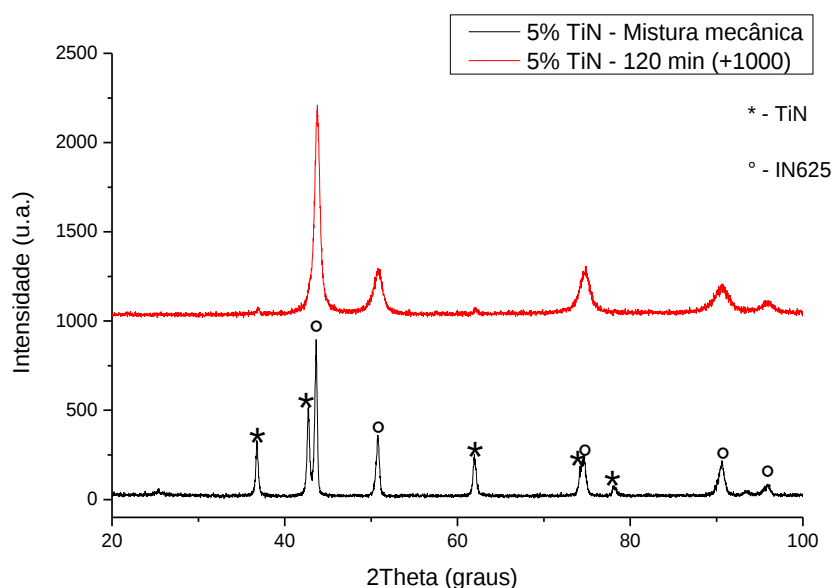
A morfologia dos pós compósitos com adição dos percentuais de 5% e 10% de reforço de TiN à matriz de IN625 se manteve semelhante às adições de 2% e 3%, apresentando uma morfologia laminar, irregular e achatada, em virtude das sucessivas deformações a que os pós estão sujeitos no processo de moagem.

Não obstante tenha sido observado uma redução do tamanho da partícula com o aumento do percentual adicionado de reforço para os menores percentuais de reforço, conforme apresentado na Tabela 17, esta tendência não pôde ser observada para as adições com maiores percentuais. Assim, após peneiramento, foram encontrados diâmetros médios equivalentes ($D_{0,5}$) de 145 μm para a adição de 5% e 210 μm para 10% de TiN.

O aumento do tamanho da partícula com o percentual de reforço pode estar associado a dois fenômenos. Primeiramente, para os percentuais de 5% e 10% de TiN foram elaboradas maiores quantidades de pó compósito, de forma que possivelmente houve uma menor eficiência da mistura moída pela razão quantidade de pó e tamanho da jarra. Ainda, pode acontecer de a partir de um certo percentual de adição de reforço, com a diminuição das partículas fragmentadas ocorre uma maior aglomeração, aumentando assim a resistência à fratura das partículas da matriz metálica (TORRES, 2009).

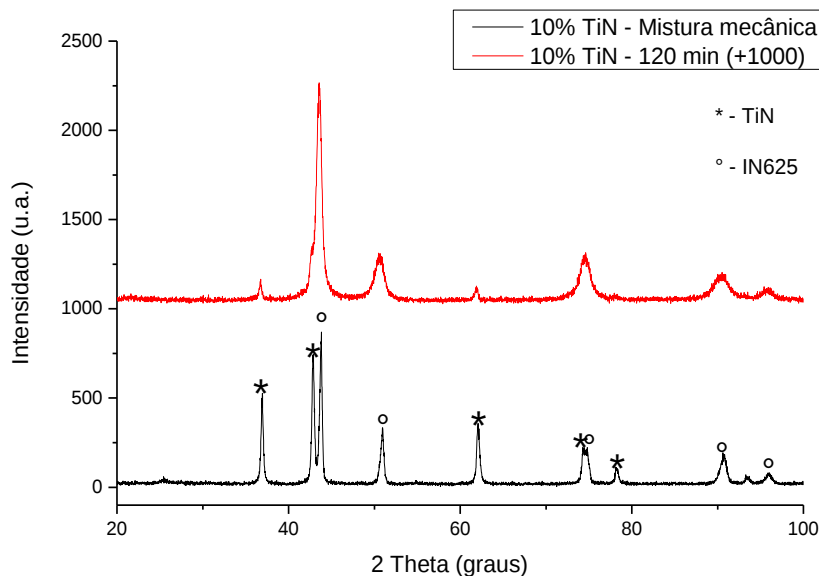
Para verificar a capacidade de detecção do DRX dos percentuais de reforço utilizados e a incorporação deste à matriz, além dos difratogramas dos pós processados pela MAE, também foram obtidos difratogramas dos pós misturados apenas mecanicamente, nos mesmos percentuais, estando apresentados conjuntamente nas Figuras 36 e 37.

Figura 36 – Difratogramas obtidos por DRX dos pós de IN625 com adição de 5% de TiN para a mistura mecânica e para a MAE com um tempo de 120 min



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Figura 37 – Difratomogramas obtidos por DRX dos pós de IN625 com adição de 10% de TiN para a mistura mecânica e para a MAE com um tempo de 120 min



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

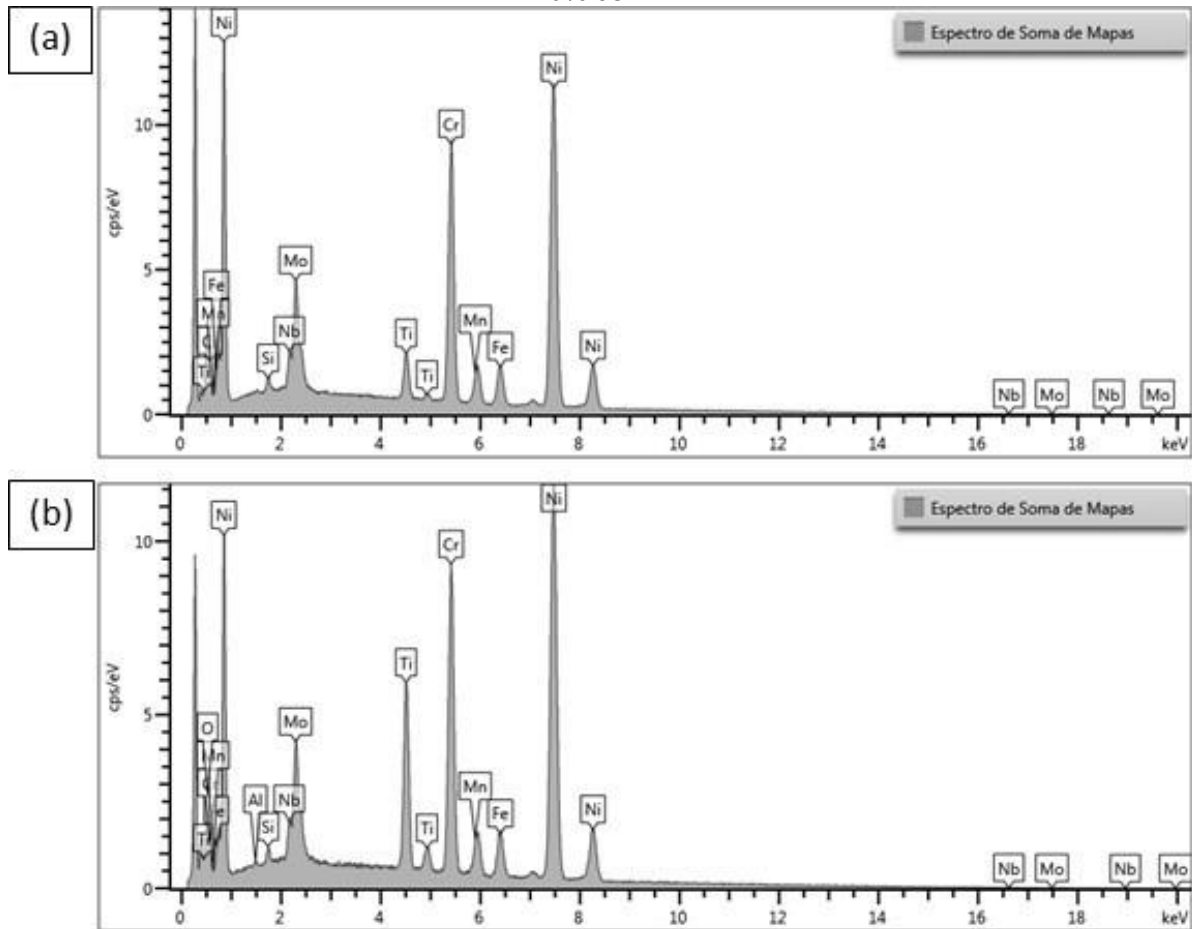
Para a mistura mecânica dos pós, nos dois percentuais de reforço, percebe-se facilmente a presença dos picos característicos tanto da matriz metálica de IN625 quanto do reforço de TiN, o que confirma a capacidade de detecção do equipamento para os percentuais aplicados das partículas nanométricas do reforço utilizado.

Ao realizar a moagem dos pós, observa-se uma redução considerável dos picos de TiN em relação à mistura mecânica, de forma que os picos mais significativos encontrados são os referentes à matriz de IN625. Desta forma, indica-se que o reforço de TiN foi bem incorporado à matriz metálica pelo processo de MAE para um tempo de 120 min. Ainda, percebe-se que há um ligeiro aumento da intensidade dos picos característicos do reforço conforme aumento na sua concentração.

A microanálise de EDS permite ainda verificar a presença dos elementos que compõem o reforço cerâmico e confirmar a incorporação do reforço à matriz através da MAE. Assim, o espectro de microanálise de EDS foi realizado como técnica complementar e está apresentado nas Figuras 38 (a) e (b), para as adições de 5% e 10% de reforço de TiN na matriz de IN65, respectivamente.

É possível observar a presença dos picos dos elementos Ti e N, o que confirma a incorporação do reforço de TiN à superfície da matriz de IN625. Ainda, observa-se que esses picos são tão maiores quanto maior a concentração de TiN adicionada, o que indica que um maior percentual de reforço está sendo incorporado.

Figura 38 – Espectro de microanálise de EDS para pós compósitos de IN625 reforçados com (a) 5% e (b) 10% de TiN



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

4.2 DEPOSIÇÃO DE CORDÕES ISOLADOS

A fim de estudar o comportamento dos parâmetros do processo e sua influência sobre as características dos revestimentos, inicialmente foram feitas deposições de cordões individuais de IN625.

4.2.1 Taxa de alimentação do pó

Na deposição coaxial faz-se uso de um alimentador de pó, cujo parâmetro a ser introduzido no equipamento é a velocidade de rotação do prato giratório (rpm), a qual está diretamente relacionada com a taxa de alimentação do pó. Assim, a fim de se ter uma noção da quantidade de material sendo depositado, se faz necessário avaliar a sua vazão, que é função da morfologia e da densidade do pó utilizado. Para o IN625, tem-se uma morfologia da partícula esférica e densidade média de 8.44 g/cm³.

A velocidade de rotação imprimida leva a diferentes taxas de alimentação. Desta forma, para se obter a curva de calibração do IN625 para a deposição coaxial, 5 (cinco) condições de rotação foram utilizadas, tendo sido feitas as medições durante o tempo de 120 s e aplicando uma vazão constante de gás de arraste de 7 slpm (a qual está sendo mantida constante no presente estudo). As taxas de alimentação medidas do IN625 estão apresentadas na Tabela 18 e o respectivo gráfico na Figura 39.

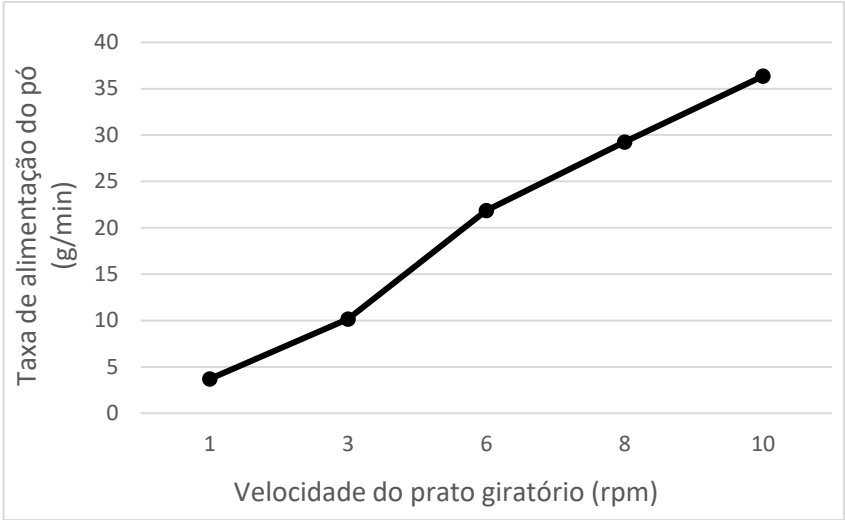
É possível notar que a taxa de alimentação apresenta um comportamento linear em relação à rotação imprimida ao prato giratório, a qual vai desde 3,7 g/min para 1 rpm até 36,3 g/min para uma rotação de 10 rpm. Desta forma, a curva poderia ser extrapolada, estimando os valores para outros valores de velocidade do prato giratório. Assim, foram utilizadas as velocidades de rotação de 6, 8 e 10 rpm no presente estudo, o que indica taxas de alimentação do pó de aproximadamente 22, 30 e 36 g/min.

Tabela 18 –Taxa de alimentação do pó de IN625 conforme rotação do alimentador de pó

Velocidade do prato giratório (rpm)	Taxa de alimentação do pó (g/min)
1	3,70
3	10,15
6	21,85
8	29,25
10	36,35

Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Figura 39 – Gráfico da taxa de alimentação do pó de IN625 em função da rotação do alimentador de pó

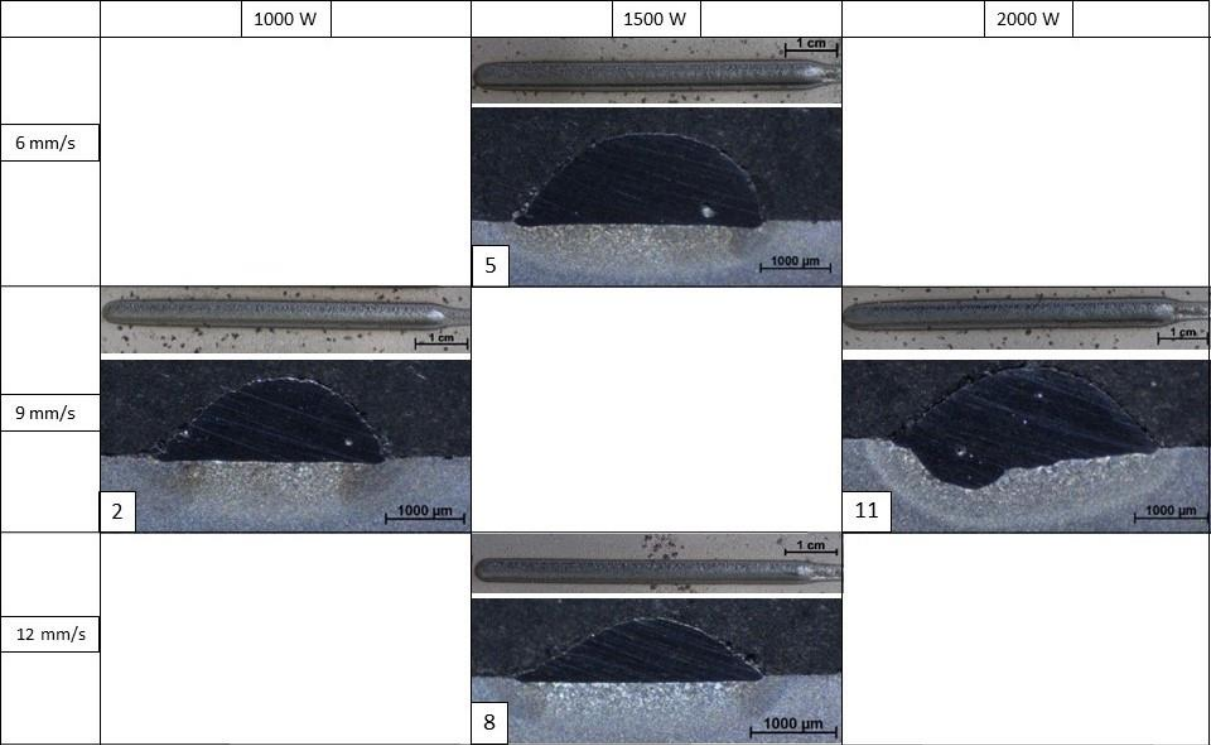


Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

4.2.2 Seção transversal e características geométricas dos cordões isolados

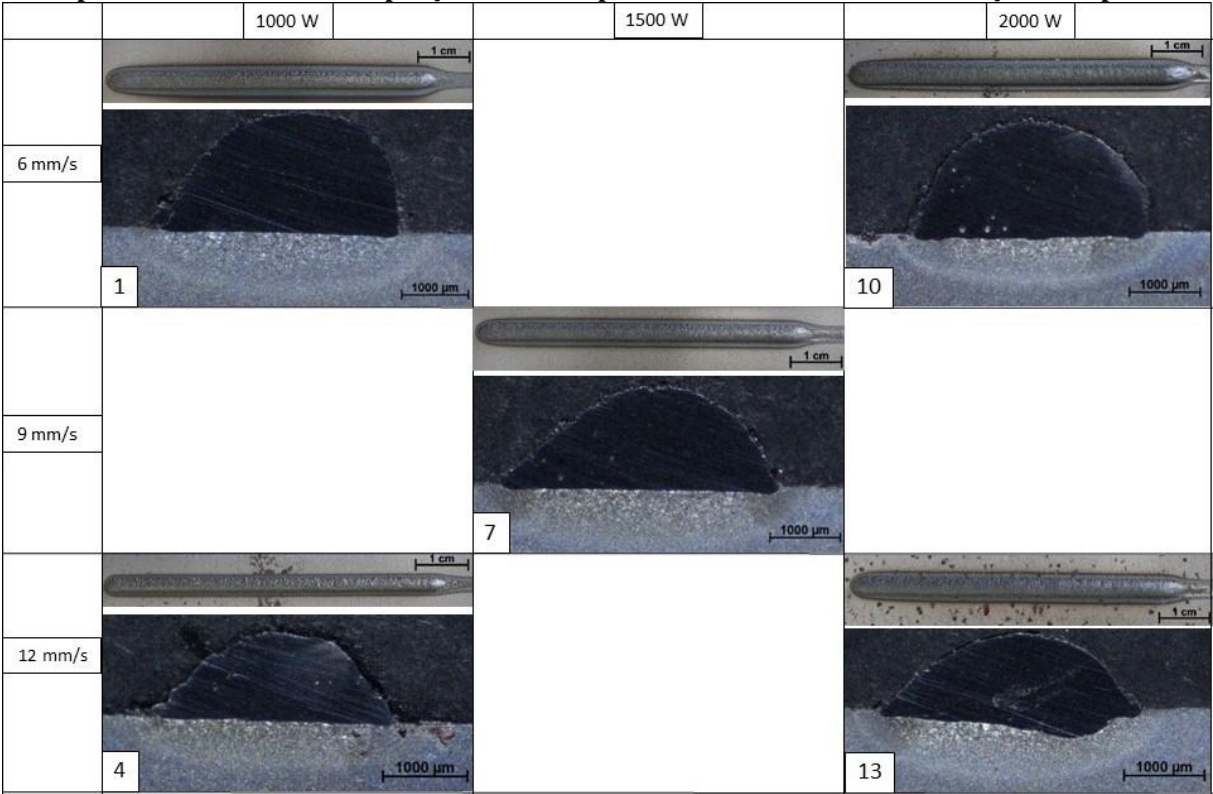
Conforme a matriz de experimentos apresentada na Tabela 13, as superfícies de topo e as macrografias das seções transversais dos cordões únicos, depositados por laser *cladding*, foram obtidas e estão apresentadas nas Figuras 40, 41 e 42, conforme as velocidades de rotação do prato giratório imprimidas no estudo.

Figura 40 – Superfície de topo do cordão e a respectiva seção transversal para os diferentes valores de potência e velocidade de deposição, indicados pelo número da amostra, com rotação de 6 rpm



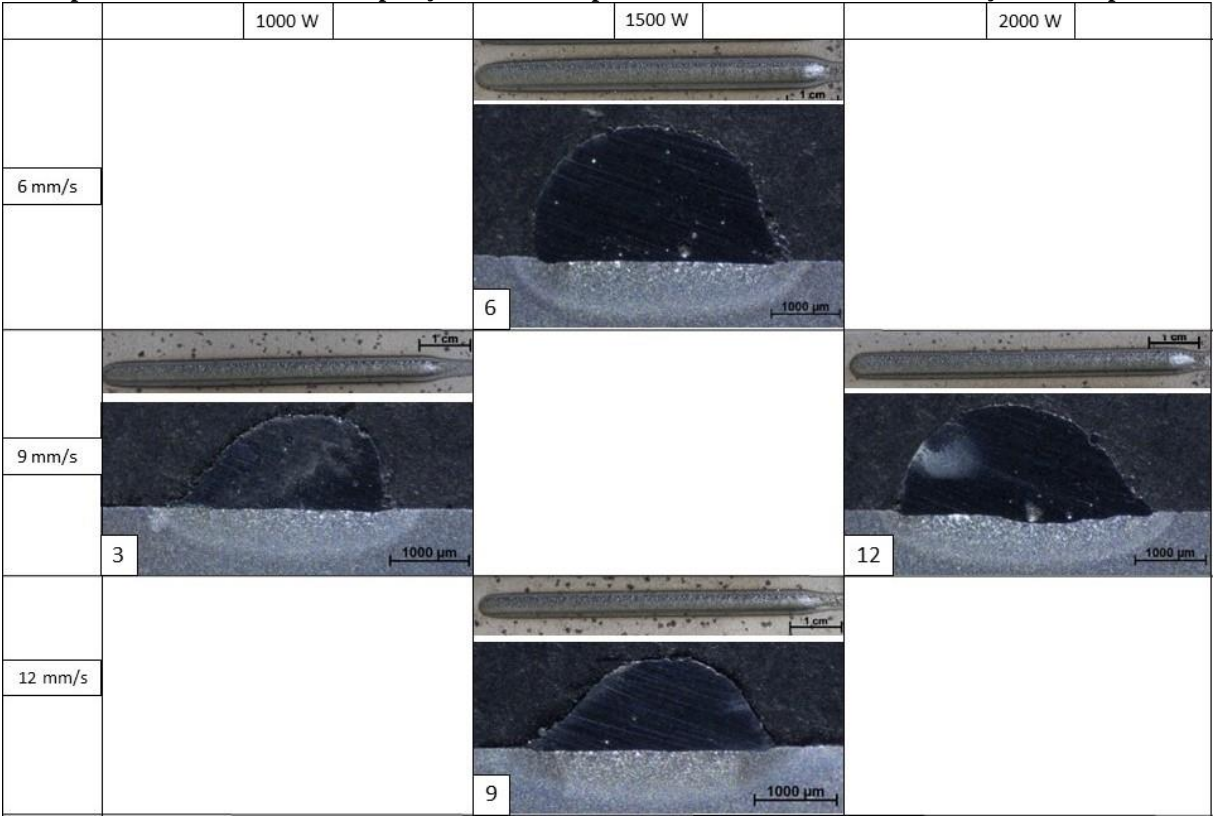
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Figura 41 – Superfície de topo do cordão e a respectiva seção transversal para os diferentes valores de potência e velocidade de deposição, indicados pelo número da amostra, com rotação de 8 rpm



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Figura 42 – Superfície de topo do cordão e a respectiva seção transversal para os diferentes valores de potência e velocidade de deposição, indicados pelo número da amostra, com rotação de 10 rpm

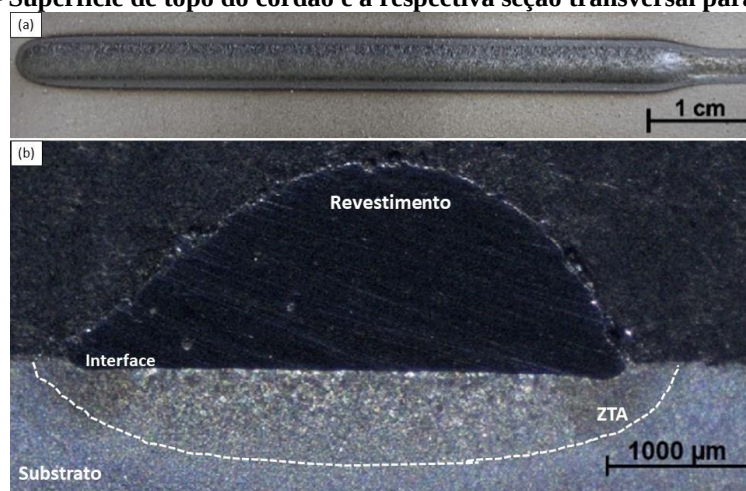


Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Observa-se que todos os parâmetros utilizados permitiram a fusão do pó de IN625 e a ligação do revestimento ao substrato, sem a presença de trincas transversais e ausência de defeitos superficiais. Assim, as superfícies homogêneas ao longo do cordão foram obtidas, sem descontinuidades, sem trincas e com rugosidade superficial característica do processo.

Na Figura 43 está apresentada a superfície de topo e a respectiva seção transversal da amostra central (de número 7), com ênfase nas regiões formadas pelo processamento.

Figura 43 – Superfície de topo do cordão e a respectiva seção transversal para a amostra 7



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Podem ser facilmente distinguidas a formação de três regiões durante a deposição por laser *cladding*: o revestimento, a zona termicamente afetada (ZTA) e o substrato não afetado. A ZTA é a região logo abaixo da interface do revestimento com o substrato, a qual não sofreu o processo de fusão, mas devido ao calor gerado pelo processo, sua microestrutura e suas propriedades são alteradas, sendo importante o controle da sua extensão. Em comparação aos processos convencionais de soldagem, como PTAW, GMAW e GTAW, a deposição por laser *cladding*, por fornecer uma quantidade muito concentrada e limitada de calor, resulta em uma pequena ZTA, o que é uma característica importante desse processo.

Para a combinação de alguns parâmetros foi observada a presença de poros nos cordões isolados, apesar de seu percentual em volume ter sido consideravelmente baixo. Este mesmo comportamento foi reportado nas pesquisas desenvolvidas por Miranda, Borges e Quintino (2008), Sun et al. (2019) e Figueiredo (2019), para diferentes materiais de adição, sendo a formação de porosidades um fenômeno frequente no processamento por laser *cladding*.

Embora Lopes (2018) tenha encontrado que para a deposição de um aço inoxidável martensítico o aumento na presença de poros nos cordões estaria associado com uma elevada potência do laser em relação a uma baixa taxa de deposição, em função do maior

sobreaquecimento do substrato, esta correlação não pôde ser observada no presente estudo. A formação de poros estaria basicamente relacionada, então, com os gases presos no cordão durante o processo de solidificação, conforme obtido por Figueiredo (2019).

Para determinação das condições adequadas a fim de se obter uma camada de revestimento com boa qualidade, é imprescindível que os níveis de diluição sejam baixos, mas suficientes para haver uma boa aderência entre o revestimento e o substrato. Embora algumas deposições tenham apresentado níveis de diluição muito baixos, todos os parâmetros utilizados no presente estudo apresentaram coalescência entre o revestimento e o substrato.

Outro output relevante na análise da qualidade dos depósitos é a molhabilidade, isto é, a convexidade do cordão conforme a razão entre altura e largura (A/L), sendo necessário obter baixos valores desta razão. Através das seções transversais apresentadas, percebe-se com clareza que alguns cordões não apresentaram uma relação A/L adequada, apresentando um elevado ângulo de contato (α). Dentre elas, destacam-se as amostras de número 1, 3, 6, 10 e 12.

A partir das macrografias das seções transversais, as características geométricas dos cordões isolados foram medidas e seus valores estão apresentados na Tabela 19.

Tabela 19 – Resultados de altura (A), profundidade fundida do substrato (PR), largura (L), razão A/L e diluição (D) dos cordões isolados, de acordo com a potência do laser (P), velocidade de deposição (V) e rotação do prato giratório (R)

Amostra	P (W)	V (mm/s)	R (rpm)	A (mm)	PR (mm)	L (mm)	A/L	D (%)
1	1000	6	8	1,41	0,06	2,81	0,50	2,5
2	1000	9	6	0,91	0,05	2,65	0,34	5,6
3	1000	9	10	1,24	0,05	2,64	0,47	1,9
4	1000	12	8	0,85	0,04	2,26	0,38	2,9
5	1500	6	6	1,20	0,10	3,42	0,35	5,6
6	1500	6	10	1,83	0,07	3,30	0,55	1,6
7	1500	9	8	1,17	0,07	3,04	0,38	2,8
				1,13	0,07	3,17	0,36	5,0
				1,20	0,06	3,04	0,39	3,2
8	1500	12	6	0,70	0,06	2,98	0,23	10,5
9	1500	12	10	1,10	0,06	3,00	0,37	4,8
10	2000	6	8	1,73	0,11	3,63	0,48	5,5
11	2000	9	6	0,97	0,58	3,44	0,28	30,5
12	2000	9	10	1,41	0,15	3,41	0,41	7,1
13	2000	12	8	0,96	0,40	3,30	0,29	23,0

Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

4.2.3 Influência dos parâmetros do processo

Na literatura podem ser encontrados diversos estudos (TELASANG et al., 2014; SCHNEIDER, 1998; SUN et al., 2019; WENG et al., 2017) que foram realizados com o propósito de avaliar os efeitos dos parâmetros do processo sobre as características de cordões depositados por laser *cladding*. No entanto, em sua maioria, os estudos foram desenvolvidos apenas de forma experimental sem o desenvolvimento de um estudo sistemático utilizando um planejamento experimental (DoE). Através do DoE, pode-se produzir resultados com um reduzido número de experimentos e um alto grau de confiabilidade.

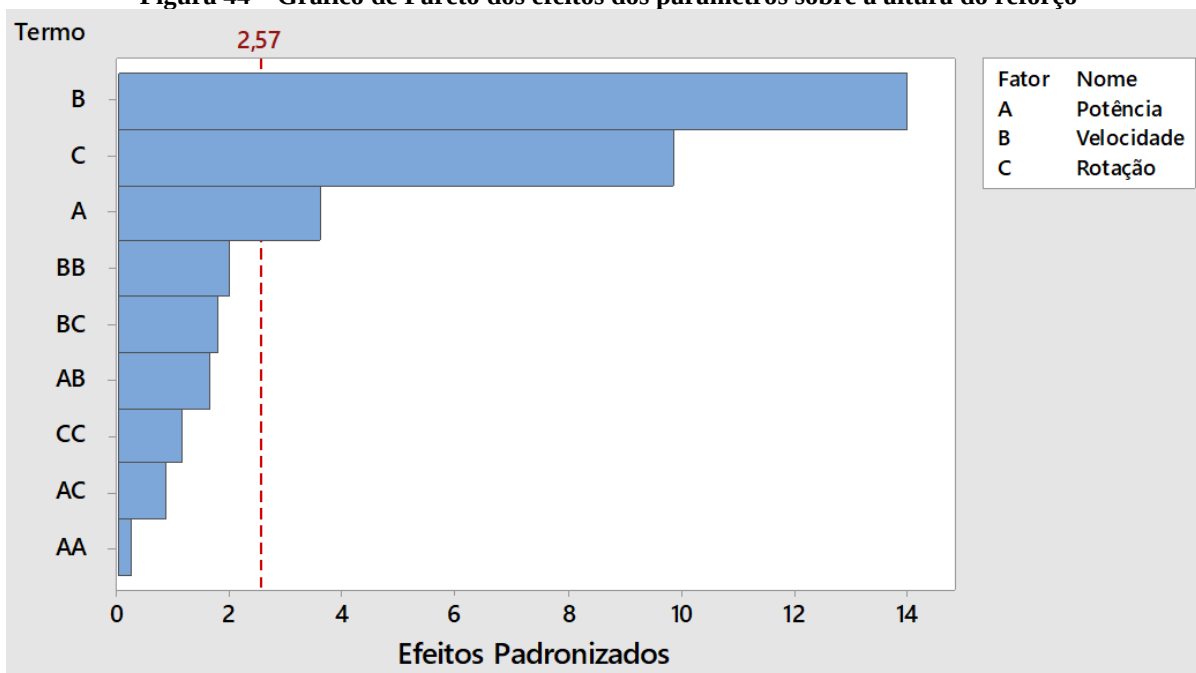
Através dos resultados apresentados na Tabela 19, a influência dos fatores de controle (parâmetros do processo) sobre as variáveis de resposta (características dos cordões depositados) foi determinada por recurso estatístico através da análise de variância (ANOVA). Os fatores de controle são considerados estatisticamente relevantes no comportamento das variáveis de resposta quando seu nível de significância for menor que 0,05, isto é, quando estes apresentarem grau de confiabilidade de 95%. Apesar da taxa de alimentação do pó (g/min) ser um dos parâmetros relevantes do processo, a velocidade de rotação do prato giratório (rpm) foi utilizada como fator de controle nas análises por ser o valor introduzido diretamente no equipamento.

4.2.3.1 Efeito sobre a geometria do cordão

A partir dos resultados da ANOVA para a espessura do reforço como variável de resposta (APÊNDICE A), foi obtido o gráfico de Pareto apresentado na Figura 44. Este gráfico mostra os valores absolutos dos efeitos padronizados desde o maior efeito até o menor efeito, sendo possível observar a linha de referência (em vermelho) para sinalizar os efeitos que são estatisticamente significantes, a qual é dependente do nível de significância adotado no modelo.

Os resultados indicaram que a potência do laser, a velocidade de deposição e a rotação do prato giratório (i.e., taxa de deposição) são estatisticamente significativos na altura do reforço ao nível de significância de 0,05 para os termos do modelo. O gráfico indica ainda que a velocidade de deposição é o parâmetro com maior magnitude, sendo considerado o de maior importância na determinação da espessura do cordão. Em seguida, aparece a rotação do prato giratório e, por último, a potência do laser se apresenta como o parâmetro de menor influência na altura do depósito (DE HOSSON et al., 2009; GRAF et al., 2013). Assim, pode-se afirmar que a altura do cordão depende basicamente da razão entre a taxa de alimentação e a velocidade de deposição (DE OLIVEIRA; OCELIK; DE HOSSON, 2005).

Figura 44 – Gráfico de Pareto dos efeitos dos parâmetros sobre a altura do reforço



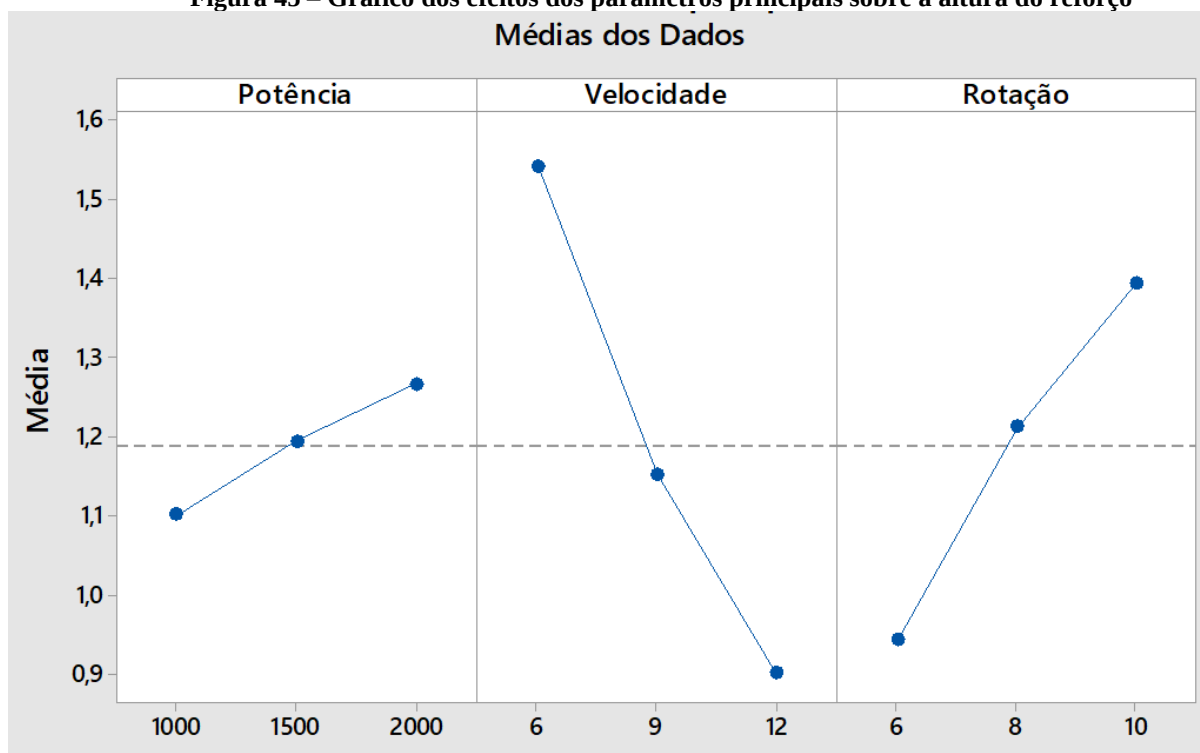
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Através do gráfico de Pareto, no entanto, não é possível determinar quais efeitos aumentam ou diminuem as variáveis de resposta. Assim, na Figura 45 é apresentada a variação da altura do reforço em função dos três parâmetros principais do processo estudados. O efeito de um fator é a mudança sofrida pela variável resposta quando se passa de um nível mais baixo para um nível mais alto.

A potência do laser, embora menos significativa em relação aos outros dois parâmetros quanto à altura do cordão, apresenta uma relação diretamente proporcional àquela. Isto é, um aumento na potência aplicada leva a maiores espessuras de cordão. Essa tendência está relacionada ao fato de que a energia efetiva utilizada no processo é afetada de maneira relevante pela potência do laser, apresentando uma relação direta. Desta forma, ao elevar a potência aplicada, maior será o aporte térmico gerado, promovendo uma maior eficiência na fusão dos póis sendo depositados e, conseqüentemente um aumento na espessura da camada é observado (LOPES, 2018).

Por outro lado, a altura do reforço diminui com o aumento da velocidade de deposição. Essa tendência ocorre porque, para uma potência e taxa de deposição constantes, uma maior velocidade promove uma menor quantidade de material de adição sendo fornecida por unidade de área, além de um fornecimento de menor aporte térmico para fusão dos póis, de forma que uma menor altura é atingida. Esta mesma tendência também foi relatada nos estudos desenvolvidos por Fathi et al. (2006), Souto (2013), Bax et al. (2018) e Figueredo (2019).

Figura 45 – Gráfico dos efeitos dos parâmetros principais sobre a altura do reforço
Médias dos Dados



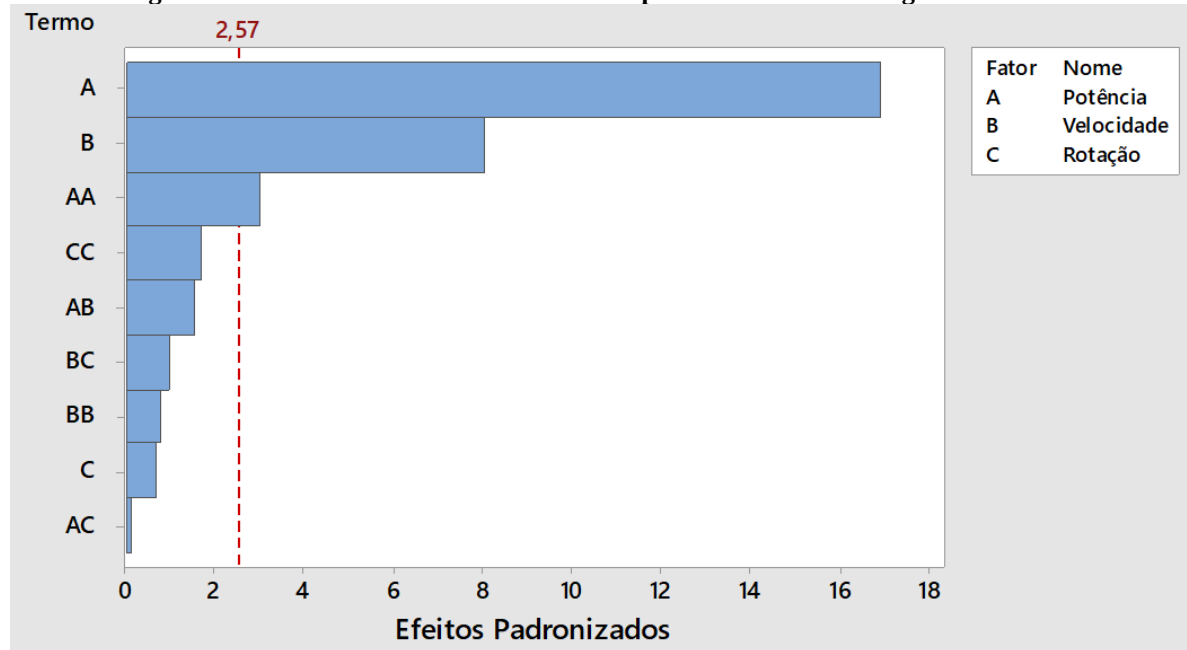
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Por fim, ao aumentar a velocidade de rotação do prato giratório, há um aumento na taxa de deposição do material de adição e uma elevação na altura do reforço é observada. Essa tendência ocorre como consequência do fato da taxa de deposição não ter influência na energia de soldagem gerada durante o processamento por laser *cladding*, a qual contribuiria para uma diminuição da viscosidade do fluido, de forma que ele não apresentaria um aumento tão significativo na altura do depósito. Visto que a viscosidade do fluido não é alterada, a altura do cordão tende a aumentar (BAX et al., 2018).

Com relação à largura do reforço como variável de resposta, através dos resultados da ANOVA (APÊNDICE B), o gráfico de Pareto dos efeitos padronizados dos parâmetros sobre a largura dos cordões está apresentado na Figura 46. Na Figura 47 mostram-se os efeitos dos parâmetros principais do processo sobre a largura do reforço.

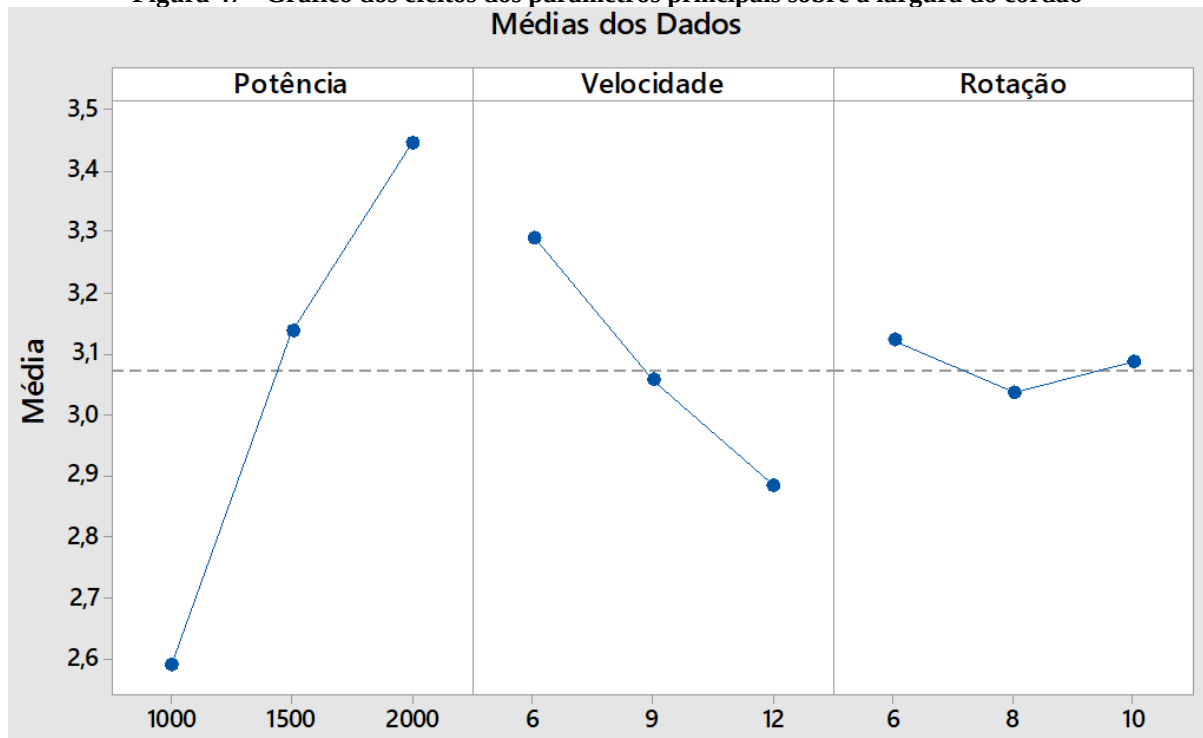
A Figura 46 mostra que 2 dos efeitos principais (potência do laser e velocidade de deposição) são estatisticamente significativos ao nível de significância de 0,05, sendo que a potência do laser é o parâmetro com maior influência sobre a largura do cordão (FIGUEREDO, 2019; GRAF et al., 2013). Ainda, o termo quadrático da potência também é significativo, embora de menor magnitude em relação aos demais. Isso significa que a superfície de resposta contém curvatura, de forma que as mudanças nessas variáveis estão associadas à variável de resposta, mas a associação não é linear.

Figura 46 – Gráfico de Pareto dos efeitos dos parâmetros sobre a largura do cordão



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Figura 47 - Gráfico dos efeitos dos parâmetros principais sobre a largura do cordão
Médias dos Dados



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Com base na Figura 47, percebe-se que um aumento na potência do laser leva a cordões mais largos (BAX et al., 2018; DE HOSSON et al., 2009). Tal comportamento é justificado pelo fato de que uma maior potência gera uma maior energia de soldagem e, com isso, conduz-se a um acréscimo no aporte térmico fornecido para a poça de fusão, diminuindo a viscosidade

do metal líquido e tornando o cordão mais largo. Devido à essa redução na viscosidade do fluido, percebe-se que a largura cresce mais rapidamente com a potência do laser do que a altura do reforço, conforme mostrado na Figura 45. Assim, um aumento na potência do laser promove cordões mais espessos e mais largos, visto que embora haja uma diminuição da viscosidade do fluido, também se percebe uma maior eficiência na fusão dos pó para o cordão depositado.

Com relação à velocidade de deposição, observa-se que, mantendo os demais parâmetros constantes, o seu aumento promove cordões mais estreitos (DE OLIVEIRA; OCELIK; DE HOSSON, 2005; SOUTO, 2013). Essa tendência se explica pela relação entre velocidade de deposição e a quantidade de pó sendo depositada por área. Assim, quanto maior a velocidade, menor a taxa de deposição por unidade de área e, consequentemente, há uma maior entrega térmica no substrato, reduzindo a largura dos cordões (SOUTO, 2013). Percebe-se ainda que, em contraposição à altura do cordão, a largura decresce mais lentamente que a altura, devido à maior viscosidade do metal líquido para menores energias de soldagem.

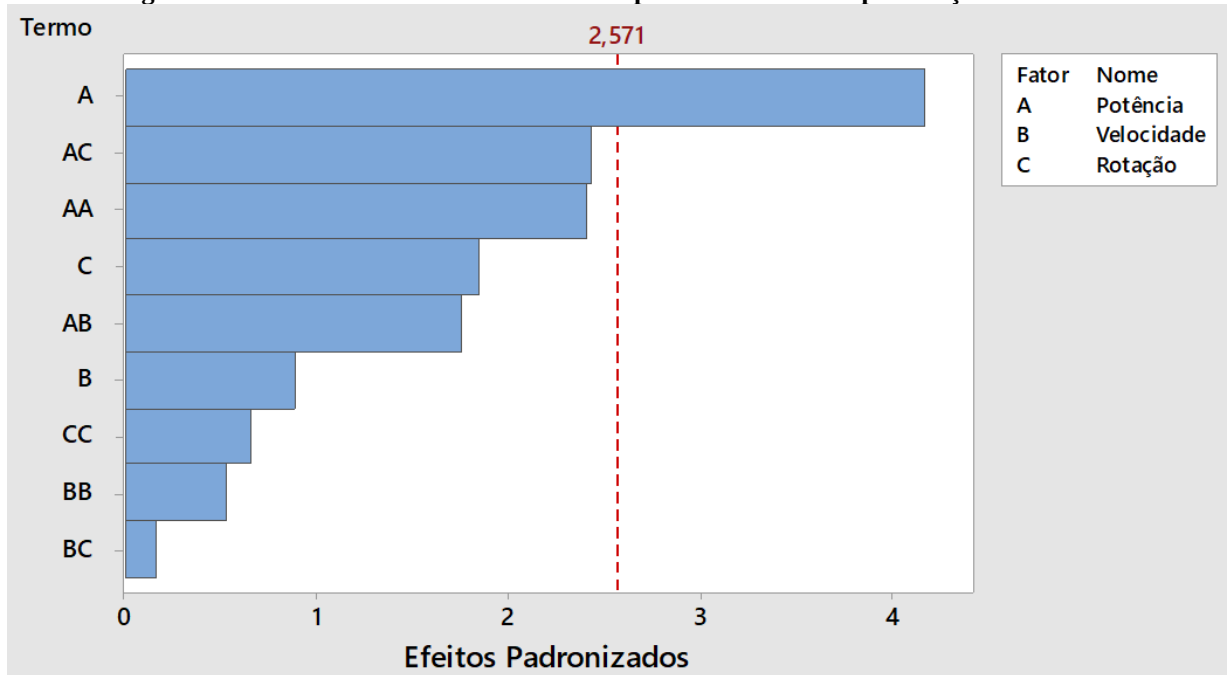
Não obstante o estudo realizado por Teixeira (2021) tenha indicado que uma maior taxa de alimentação levasse a cordões mais largos e mais espessos, a análise sistemática dos parâmetros por meio do DoE mostrou que a taxa de alimentação do pó não contribuiu significativamente na largura dos cordões depositados. Assim, o acréscimo na quantidade de material em função do aumento na rotação do prato giratório é direcionado para a elevação da altura do cordão em função da não alteração da viscosidade do fluido.

Desta forma, pode-se concluir que a área transversal do cordão depositado se torna maior quanto maior a potência do laser utilizada e quanto menor a velocidade de deposição, devido à uma maior eficiência na fusão dos pó e uma maior quantidade de pó sendo depositada por unidade de comprimento.

Outro parâmetro fundamental para caracterizar a geometria de um cordão depositado é a penetração do cordão, isto é, a profundidade fundida do substrato. Os resultados da ANOVA sobre a penetração do cordão (APÊNDICE C) possibilitaram a obtenção do gráfico de Pareto dos efeitos dos parâmetros sobre a penetração (Figura 48). Na Figura 49 é apresentada a variação da profundidade da zona fundida no substrato em função dos três parâmetros principais do processo.

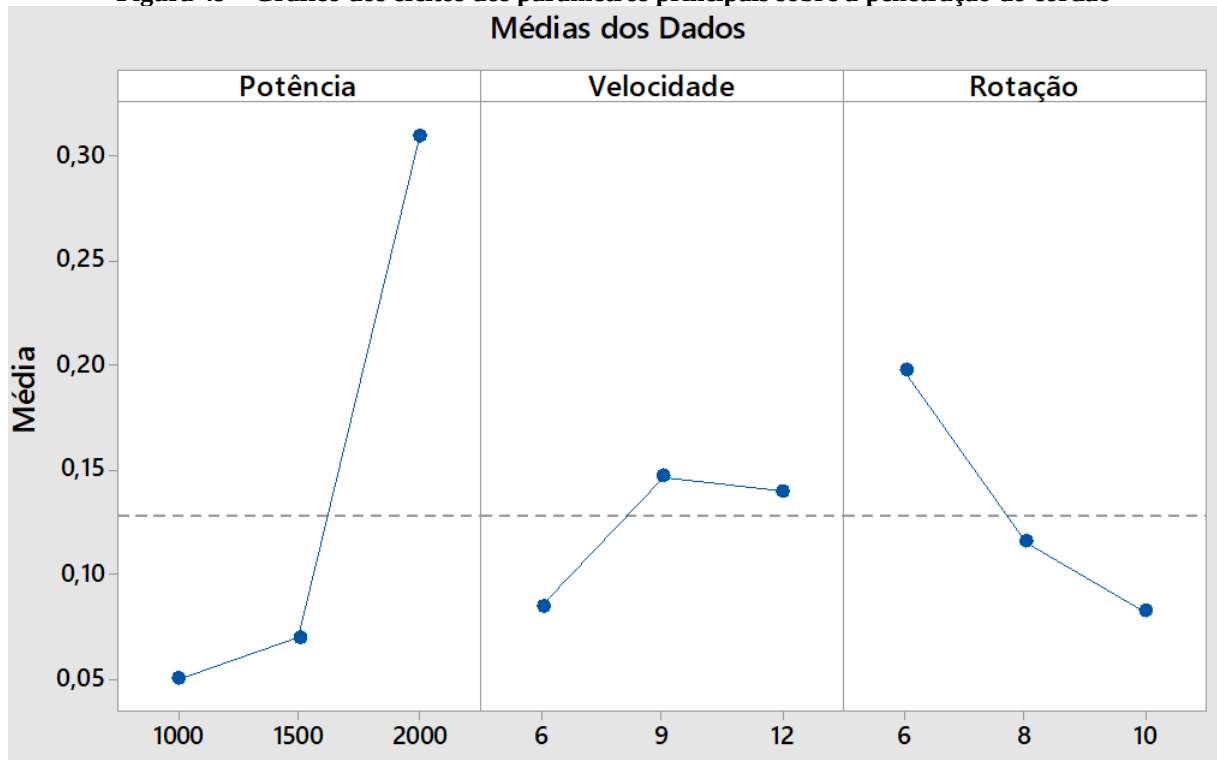
Os resultados indicam que a potência do laser é o único parâmetro considerado como estatisticamente significativo quando se trata da profundidade máxima fundida do substrato. Assim, o tempo de interação e a taxa de alimentação dos pó não são considerados como relevantes na penetração do cordão, indicando que a energia gerada pelo laser pode ser considerada como igual a energia consumida (DE OLIVEIRA; OCELIK; DE HOSSON, 2005).

Figura 48 – Gráfico de Pareto dos efeitos dos parâmetros sobre a penetração do cordão



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Figura 49 – Gráfico dos efeitos dos parâmetros principais sobre a penetração do cordão
Médias dos Dados



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Pode-se observar que um aumento na potência do laser promove um aumento na profundidade fundida do substrato, visto que mais calor será fornecido ao processo, afetando

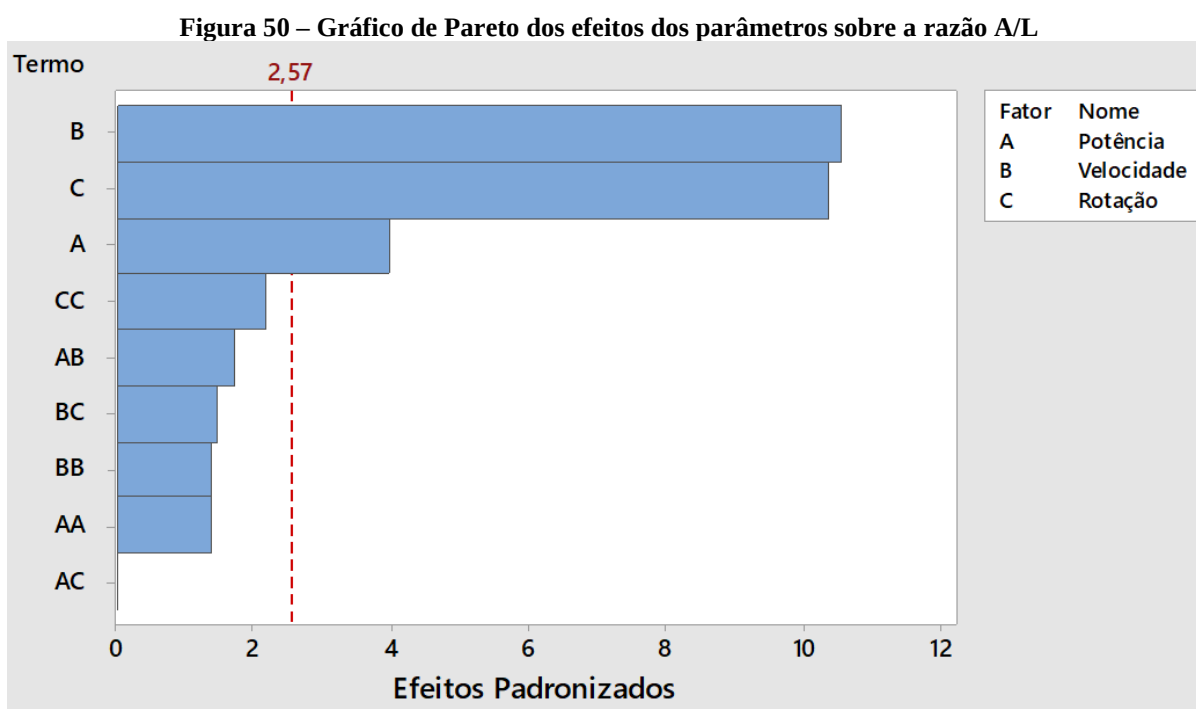
mais o substrato. Ainda, percebe-se que quanto maior a potência aplicada, maior será a influência na penetração do cordão.

Por outro lado, quanto à velocidade de deposição, nenhuma correlação pôde ser extraída. Inicialmente, um aumento nesta velocidade levou a maiores penetrações do cordão. Mas, ao aumentar novamente, a penetração se mostrou praticamente constante.

Embora a velocidade de rotação do prato giratório (ou taxa de deposição) não seja considerada como significativamente relevante ao nível de significância de 0,05, ela apresenta um comportamento inversamente proporcional na penetração fundida do substrato. Assim, com o aumento da rotação, isto é, com a maior quantidade de pó sendo fornecida ao processo, a penetração tende a diminuir. Esse comportamento ocorre porque o pó que está sendo depositado irá funcionar como uma barreira, de forma que ele irá ser fundido durante o processo, afetando menos o substrato. Esse fenômeno é conhecido como efeito de proteção do pó (*powder shielding effect*).

4.2.3.2 Efeito sobre a razão A/L

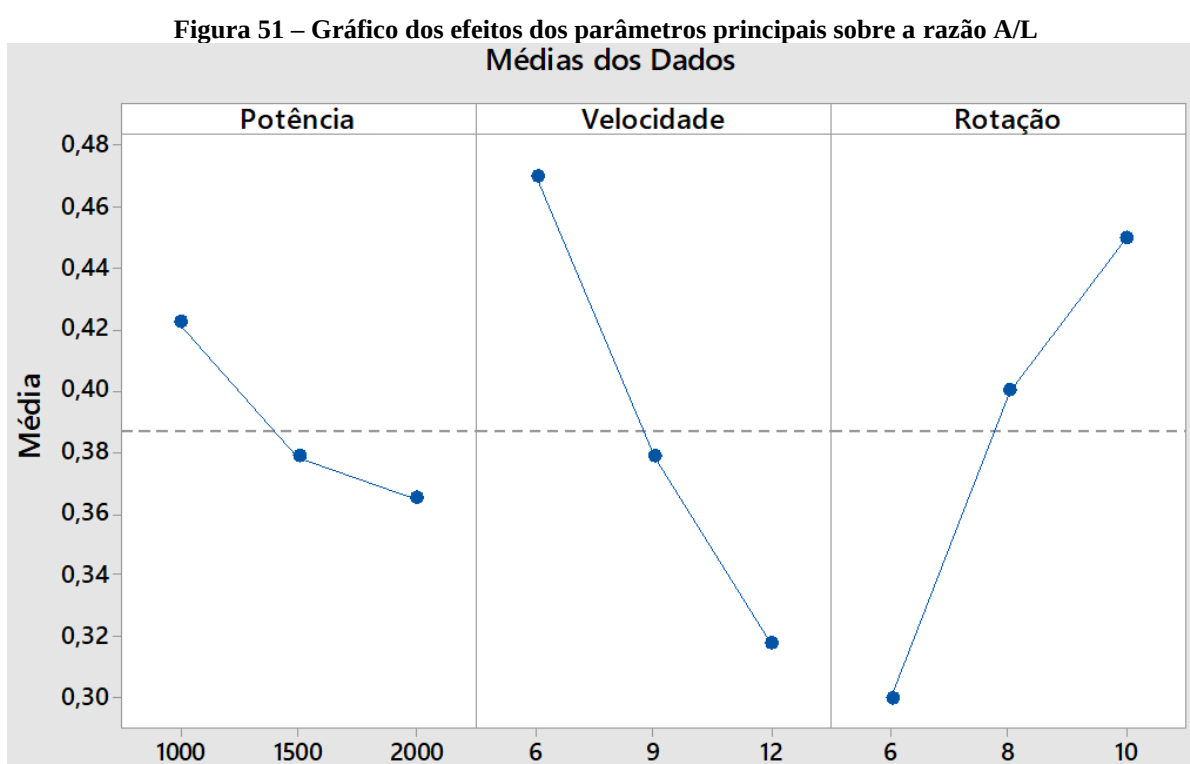
Para avaliar a molhabilidade do cordão, a razão A/L foi utilizada como variável de resposta. Através dos resultados da ANOVA (APÊNDICE D), para um nível de significância de 0,05, obtém-se o gráfico de Pareto dos efeitos padronizados, conforme apresentado na Figura 50.



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Com relação à razão A/L, os efeitos dos parâmetros são diferentes em relação à altura e à largura do cordão considerados individualmente. Pode-se observar que, muito embora os três parâmetros principais utilizados no processo tenham um papel significativo na razão A/L do reforço, apresentando níveis de significância inferiores a 5%, a influência da velocidade de deposição e da rotação do prato giratório são estatisticamente mais significativos do que a potência do laser. Esse mesmo comportamento foi observado na análise da espessura do cordão.

Para determinar quais efeitos aumentam ou diminuem as variáveis de resposta, a Figura 51 foi plotada para demonstrar como a razão A/L varia com os parâmetros do processo.



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Primeiramente, pode-se observar que quanto maior a potência do laser, menor a razão A/L. Esta tendência ocorre porque, como discutido anteriormente, embora tanto a altura quanto a largura dos cordões aumentem de forma direta com a potência do laser, a largura do cordão cresce mais rapidamente do que a sua espessura em função da diminuição da viscosidade do fluido para maiores energias de soldagem.

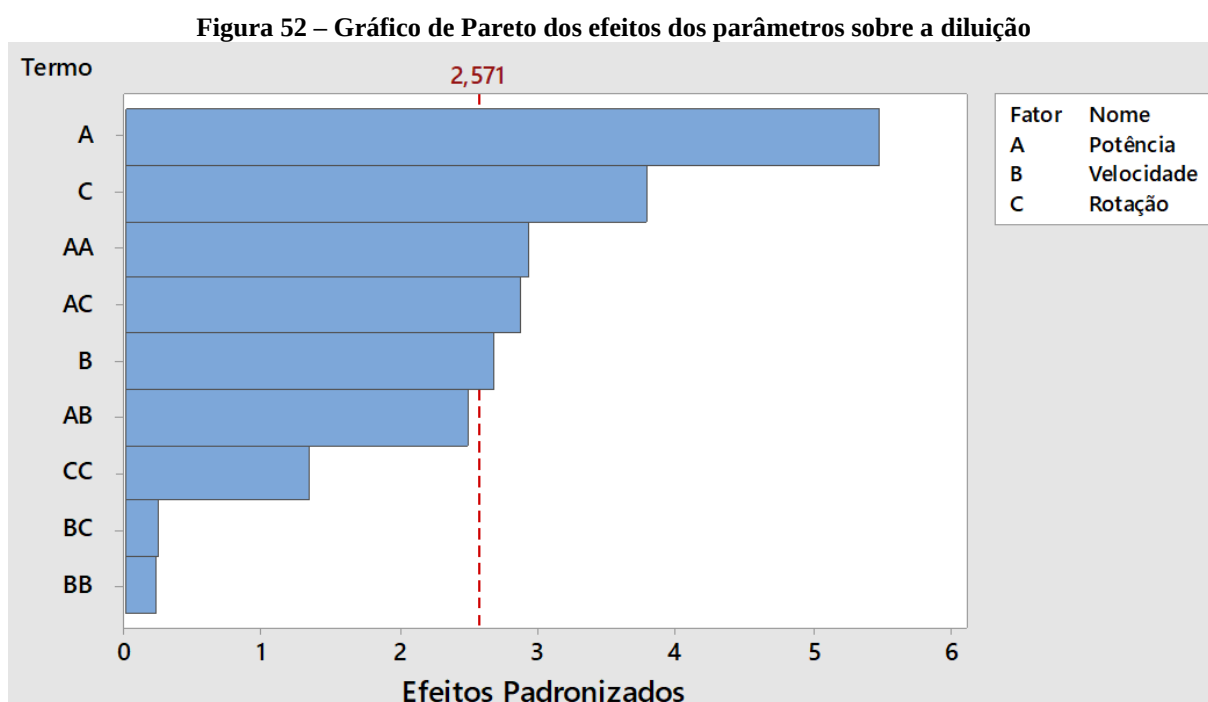
A velocidade de deposição também apresenta um efeito inversamente proporcional à razão A/L, de forma que um aumento na velocidade leva a uma menor razão. Esse comportamento é explicado pelo fato de que tanto a altura quanto a largura do cordão, considerados individualmente, diminuem com o aumento da velocidade, sendo que a altura é

afetada de forma mais acentuada, conforme descrito anteriormente. Assim, um aumento na velocidade promove uma melhor molhabilidade dos cordões, apresentando uma maior suavidade na transição do revestimento para o substrato e, portanto, apresentando uma melhor aderência dos mesmos ao substrato. Essa mesma tendência foi relatada no estudo desenvolvido por Figueredo (2019).

Por outro lado, um aumento na rotação do prato giratório, i.e., um aumento na taxa de material de adição depositado, provoca um aumento da razão A/L . Esse comportamento é decorrente do fato de que, enquanto a altura cresce rapidamente com o aumento da taxa de deposição, a largura do cordão basicamente não é afetada, como consequência da não alteração significativa da viscosidade do fluido pela taxa de deposição. Assim, a molhabilidade do cordão pode ser considerada pior para maiores quantidades de pó sendo fornecidas ao processo por unidade de área.

4.2.3.3 Efeito sobre a diluição

A diluição é um dos fatores mais importantes quando se trata da deposição de revestimentos. Através dos resultados da ANOVA para a diluição como variável de resposta (APÊNDICE E), o gráfico de Pareto dos efeitos dos parâmetros sobre esta foi gerado e está apresentado na Figura 52.

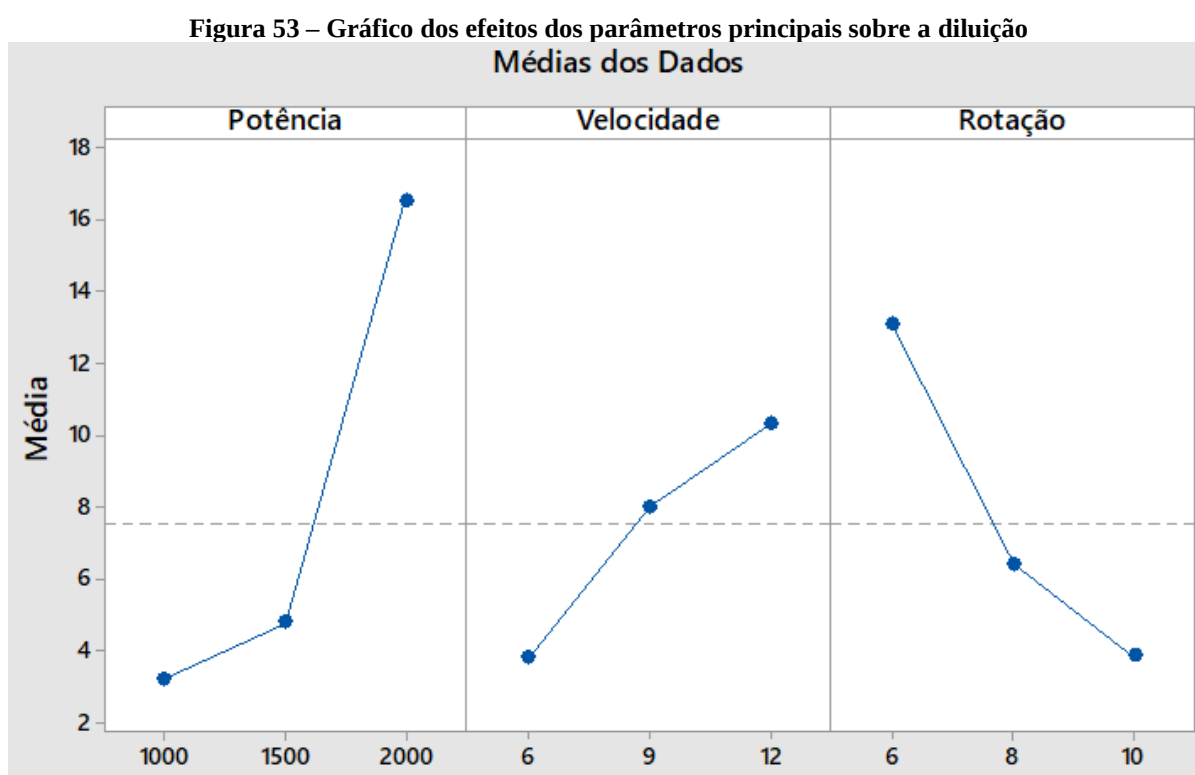


Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

A diluição é um parâmetro bastante complexo, visto que tem relação com diversos parâmetros e a interação entre eles. Pode-se observar que a potência do laser é o fator que mais tem contribuição sobre a diluição. Goodarzi, Pekkarinen e Salminen (2015) relataram que a densidade de potência seria o parâmetro de maior contribuição, o qual é uma função da potência do laser e da distância focal. Como a distância focal foi mantida constante no presente estudo, está em consonância com o citado estudo o fato da potência do laser ser o parâmetro de influência mais significativa na diluição.

Em seguida, é mais significativamente relevante a velocidade de rotação do prato giratório, i.e., a taxa de deposição do pó. Os efeitos do quadrado da potência, a interação entre potência e velocidade de rotação do prato giratório e a velocidade de deposição, embora também sejam considerados como significativamente relevantes, apresentam uma influência menor na diluição. Goodarzi, Pekkarinen e Salminen (2015) corroboraram esses resultados, constatando que enquanto a potência do laser possui 62% de efeito sobre a diluição durante o processamento por laser *cladding*, a velocidade de deposição apresenta apenas 10%. Bax et al. (2018), na verdade, vai além e afirmam que a diluição não é estatisticamente dependente da velocidade de deposição.

A Figura 53 apresenta os efeitos dos parâmetros principais do processo sobre a diluição das camadas depositadas.



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Percebe-se com clareza que a diluição aumenta com a potência do laser como decorrência do aumento da densidade de energia transferida (BAX et al., 2018; LIU et al., 2017; SHU et al., 2019). A energia gerada durante o processamento por laser *cladding* aumenta com o aumento da potência, o que irá provocar tanto uma elevação da área do revestimento quanto na profundidade fundida do substrato. Entretanto, sua contribuição para o aumento da diluição aparenta ser tanto maior quanto maior a potência utilizada, i.e., para baixos valores de potência do laser, a fusão do substrato é mais baixa devido ao maior efeito de proteção do pó (*powder shielding effect*), apresentando baixos valores de diluição. Ao aumentar a potência, mais energia estará disponível para que, além da fusão do material de adição, ocorra a fusão do material do substrato e, portanto, maior será a diluição (DE HOSSON et al., 2009; LIU et al., 2017). Entretanto, deve-se buscar um equilíbrio, pois baixas potências podem conduzir a revestimentos com aderência reduzida, mas altas potências favorecem a fusão do substrato e podem acentuar excessivamente o efeito da diluição (SOUTO, 2013).

Com relação à velocidade de deposição, a Figura 53 mostra que a diluição também aumenta com o aumento dessa velocidade. Em geral, espera-se que ao aumentar a velocidade de deposição, por haver um menor tempo de interação do feixe de laser com o material a ser fundido e ser fornecida uma menor quantidade de calor ao processo, a diluição diminua, conforme relatado por Apolinário (2021) e por Teixeira (2021). Entretanto, podem ser encontrados na literatura estudos (FIGUEREDO, 2019; LIU et al., 2017; SOUTO, 2013) que relatam que para o processamento com laser, seja a deposição por laser *cladding* ou soldagem a laser, o efeito inverso ocorre, de forma que a diluição tende a aumentar com o aumento da velocidade de deposição.

Durante o processamento de materiais por laser, a refletividade da radiação está associada tanto ao seu comprimento de onda quanto ao material a processar. Na interação do feixe de laser com materiais metálicos ocorre a geração do plasma. Quando o laser incide sobre o plasma, a energia do laser será absorvida, aumentando a energia do plasma e diminuindo a energia do laser sobre o substrato, o que provoca uma redução da diluição no substrato. Alguns estudos (FIGUEREDO, 2019; SOUTO, 2013) associam este efeito de aumento de diluição com a velocidade de deposição ao fenômeno conhecido por plasma *shielding*, que funciona como uma barreira que irá diminuir a radiação do laser transferida para o substrato, gerando deposições com menor diluição, mostrando que há uma redução desse efeito de barreira com o aumento de velocidade.

No entanto, Katayama, Kawahito e Mizutani (2010) elucidam que o efeito de absorção do plasma é mais relevante quando se utiliza o laser de CO₂, sendo menos acentuado para laser

a disco ou fibra, como decorrência dos menores comprimentos de onda destes. Logo, para o presente estudo, diante do uso de laser a disco não seria razoável associar o aumento da diluição com a diminuição do efeito plasma *shielding*.

Desta forma, essa tendência de aumento da diluição com o aumento da velocidade de deposição pode estar associada em maior escala ao desacoplamento entre o feixe de laser e o fluxo de pó. Para velocidades muito altas de deposição, o feixe de laser que é mais rápido que a velocidade do pó tende a ficar na frente, de forma que o laser entra em contato diretamente com o substrato, aumentando sua fusão e, portanto, provocando um aumento na diluição. Assim, a velocidade de deposição e do feixe de laser não apresentaria perfeita concentricidade.

A otimização do fluxo do pó tem um papel importante no controle da extensão da diluição. Percebe-se que quanto maior a rotação do prato giratório, menor a diluição do substrato. Isto ocorre porque há um aumento na taxa de deposição do pó, de forma que a energia gerada é majoritariamente consumida na fusão do pó e, pelo efeito de proteção do pó, que atua como uma barreira ao laser, há apenas uma pequena energia disponível para fundir o substrato, levando a uma redução na diluição do mesmo (BAX et al, 2018; REIS et al., 1998; SOUTO, 2013; TEIXEIRA, 2021).

4.3 DEPOSIÇÃO DE REVESTIMENTOS

4.3.1 Parâmetros para deposição da camada de revestimento

Com base na parametrização sistêmica dos cordões isolados e da análise de sua geometria, foram definidos os parâmetros para a deposição da camada de revestimento. Como critérios para seleção da condição mais adequada foram utilizadas, além da ausência de porosidades, as seguintes variáveis de resposta: o grau de diluição e a razão entre altura e largura (A/L) do cordão. Ainda, considerando que pequenas espessuras do cordão depositado com metal mais nobre são suficientes para promover a proteção adequada do substrato, cordões com menor altura e maior largura promovem a proteção de uma região mais ampla, com redução dos custos de material.

A diluição foi selecionada como um dos critérios pelo fato de estar diretamente ligada às alterações na composição química do revestimento e, portanto, influenciar nas suas características metalúrgicas e propriedades mecânicas. O laser *cladding* requer a obtenção de uma forte ligação entre o material depositado e o substrato, ocorrendo a formação de uma zona de fusão neste, cuja profundidade deve ser a menor possível, de modo a que se obtenha uma camada superficial pura que não seja diluída pelo material base. Quanto maior for a diluição do

substrato, maior será a mistura dos materiais líquidos, pelo efeito Marangoni, difundindo componentes do substrato menos nobre para a camada depositada (TEIXEIRA, 2021).

Não há um consenso na literatura sobre o percentual adequado de diluição para minimizar a contaminação da camada depositada. Enquanto Figueiredo (2019) considera como taxas aceitáveis de diluição de cordões individuais valores entre 10% e 20%, Lopes (2018) considera adequada um grau de diluição entre 5% e 20%. Teixeira (2021), por outro lado, afirma que são admissíveis níveis de diluição de até 30%. Como a diluição é afetada pela sobreposição dos cordões, considerou-se que uma diluição na faixa de 10% seria adequada para garantir uma boa união metalúrgica sem prejudicar as propriedades do material depositado.

A razão A/L, que corresponde à molhabilidade do cordão, foi selecionada devido à sua relevância na aderência do revestimento ao substrato e na formação de cordões homogêneos. Ainda, se relaciona com a formação de porosidades nos cordões quando apresenta uma razão inadequada. Para a deposição de cordões, a literatura recomenda que a razão A/L seja em torno de 1/4 (LOPES, 2018).

Desta forma, considerando os critérios acima expostos, e considerando os resultados apresentados na Tabela 19, o cordão de número 8 foi selecionado, cujos parâmetros e resultados geométricos obtidos estão reproduzidos na Tabela 20.

Tabela 20 – Parâmetros obtidos na deposição do cordão isolado, e suas características geométricas, selecionado como base para a deposição de revestimentos

Cordão	P (W)	V (mm/s)	R (rpm)	E (J)	A (mm)	P (mm)	L (mm)	A/L	D (%)
8	1500	12	6	7792	0,7	0,06	2,98	0,23	10,5

Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

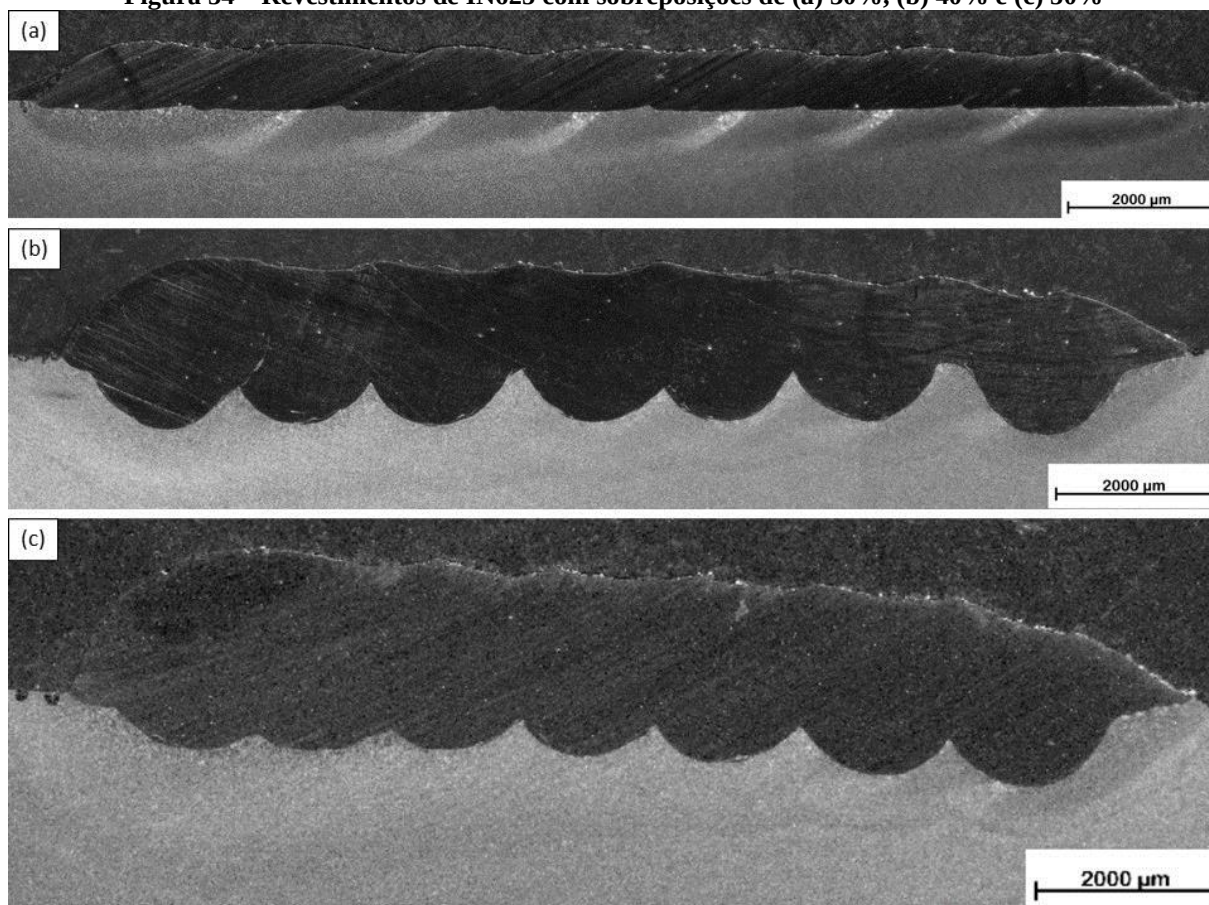
Outro fator interessante a ser levado em consideração é que esta amostra apresentou a maior velocidade de deposição utilizada no presente estudo. Maiores velocidades de deposição são atraentes pois estão diretamente associadas a uma maior produtividade do processo de deposição além de um menor custo, apresentando importância especialmente quando se trata de aplicações industriais.

Para a formação de uma camada de revestimento, cordões únicos são sobrepostos, sendo que o seu distanciamento é calculado conforme largura do cordão singular. Pajukoski et al. (2016)) indicam que a sobreposição dos cordões para uma camada de revestimento deve estar numa faixa de até 50%, visto que sobreposições superiores a 60% levariam ao aparecimento de porosidade entre os cordões. Lopes (2018) ainda detalha que, tipicamente, para se obter

camadas finas devem ser utilizadas sobreposições menores, de 30 a 35%, enquanto para obtenção de camadas mais espessas seriam aplicadas sobreposições entre 40 e 60%.

Desta forma, visando definir a sobreposição (*overlap*), três revestimentos de IN625 foram depositados por injeção contínua dos pós, aplicando sete cordões sobrepostos. Foram utilizados os parâmetros operacionais apresentados na Tabela 19 e sobreposições de 30%, 40% e 50%. As seções transversais dos revestimentos depositados estão apresentadas na Figura 54.

Figura 54 – Revestimentos de IN625 com sobreposições de (a) 30%, (b) 40% e (c) 50%



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

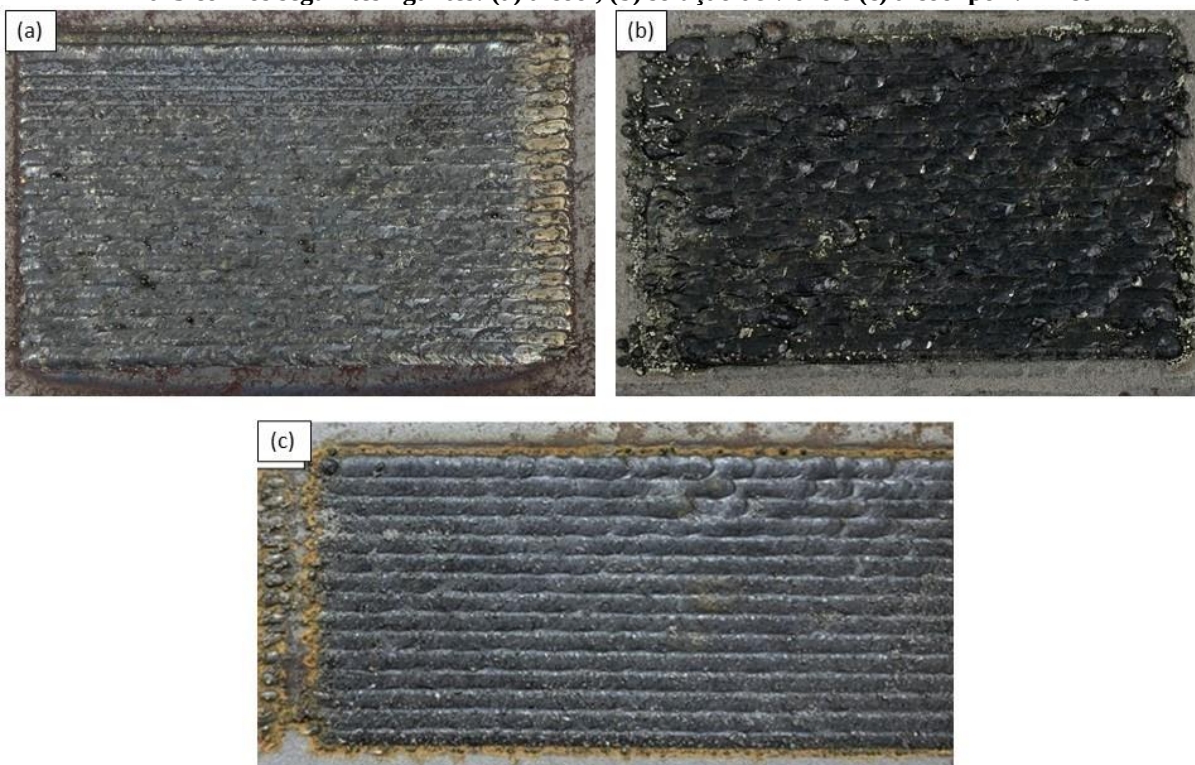
É facilmente observado que as sobreposições de 40% e 50%, embora tenham promovido revestimentos de maior espessura, apresentaram uma alta diluição e camadas mais estreitas. Por outro lado, uma sobreposição de 30% promoveu um revestimento mais fino e de maior largura, sem a presença de porosidades e com aderência ao substrato. Desta forma, a fim de se obter um revestimento mais uniforme, com uma menor diluição do material de adição no substrato e com otimização da quantidade de material depositado pela diminuição da espessura da camada e aumento da largura do revestimento, foi selecionada para a deposição dos revestimentos a sobreposição com percentual de 30%.

Como relatado anteriormente, a deposição por laser *cladding* em duas etapas se mostrou necessária para a obtenção dos revestimentos com os materiais compósitos. Ainda que os pós obtidos tivessem apresentado tamanho de partícula compatível com o equipamento de laser *cladding* (faixa nominal entre 45 e 150 μm), é requerido que o pó utilizado na deposição coaxial seja o mais esférico possível, o que não é obtido para os pós compósitos obtidos através da MAE. Isto porque tamanhos maiores de partícula e formatos não esféricos podem provocar entupimento das mangueiras e dos bicos de injeção, podendo provocar defeitos no equipamento.

Ainda, a inadequada escoabilidade do material é uma condição importante para o processo, visto que pode causar entupimentos das mangueiras de alimentação, assim como do próprio cabeçote de deposição coaxial. Como os pós compósitos obtidos pela MAE não apresentaram fluidez, não foi possível realizar a deposição dos revestimentos por alimentação contínua dos pós, tornando necessário utilizar o processo de deposição em duas etapas.

Na Figura 55 estão apresentados os aspectos visuais de topo das superfícies dos revestimentos depositados com pré-colocação dos pós no substrato utilizando álcool, solução de vidro e álcool polivinílico como ligantes. Percebe-se que a utilização do álcool polivinílico como ligante promoveu uma camada de revestimento mais homogênea, tendo sido aplicado para os demais revestimentos no estudo.

Figura 55 – Revestimentos obtidos com a pré-colocação dos pós no substrato a partir da mistura do pó de IN625 com os seguintes ligantes: (a) álcool, (b) solução de vidro e (c) álcool polivinílico



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

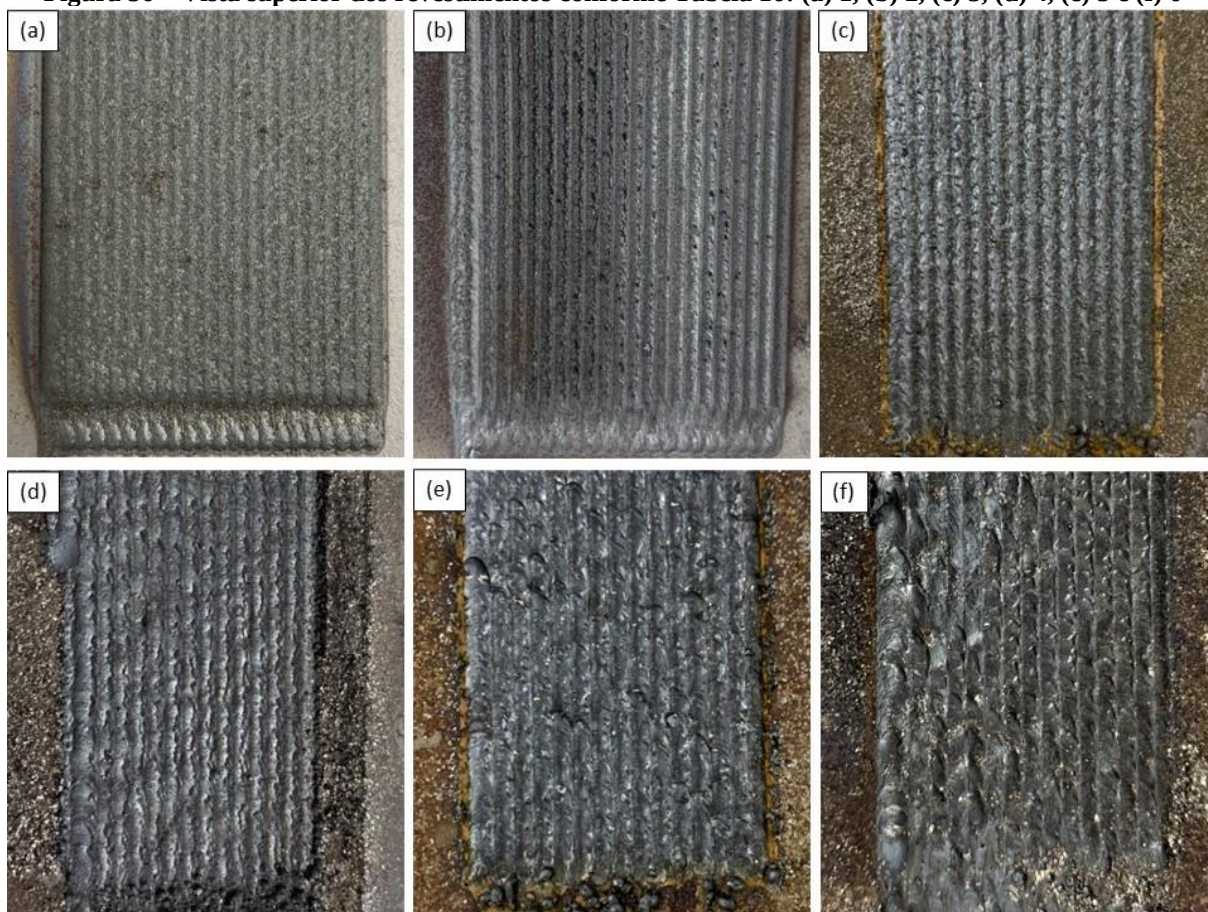
4.3.2 Deposição da Camada de Revestimento

As camadas de revestimentos foram depositadas com base nos parâmetros definidos na Tabela 20 para a deposição de cordões isolados. Muito embora a parametrização do processo tenha sido realizada para a deposição coaxial, os mesmos parâmetros foram utilizados para o método de pré-deposição, com exceção da rotação do prato giratório, visto que não se faz uso do alimentador de pó nesta técnica.

As superfícies de topo e seções transversais dos revestimentos, conforme definidos na Tabela 15, estão apresentadas nas Figura 56 e 57. Como os pós apresentam diferentes morfologias, distribuições granulométricas e composição química, além de terem sido utilizadas duas técnicas diferentes de deposição, é esperado que as características das camadas de revestimentos depositadas, tanto em termos de geometria quanto de diluição e de propriedades mecânicas, sejam distintas.

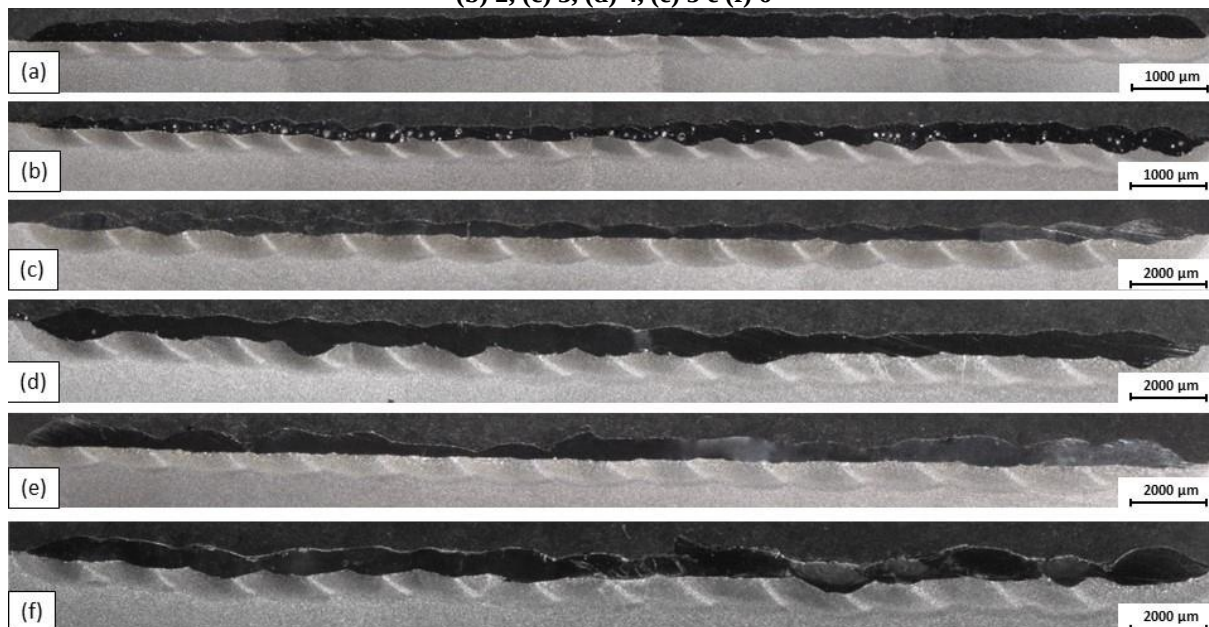
Primeiramente, cabe salientar que as deposições provocaram um leve empenamento do substrato, como função da razão entre a espessura do substrato e do calor gerado no processo.

Figura 56 – Vista superior dos revestimentos conforme Tabela 16: (a) 1, (b) 2, (c) 3, (d) 4, (e) 5 e (f) 6



Fonte: Autora.

Figura 57 – Macrografias das seções transversais dos revestimentos numerados conforme Tabela 16: (a) 1, (b) 2, (c) 3, (d) 4, (e) 5 e (f) 6



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Nenhuma das camadas depositadas apresentou a formação de trincas, sejam estas de solidificação ou liquação. Segundo Pereira, Henke e D'Oliveira (2018), as trincas de solidificação na liga IN625 estariam associadas ao formato do cordão depositado, mais especificamente relacionado à sua molhabilidade, isto é, cordões com formato levemente convexo apresentariam menor probabilidade de formação de trincas. Já as trincas de reaquecimento estão mais propensas de serem formadas em processos de soldagem com aporte de calor elevado como, por exemplo, MIG/MAG spray. Desta forma, a baixa molhabilidade e o menor aporte do processo de laser *cladding* justificam a ausência de tais trincas.

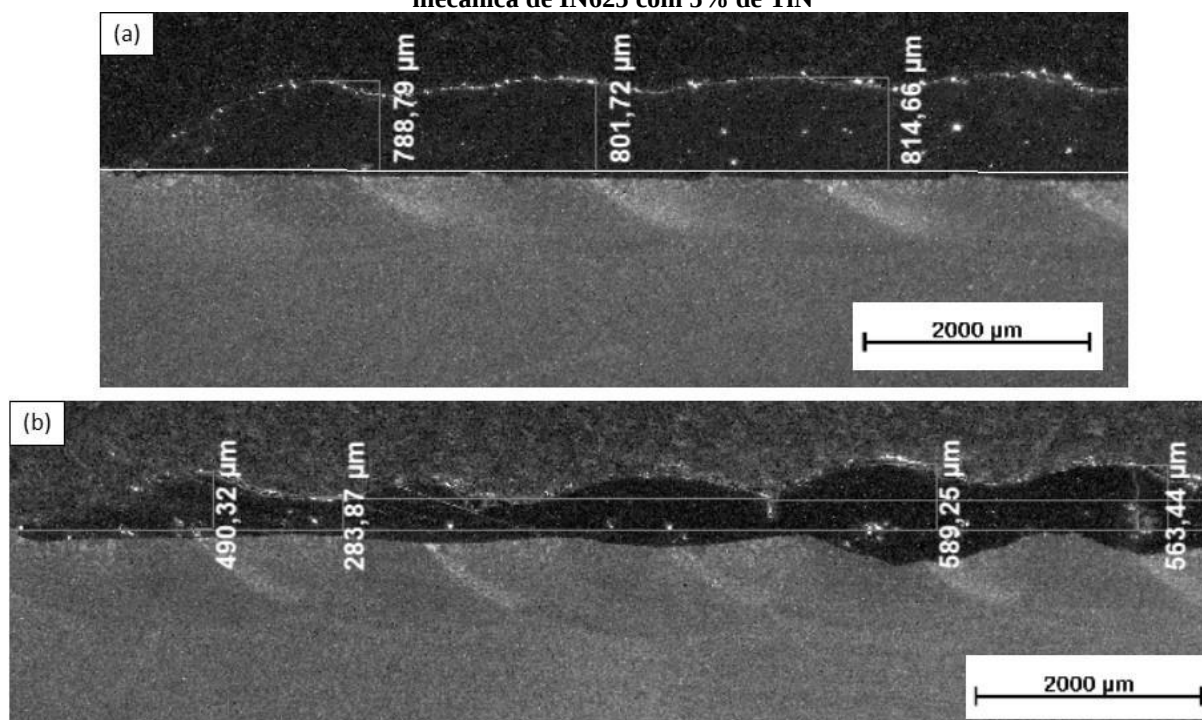
A deposição coaxial do pó de IN625 apresentou o revestimento com maior homogeneidade, tanto com relação à superfície do revestimento, como em termos de profundidade da zona fundida do substrato e diluição, apresentando uma distribuição uniforme de pó e sem formação considerável de poros (Figura 56 (a) e Figura 57 (a)). Esta tendência de ausência de porosidades e da não formação de trincas na deposição do IN625 é corroborada pelo estudo de Lopes (2018), o qual constatou que, quando existentes os poros, estes são de pequenas dimensões.

Por outro lado, para a mistura mecânica do IN625 com o TiN a deposição coaxial se mostrou ineficiente. Percebe-se uma superfície menos regular, com uma variação considerável na espessura dos cordões, aumento na diluição, além de uma elevada formação de poros ao longo de praticamente todo o revestimento (Figura 56 (b) e Figura 57 (b)). Essa diferença de

homogeneidade, apesar da utilização dos mesmos parâmetros do processo, se deve à diferença de densidade dos dois materiais – de $8,4 \text{ g/cm}^3$ para o IN625 em contraposição à $5,4 \text{ g/cm}^3$ do TiN –, além de uma disparidade elevada no tamanho das partículas – de $150 \text{ }\mu\text{m}$ para o IN625 contra 20 nm para o TiN –, de forma que o gás de arraste não consegue promover um fluxo uniforme de pó fundido para o substrato. Weng et al. (2017) já havia comentado a inadequabilidade da injeção contínua de pós para a deposição da mistura de materiais com variação de densidade, sendo mais apropriado o método de deposição de duas etapas.

A largura dos dois revestimentos depositados de forma coaxial totalizou aproximadamente 45 mm , tendo sido aplicado 23 cordões. Com relação à espessura (altura do cordão), percebe-se a homogeneidade da deposição do IN625, enquanto a da mistura mecânica variou significativamente, conforme as medições dos multicordões apresentadas na Figura 58.

Figura 58 – Altura dos multicordões depositados por injeção contínua dos pós de (a) IN625 e (b) mistura mecânica de IN625 com 5% de TiN



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Para o IN625 tem-se uma distribuição bastante uniforme, a qual apresenta valores de espessura máximas de aproximadamente $0,8 \text{ mm}$, sendo levemente superiores àqueles obtidos para a deposição dos cordões isolados, que foi de $0,7 \text{ mm}$. Já as alturas mínimas (vales) atingiram $0,68 \text{ mm}$. Para a mistura mecânica, observa-se que no início os cordões possuem uma altura menor, se tornando maiores quanto mais próximo ao final do revestimento, indicando um aumento na eficiência da deposição dos pós com o tempo. No entanto, a diluição também

aumentou na mesma direção. Percebe-se, portanto, uma ineficiência geral na deposição coaxial da mistura mecânica, pois mesmo os cordões mais espessos apresentaram menos de 0,6 mm, sendo que nos vales foram reduzidos para menos de 0,3 mm.

Com relação aos revestimentos pré-depositados (Figura 56 (c - f) e Figura 57 (c - f)), primeiramente, comparando os revestimentos de mesmos parâmetros, pode-se observar que aqueles com menor percentual de adição de TiN (5%) apresentaram uma superfície mais homogênea em relação aos de maior percentual (10%). Essa maior homogeneidade possivelmente está associada ao menor tamanho de partícula e à incorporação mais eficaz do compósito com 5% de TiN em relação à adição de 10%, conforme mostrado na Seção 4.1.2.

Na Figura 59 estão apresentadas algumas medições da altura dos cordões dos revestimentos depositados em duas etapas. Primeiramente, observa-se que, embora a camada pré-colocada no substrato tenha tido uma espessura de 0,8 mm, após o processo de laser *cladding* os revestimentos apresentaram uma redução na altura. De acordo com Zanzarin (2015), em geral a eficiência do processo de laser *cladding* com injeção contínua dos pós é baixa em relação ao de duas etapas, havendo um considerável desperdício de pó, sendo esta sua principal desvantagem. No entanto, percebe-se que a fim de obter camadas mais espessas e próximas às obtidas na deposição coaxial pelo método de pré-deposição se faz necessário uma maior altura do pó pré-colocado no substrato.

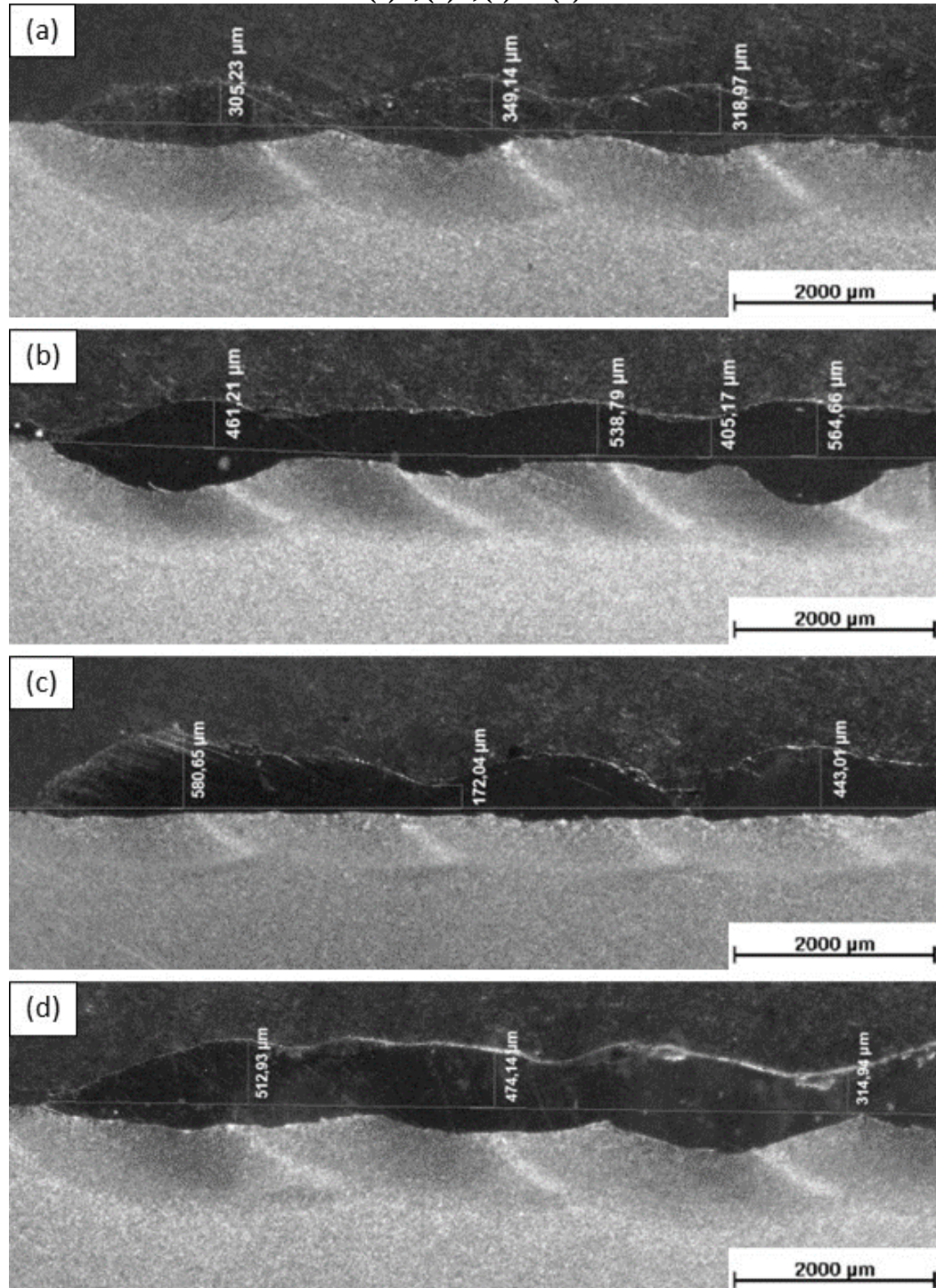
Nota-se que os revestimentos com aplicação de menor potência apresentaram superfícies mais uniformes, menores espessuras dos cordões, menores profundidades da zona fundida do substrato e menores diluições, o que está de acordo com a influência dos parâmetros do processo. No entanto, as regiões entre cordões apresentaram uma redução na eficiência da fusão, possivelmente pelo deslocamento do pó subjacente. Uma possível solução seria aumentar a espessura da camada depositada para se atingir uma maior altura. Outra possível solução, a fim de melhorar a eficiência da deposição do pó, seria aumentar a sobreposição dos cordões, mas neste caso a influência na diluição dos cordões deve ser levada em consideração.

Com relação à pré-deposição do compósito com adição de 10% de TiN, percebe-se que a espessura efetiva dos cordões não aumentou com a elevação da potência do laser, mas nota-se um aumento considerável na diluição. Isso ocorre porque, conforme demonstrado na análise dos parâmetros, a potência tem uma influência mais significativa na diluição do que na espessura do revestimento.

Ainda, com relação à largura dos revestimentos pré-depositados, o aumento na potência provocou aumento da largura dos revestimentos, conforme indicado pelo estudo dos parâmetros demonstrado para os cordões singulares. Assim, independentemente do material de adição, para

a potência de 1000 W a largura total foi de 25 mm, enquanto para a potência de 1500 W a largura totalizou em 31 mm (inferiores às deposições coaxiais, pois foram depositados menos cordões nesta técnica).

Figura 59 – Altura dos primeiros multicordões com pré-deposição conforme apresentada na Tabela 16:
(a) 3, (b) 4, (c) 5 e (d)



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

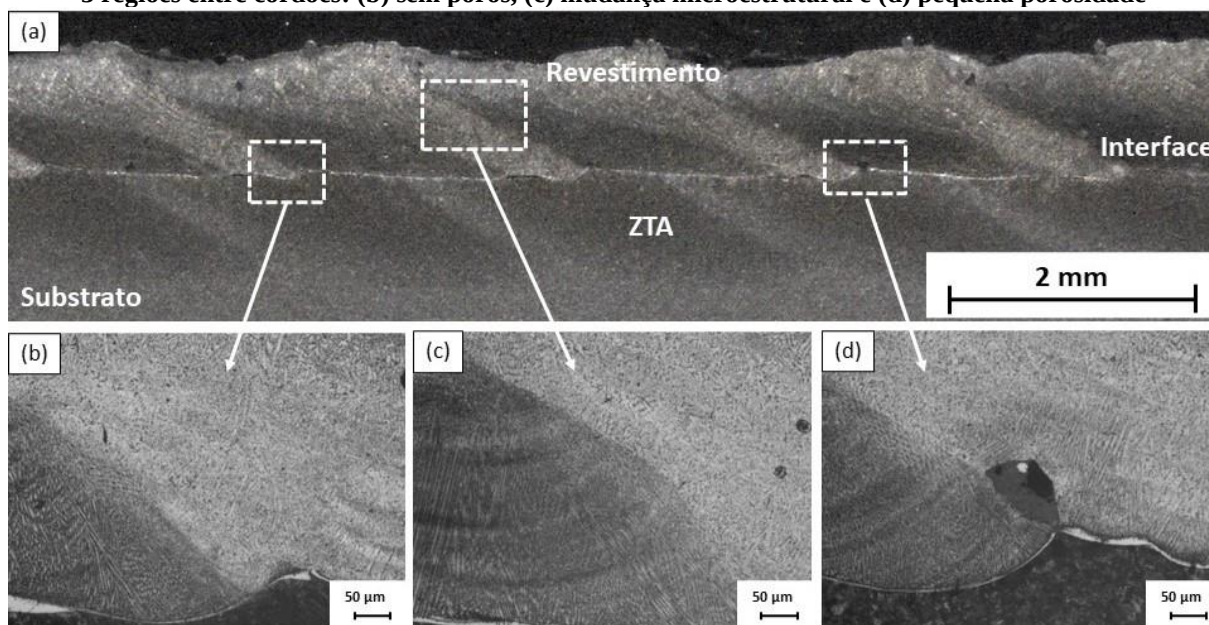
4.3.3 Análise microestrutural

Devido a uma esperada variação da microestrutura como função dos diferentes parâmetros, materiais de adição, variáveis associadas ao processo de soldagem e diferentes taxas de diluição, foi realizada a caracterização microestrutural dos revestimentos depositados por laser *cladding*.

4.3.3.1 Revestimento de IN625

Na Figura 60 estão apresentadas imagens de microscopia ótica do revestimento depositado com injeção contínua dos pós de IN625. Uma região da seção transversal do revestimento pode ser vista na Figura 60 (a), na qual, embora possam ser encontrados poros esporádicos nos cordões, estes são muito pequenos e em baixo percentual em volume, além de não haver formação de trincas, falta de adesão ou outros defeitos consideráveis. Assim, confirma-se que há uma boa ligação metalúrgica do revestimento ao substrato.

Figura 60 – (a) Seção transversal do revestimento de IN625, depositado coaxialmente, com destaque para 3 regiões entre cordões: (b) sem poros, (c) mudança microestrutural e (d) pequena porosidade



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Embora a maior parte dos cordões sobrepostos não tenha apresentado a formação de porosidade entre cordões, conforme destacado na Figura 60 (b), foi possível observar a presença de alguns poros entre cordões (Figura 60 (d)). Segundo Lopes (2018), a obtenção de poros entre cordões (*“inter-run porosity”*) pode estar relacionada a uma sobreposição demasiadamente elevada ou uma potência do laser insuficiente. O mesmo autor sugere que uma razão A/L maior

do que 5 seria indicada para evitar a ocorrência deste fenômeno. Devido ao baixo número de poros encontrados entre cordões, pode-se atribuir a sua formação à pequenas falhas na superfície do substrato, como óxidos e sujeiras. Na Figura 60 (c) observa-se o comportamento microestrutural na região entre cordões, como consequência da sobreposição.

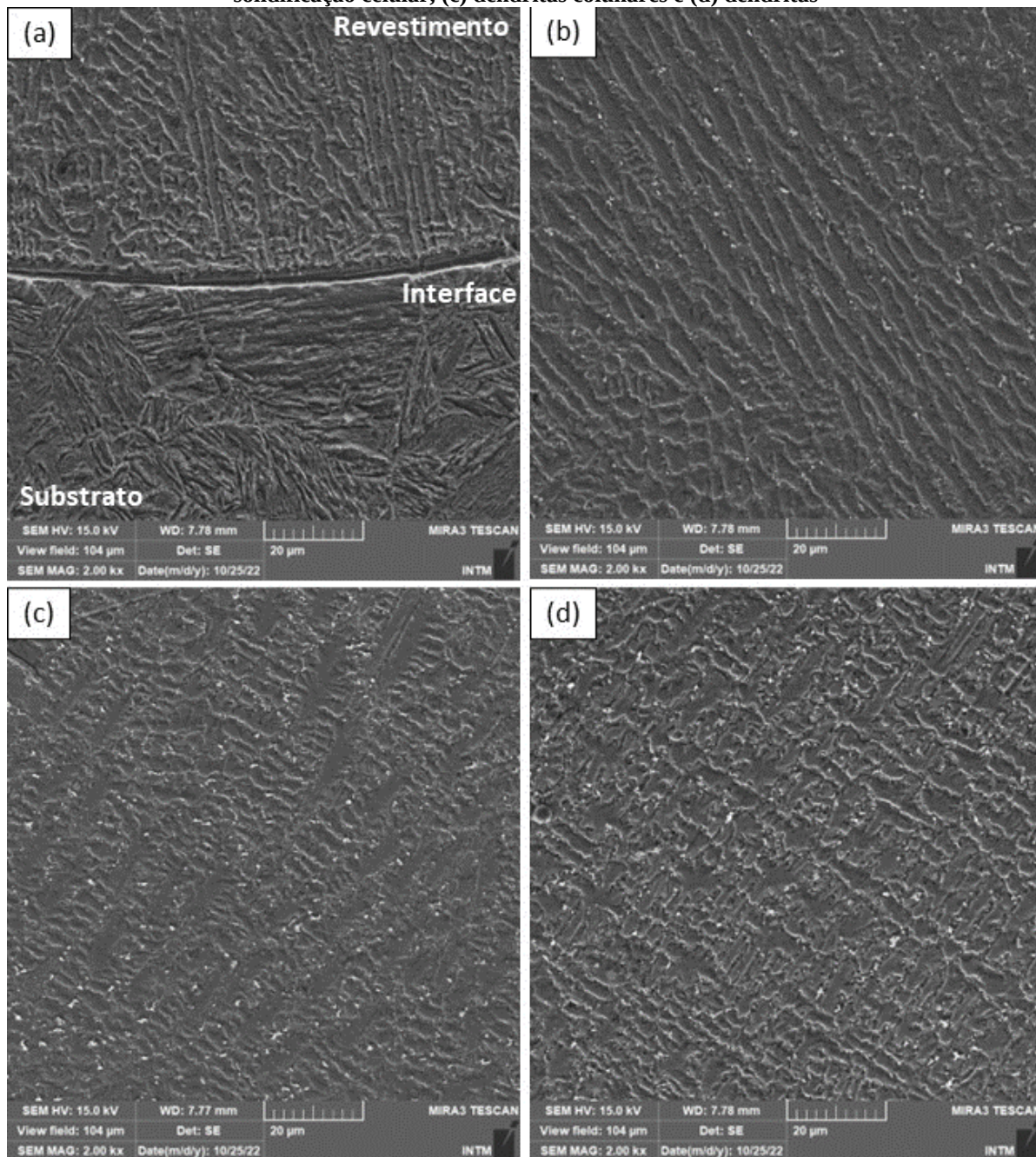
Embora alguns estudos, como os de Figueredo (2019) e Teixeira (2021), tenham sugerido que a sobreposição dos cordões leve a menores diluições em relação aos obtidos para cordões singulares, esta tendência não pôde ser observada no presente estudo. Conforme avaliado na Seção 4.3.1, para os valores de sobreposição aplicados, o aumento no percentual levou a maiores diluições. Assim, para 30% de sobreposição obteve-se uma diluição no revestimento de aproximadamente 10%, semelhante àquela medida para o cordão isolado.

A profundidade da ZTA medida foi de aproximadamente 85 μm , sendo característico do processo de laser *cladding* apresentar pequenas ZTAs. Essa tendência ocorre em função do baixo aporte térmico promovido pelo processo, de forma que o resfriamento ocorre mais rapidamente do que em relação aos processos com alto aporte de calor. Quando se tem um aumento no aporte térmico, a taxa de resfriamento é reduzida, apresentando os materiais uma maior quantidade e tamanho de grãos e, portanto, conduz-se a propriedades mecânicas alteradas e a uma maior zona afetada pelo calor no substrato. Fesharaki et al. (2018), em seu estudo comparando deposições de IN625 por laser *cladding* e por soldagem TIG, relatou uma espessura da ZTA de aproximadamente 200 μm nesta última, a qual configurou um aumento de praticamente 5 vezes em relação aos valores obtidos naquele estudo para o laser *cladding*.

Na Figura 61 está apresentada a evolução da microestrutura gerada na deposição coaxial do IN625, em uma linha vertical que vai desde a interface entre o material depositado e o substrato até o topo do revestimento. A microestrutura e a cinética de solidificação dos revestimentos depositados variam ao longo da espessura do revestimento e estão diretamente relacionadas com as variáveis do processo, taxa de solidificação e a composição inicial da liga (SANTOS, 2018).

Enquanto durante a solidificação de um metal puro a interface sólido/líquido (S/L) é geralmente planar, a não ser que condições severas de resfriamento sejam impostas, visto que a composição do sólido é igual à do líquido, nas ligas o processo de solidificação ocorre de forma mais complexa. Assim, a morfologia de solidificação na interface S/L pode ser planar, celular, colunar dendrítica e dendrítica equiaxial, dependendo da condição de solidificação e do material envolvidos. Essa evolução é função do super-resfriamento constitucional, fenômeno que ocorre na solidificação de uma liga devido às condições de difusão limitadas das fases sólida e líquida (KOU, 2003; SILVA 2010).

Figura 61 – Evolução microestrutural do revestimento de IN625 por deposição coaxial: (a) interface, (b) solidificação celular, (c) dendritas colunares e (d) dendritas



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

A interface revestimento/substrato, que pode ser observada na Figura 61 (a), é uma região muito importante, visto que nela ocorre uma significativa mudança microestrutural, com considerável gradiente químico, sendo a partir da qual se inicia o processo de solidificação do metal líquido. Observa-se com clareza os limites entre os dois materiais (liga de níquel e aço) e percebe-se a presença de uma estreita zona de transição, na qual não se observa a presença de contornos de grão nem interfaces entre células ou dendritas, o que, segundo Silva (2010), sugeriria uma morfologia de solidificação planar.

Acredita-se que, durante a solidificação, a interface S/L seja estável suficiente para permitir que ocorra o crescimento planar, mesmo que por um pequeno período, que se segue por uma mudança no modo de solidificação de planar para celular, em função do super-resfriamento constitucional. Embora alguns estudos destaquem que para o crescimento planar necessita-se de condições muito estáveis, o Fe e o Ni não apresentam tendência a segregar para o líquido e os teores de Mo e Nb na interface seriam muito baixos. Desta forma, acredita-se que a quantidade de soluto rejeitada à frente da interface S/L poderia não ser suficiente para desestabilizar a interface e permitir o super-resfriamento constitucional (KOU, 2003; SILVA, 2010).

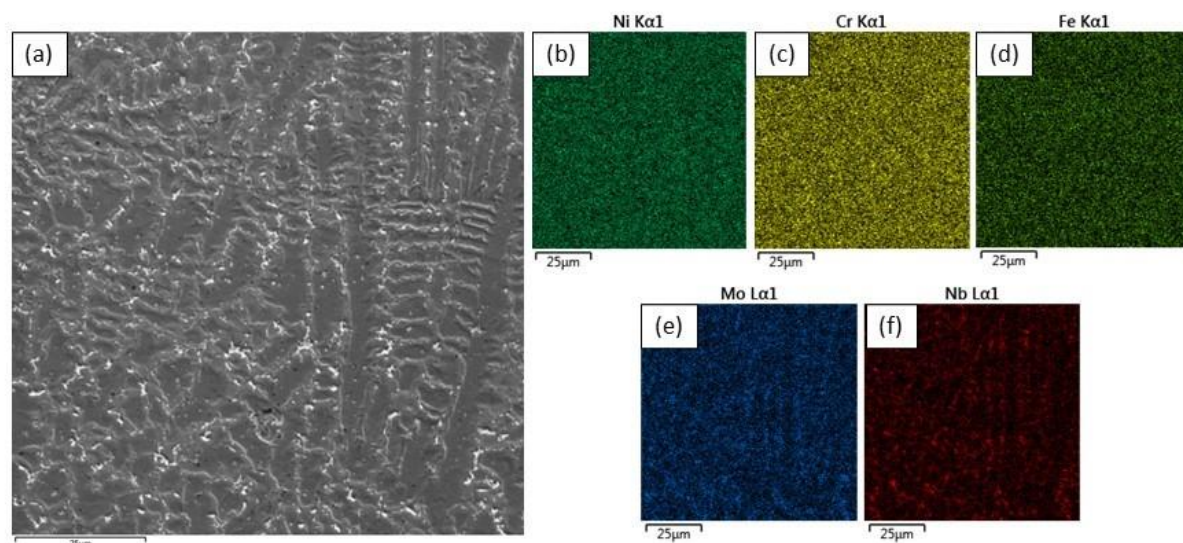
Com a continuação da solidificação, tem-se um maior teor de elementos como Mo e Nb, os quais segregam fortemente para o líquido, tornando a interface S/L instável e alterando o modo de solidificação para um crescimento celular (Figura 61 (b)). Posteriormente, com o avanço da solidificação, em função de uma maior quantidade de soluto segregado na região central do revestimento, tem-se novamente uma mudança no modo de solidificação para o colunar dendrítico, conforme mostrado na Figura 61 (c) (FESHARAKU, 2018; SILVA, 2010).

A orientação cristalográfica da solidificação das dendritas é determinada pela direção do escoamento do calor durante o processo de deposição. Esta direção preferencial é oposta ao sentido do fluxo de calor transferido como função do gradiente máximo de temperatura. Assim, a orientação do crescimento das dendritas indica que o valor é transferido através do substrato, sendo a direção do fluxo de temperatura durante o resfriamento perpendicular à superfície do substrato, provocando a formação do dendrítico direcional. Isso decorre da competição de crescimento das dendritas colunares, havendo uma tendência em certa direção de crescimento, em que crescem mais facilmente e, como a fase γ tem estrutura CFC, é mais propenso o crescimento na direção (100) (FESHARAKI et al., 2018; SANTOS, 2018).

Por fim, ao se aproximar do topo do revestimento (Figura 61 (d)), região de menor gradiente de temperatura, constatou-se o surgimento de dendritas equiaxiais, onde as dendritas primárias não são mais orientadas na direção do fluxo de calor (SANTOS, 2018). A microestrutura dos revestimentos é, portanto, composta basicamente por uma matriz dendrítica.

A Figura 62 apresenta a análise de EDS obtida da região do revestimento de IN625 para investigar com maiores detalhes as características dos depósitos. Os mapas de EDS revelam a segregação do Ni, Cr e Fe para as regiões dendríticas, e a difusão do Mo e Nb para as áreas interdendríticas (regiões de cor mais clara), que são as últimas a se solidificarem e estão distribuídas entre as dendritas, sendo característicos da presença destes elementos de maior peso atômico.

Figura 62 – Análise EDS no revestimento de IN625: (a) imagem de referência MEV, (b) mapa Ni, (c) mapa Cr, (d) mapa Fe, (e) mapa Mo e (f) mapa Nb



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

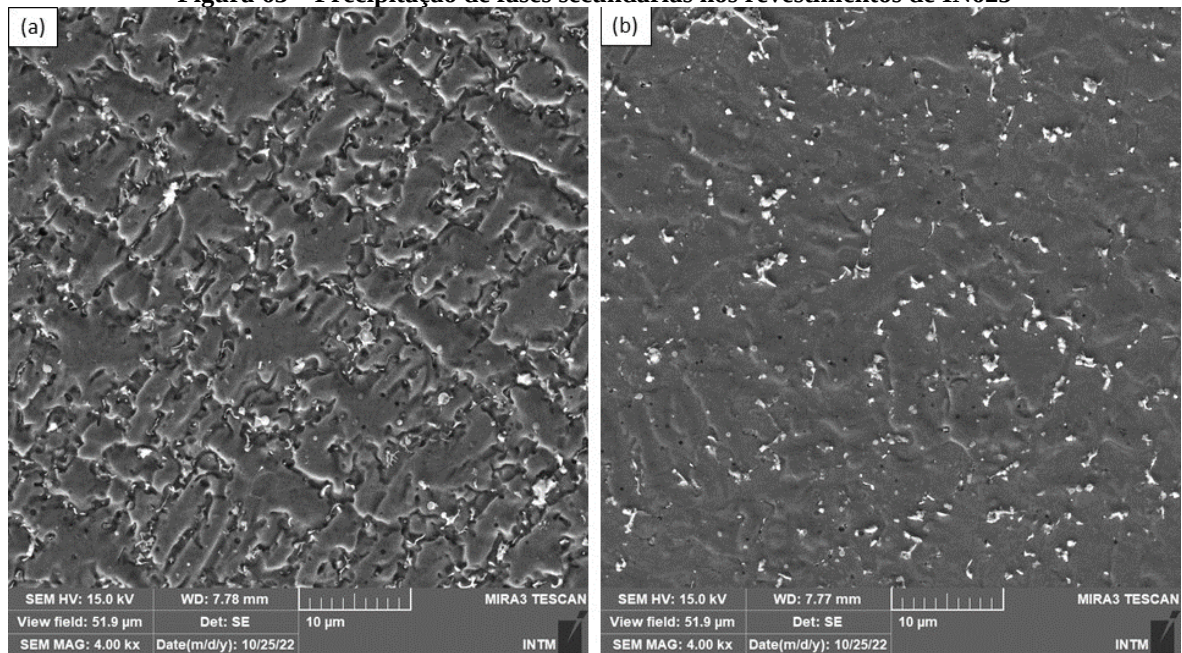
Os revestimentos são então caracterizados por uma microestrutura dendrítica com a formação de fases secundárias nas regiões interdendríticas. Fases secundárias precipitadas nas regiões interdendríticas também foram relatadas nos estudos de Da Silva (2019), a qual promoveu a deposição de revestimentos de IN625 por PTA, e de Raahgini e Verdi (2022), que também aplicou camadas depositadas por laser *cladding*.

É sabido que nas superligas de níquel, como o IN625, ocorre segregação química durante a rápida solidificação e fases secundárias são precipitadas nas regiões interdendríticas. Elementos como Nb, Mo, Si e C, que são os últimos a solidificar, têm uma maior tendência de segregar e são levados à fase líquida durante a solidificação. Ao final, regiões interdendríticas ricas de Nb e Mo são formadas (SOLECKA et al., 2018; RAAHGNI; VERDI, 2022).

Conforme observa-se na Figura 63, os precipitados apresentaram morfologia irregular em função do líquido remanescente, tendo sido observada uma estrutura semelhante a de um eutético. Precipitados com aspecto eutético também foram relatados nos estudos de Silva (2010) e Dupont et al. (2003), tendo sido caracterizados como fase Laves rica em Nb neste último trabalho, embora carbonetos do tipo MC também possam apresentar uma morfologia eutética.

Embora o IN625 seja classificado como uma liga endurecida por solução sólida, também há uma tendência de ocorrer endurecimento por precipitação de fases secundárias, como Laves e carbetos, incluindo MC, M_6C e γ'' , após exposição térmica. Em geral, nos processos de soldagem, em função das altas temperaturas impostas, o IN625 fica mais sensível às mudanças microestruturais, promovendo estas alterações para menores tempos. No entanto, sua presença não pode ser confirmada sem um estudo microestrutural mais aprofundado.

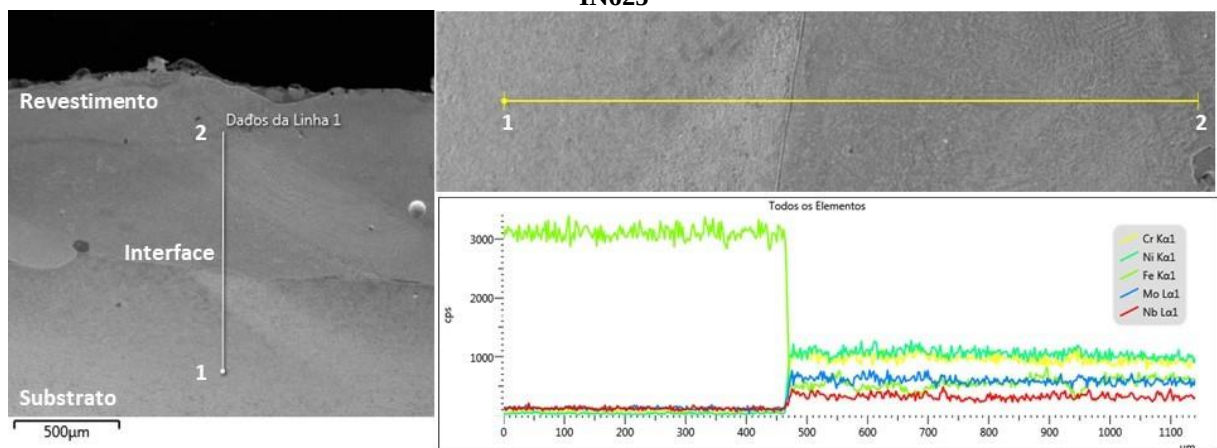
Figura 63 – Precipitação de fases secundárias nos revestimentos de IN625



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Conforme a linha de varredura de EDS da seção transversal do revestimento apresentada na Figura 64, que vai desde o substrato até o revestimento, percebe-se que não há contaminação do Fe do substrato no revestimento. Na região da interface, de transição do substrato para o revestimento, observa-se uma diminuição abrupta do Fe e aumento do Ni e demais elementos característicos do IN625. O Fe foi detectado no revestimento em baixa concentração, visto que este compõe os elementos de liga de Inconel. Tem-se, portanto, uma clara distinção entre o revestimento e o substrato, com uma diluição mínima.

Figura 64 – Análise de EDS de linha da seção transversal ao longo da interface substrato/revestimento de IN625



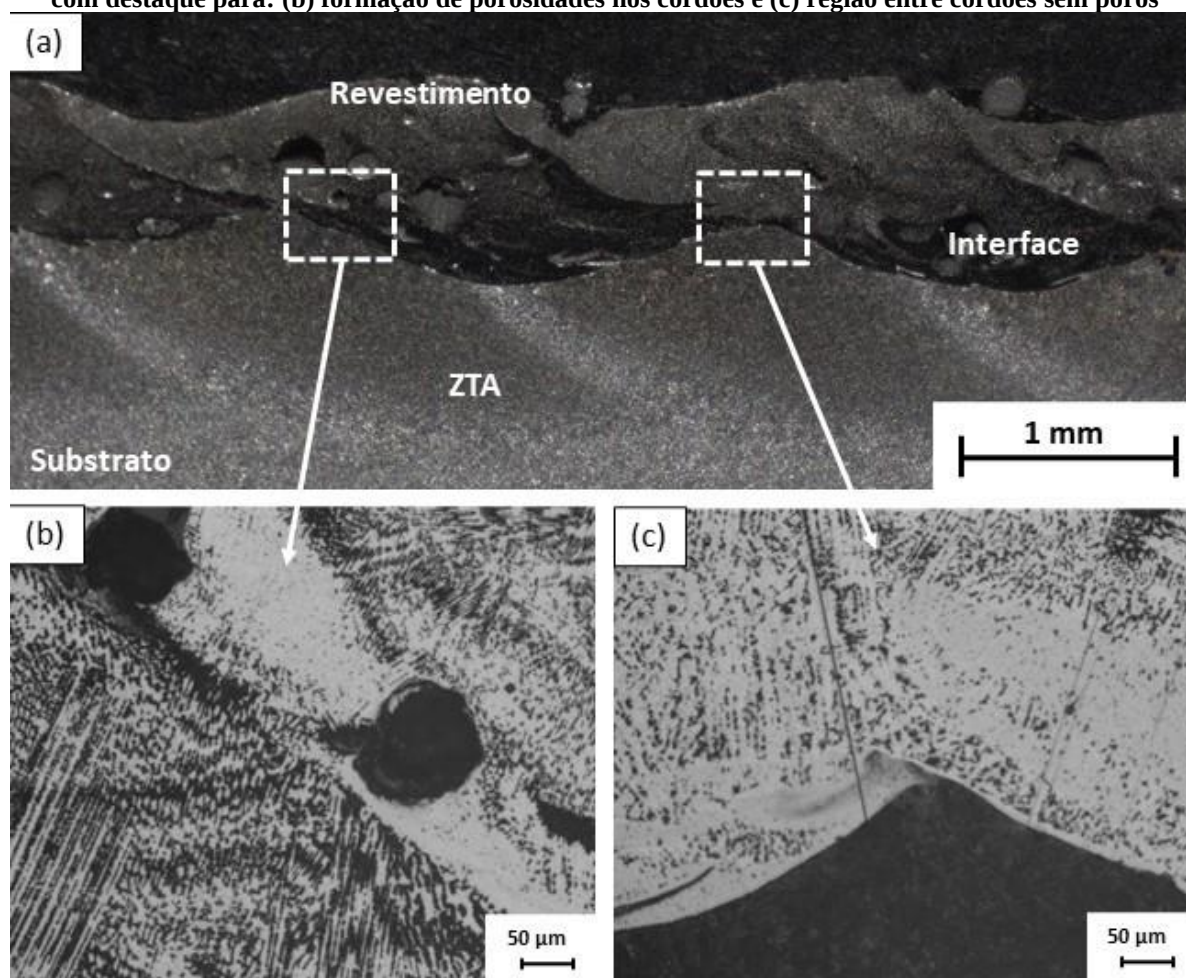
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Desta forma, diante da dispersão dos elementos na interface revestimento/substrato, pode-se inferir que o processo de laser *cladding* coaxial não levou a uma modificação considerável nos materiais utilizados. Isso se justifica pelo baixo aporte térmico da técnica, pela alta taxa de resfriamento e pela pequena ZTA originada do processo.

4.3.3.2 Revestimento da Mistura Mecânica de IN625-5%TiN

Na Figura 65 estão apresentadas imagens de microscopia ótica da seção transversal do revestimento depositado através de injeção simultânea dos pós misturados mecanicamente.

Figura 65 – (a) Seção transversal da deposição coaxial da mistura mecânica com adição de 5% de TiN com destaque para: (b) formação de porosidades nos cordões e (c) região entre cordões sem poros



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Foi observado um grande volume de poros no revestimento (Figura 65 (b)), com diâmetro de aproximadamente 50 µm, estando presentes ao longo de toda a camada, conforme observado macroscopicamente na Figura 57 (b). Como destacado anteriormente, a formação das porosidades neste revestimento é devido à diferença de densidade dos materiais, visto

impossibilita um fluxo de pó uniforme para a zona de fusão, provocando a formação de vazios ao longo de toda a camada. Na região entre cordões, por outro lado, não foi observada a presença de poros, conforme Figura 65 (c).

Apesar da manutenção dos parâmetros em relação à deposição coaxial de IN625, percebe-se um aumento considerável na diluição, que se apresentou em torno de 30%. Essa elevação da diluição se relaciona com a menor quantidade de pó sendo direcionada ao substrato, devido à diferença de densidade e tamanho das partículas dos pó, ocorrendo uma maior transferência de energia diretamente ao substrato. Em função da maior diluição, menos calor atingiu diretamente o substrato e a profundidade da ZTA foi de aproximadamente 70 μm .

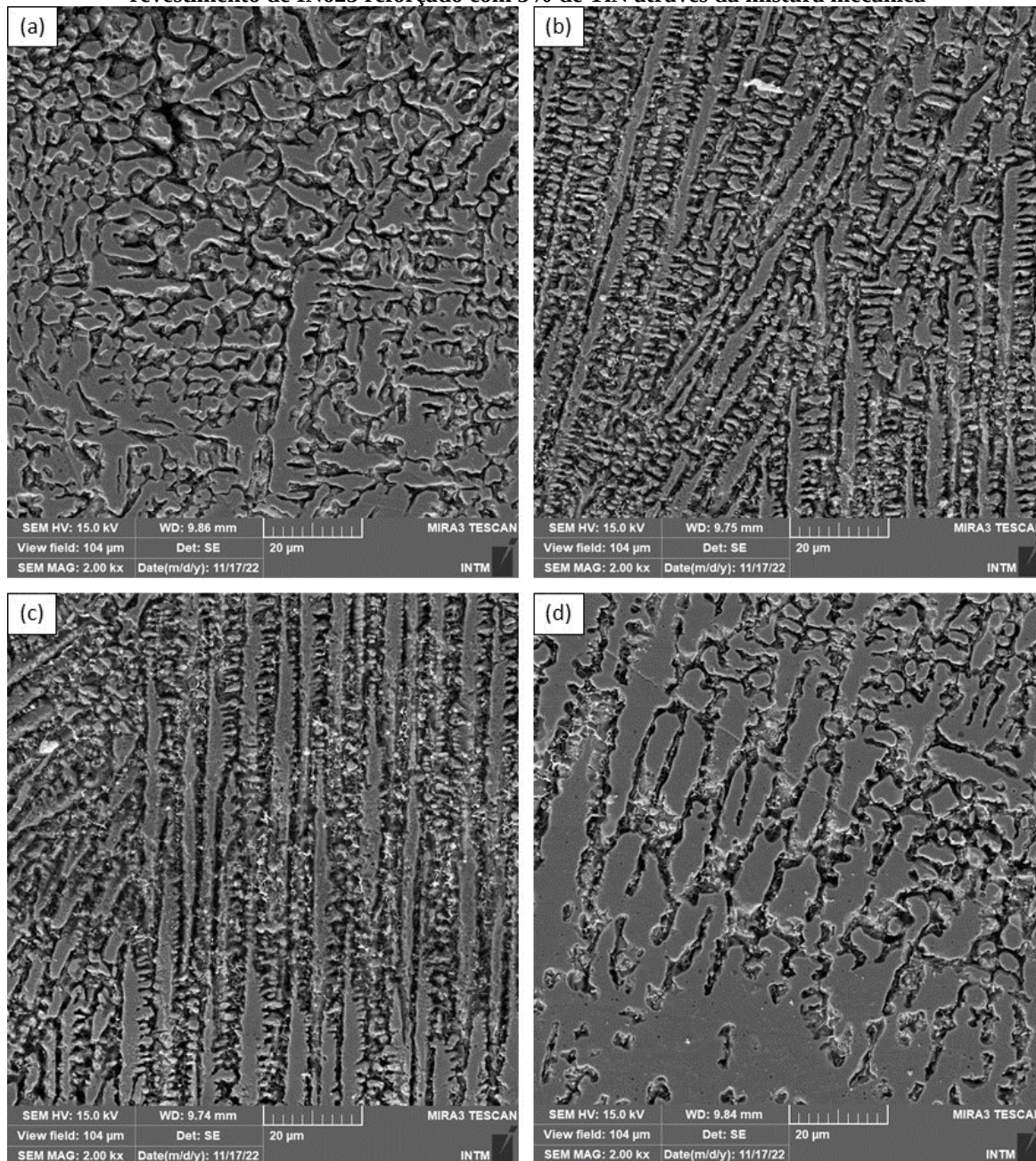
Na Figura 66 estão apresentadas imagens de MEV deste revestimento, retiradas de uma linha vertical, perpendicular à superfície do substrato, que vai desde o topo do revestimento até a sua região inferior, próximo à interface revestimento/substrato.

Primeiramente, observa-se que não foram constatadas diferenças microestruturais significativas em relação à deposição coaxial do IN625 sem adição de material de reforço, a não ser o aparecimento de uma morfologia celular dendrítica. Assim, o revestimento é composto por uma estrutura dendrítica. Percebe-se que próximo ao topo do revestimento, região de menor gradiente térmico, há a formação de uma estrutura dendrítica equiaxial, devido ao maior nível do superresfriamento constitucional (Figura 66 (a)).

Indo em direção ao substrato, na região intermediária do revestimento, com maior gradiente térmico e taxa de solidificação em relação ao topo do revestimento, observa-se uma modificação da microestrutura para uma estrutura dendrítica colunar direcional com dendritas secundárias (Figura 66 (b) e (c)). Ao se aproximar da interface, percebe-se uma nova mudança no modo de solidificação para uma morfologia aparente celular dendrítica, com uma certa direção cristalográfica, detectada apenas em uma região limitada.

Na direção oposta do revestimento de IN625, a formação de fases precipitadas na região interdendrítica não se mostrou tão evidente na deposição coaxial com a mistura mecânica. Segundo Antoszczyszyn (2014), o percentual de fases secundárias é reduzido com o aumento da diluição, devido ao maior aporte térmico, tendo sido esta mesma tendência confirmada por Da Silva (2019). Esse comportamento decorre do fato de que, ao aumentar a diluição, aumenta-se o percentual do Fe do substrato no revestimento, reduzindo a solubilidade dos elementos Nb e Mo e, portanto, a formação de fases secundárias é reduzida. Assim, a diminuição nas frações precipitadas para a deposição coaxial da mistura mecânica pode ser relacionada com o aumento da diluição, que se mostrou aproximadamente 3 vezes maior em relação à deposição do IN625 sem adição de metal de reforço.

Figura 66 – Microestrutura: (a) topo do revestimento com dendritas equiaxiais, (b)(c) região intermediária com dendritas colunares e (d) região inferior com morfologia celular dendrítica para o revestimento de IN625 reforçado com 5% de TiN através da mistura mecânica



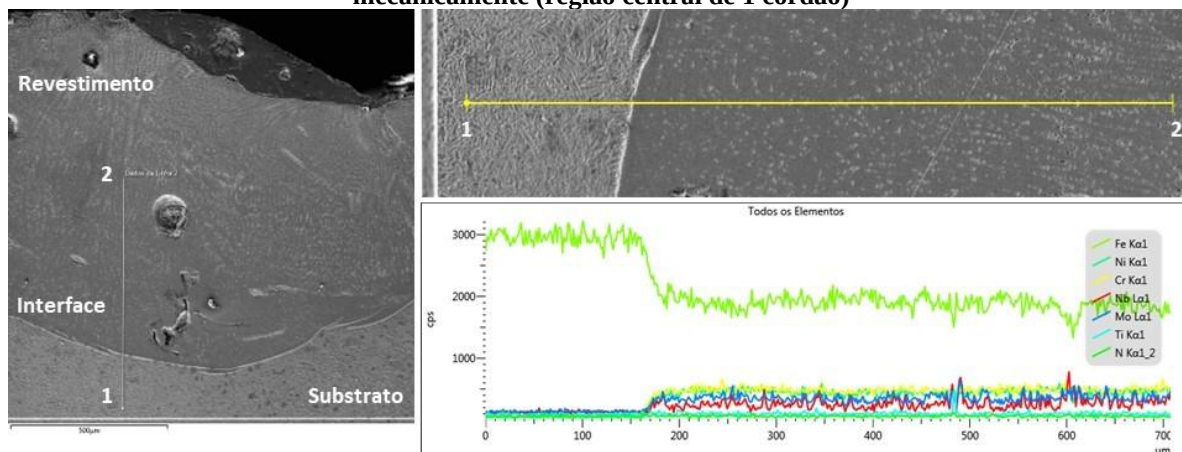
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

A fim de avaliar a difusividade dos elementos, foram realizadas duas linhas de varredura de EDS da seção transversal, conforme mostrado nas Figuras 67 e 68, respectivamente.

Percebe-se na primeira linha de EDS (Figura 67), na região central de 1 cordão, que na interface ocorre uma transição gradual do substrato para o revestimento, com a diminuição do Fe e elevação dos elementos da liga de níquel. No entanto, há uma identificação relevante do Fe na camada depositada, indicando que houve difusão do Fe no revestimento, o que não é desejável. A fusão excessiva do Fe no revestimento promove uma maior oxidação e a formação

de óxidos de Fe, ocasionando a redução na resistência à corrosão e ao desgaste, além de ser de suma importância para formação de fases Laves (SANTOS, 2018; SOLECKA et al., 2018).

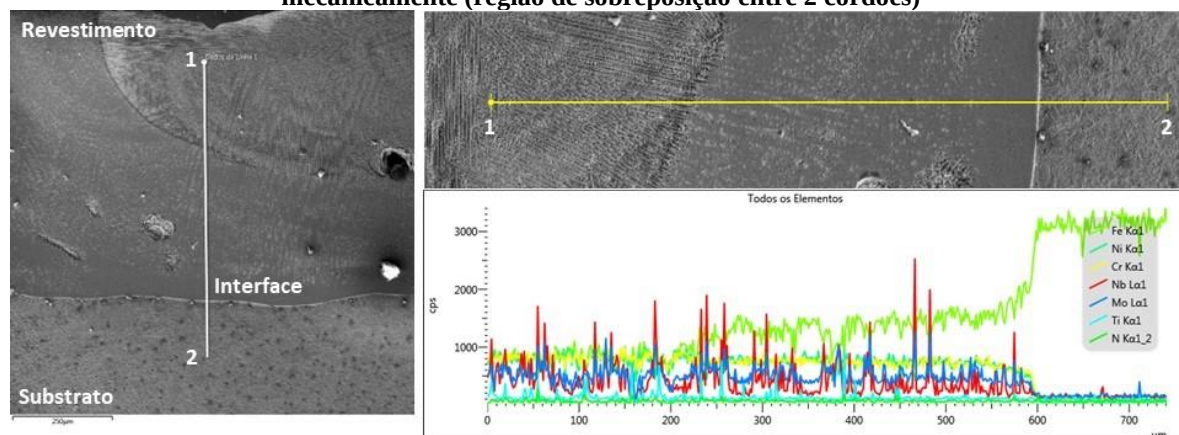
Figura 67 – EDS de linha da seção transversal do revestimento de IN625 com TiN misturado mecanicamente (região central de 1 cordão)



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Na Figura 68 a linha vertical de varredura de EDS na seção transversal do revestimento está na região de sobreposição entre dois cordões. Novamente, observa-se uma transição gradual na interface revestimento/substrato, com diminuição do Fe do substrato e aumento dos elementos de liga do IN625, com o Fe difundido na camada depositada. Percebe-se ainda que, ao sobrepor dois cordões ocorre uma redução na concentração de Fe para o cordão posterior.

Figura 68 – EDS de linha da seção transversal do revestimento de IN625 com TiN misturado mecanicamente (região de sobreposição entre 2 cordões)



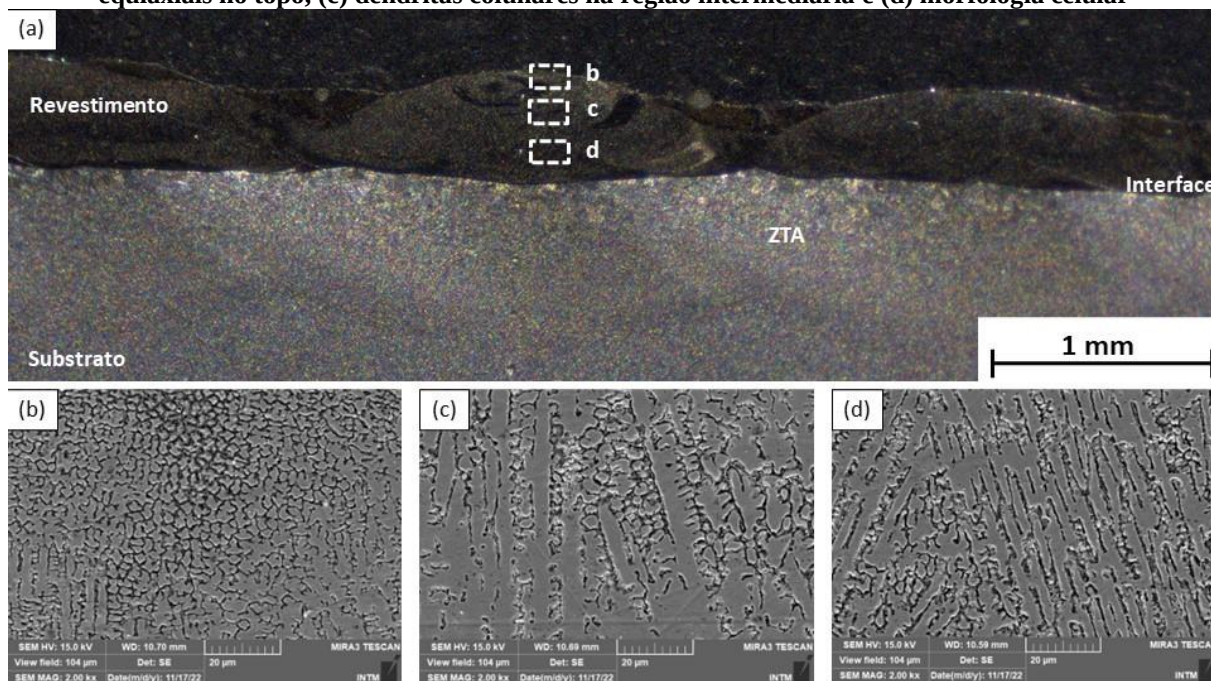
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Visto que a deposição coaxial da mistura mecânica não apresentou resultados satisfatórios, com alta quantidade de porosidade e grande deterioração da camada revestida pela difusão do Fe, esta não será aplicada nas futuras análises.

4.3.3.3 Revestimento Pré-depositado de IN625-5%TiN com 1000W

A Figura 69 apresenta a evolução microestrutural do revestimento pré-depositado do pó compósito de IN625 com 5% de TiN, aplicando uma potência do laser de 1000W.

Figura 69 – Evolução microestrutural do revestimento pela técnica de pré-deposição do IN625 com 5% de TiN, com potência de 1000 W, apresentando (a) seção transversal do revestimento, (b) dendritas equiaxiais no topo, (c) dendritas colunares na região intermediária e (d) morfologia celular



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Percebe-se que, embora tenha sido aplicado o processo de laser *cladding* em duas etapas, e independentemente de se ter adicionado o TiN como reforço, a microestrutura do revestimento pré-depositado é semelhante à obtida pelo método de deposição com injeção contínua dos pós para o IN625. Próximo ao topo do revestimento a microestrutura consiste em uma estrutura dendrítica equiaxial (Figura 69 (b)). Na região intermediária a microestrutura passa a ser formada por dendritas colunares (Figura 69 (c)) e, ao se aproximar da interface revestimento/substrato, se apresenta como uma morfologia celular (Figura 69 (d)).

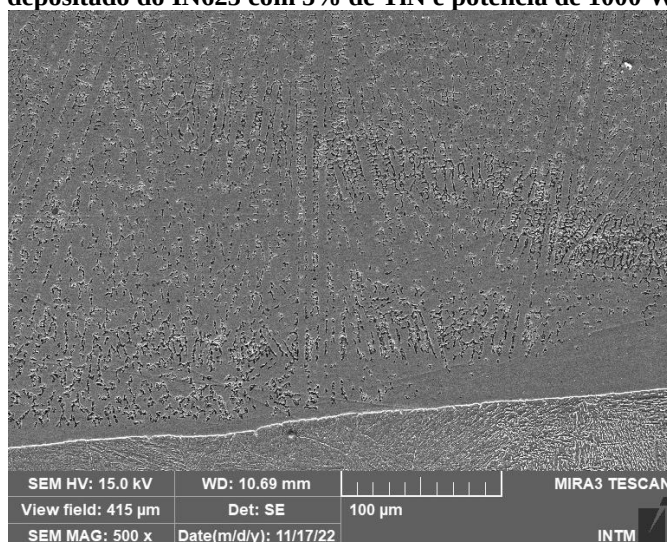
No entanto, diferentemente da deposição coaxial do IN625, a formação de fases secundárias não se apresentou tão evidente. Como efeito da adição do TiN e do aumento da diluição com aumento do percentual do Fe no revestimento, ocorre a redução da solubilidade do Nb e Mo, diminuindo a precipitação de fases secundárias.

Como função da menor potência em relação à deposição coaxial, houve redução da profundidade da ZTA para 55 µm. Ainda, embora tenha sido aplicada uma menor potência, em

função da menor espessura de camada obtida, percebe-se um aumento na diluição em relação a deposição coaxial do IN625 sem reforço, passando a ser de aproximadamente 20%.

Na Figura 70 observa-se a região da interface entre revestimento e substrato, apresentando uma boa ligação metalúrgica, com a formação de interface planar.

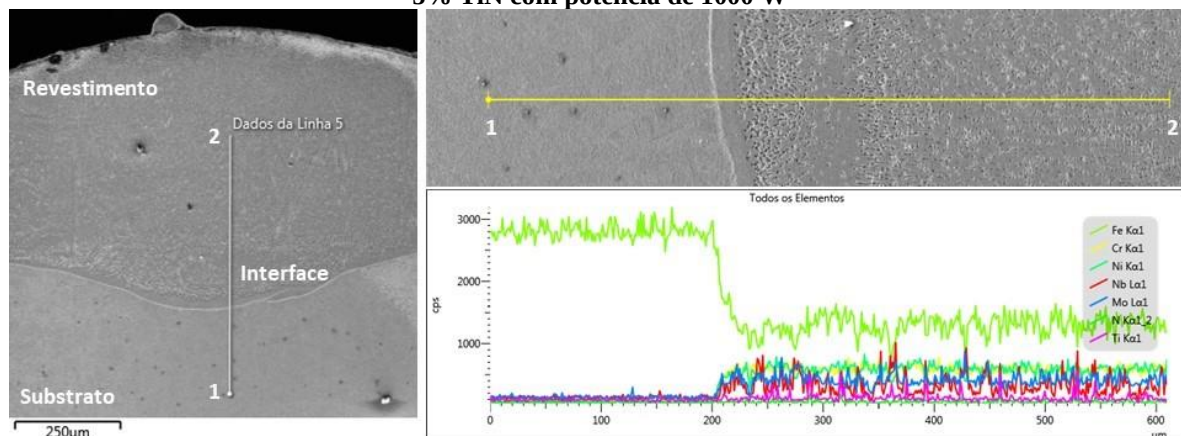
Figura 70 – Interface revestimento/substrato na sobreposição de dois cordões para o revestimento pré-depositado do IN625 com 5% de TiN e potência de 1000 W



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

A linha de varredura de EDS da seção transversal de um cordão para verificar a difusividades dos elementos está apresentada na Figura 71. Observa-se novamente que há uma transição gradual, com diminuição do Fe e aumento dos elementos Ni, Cr, Mo e Nb do revestimento. Neste revestimento, observa-se difusão do Fe para o revestimento, o que proporcionaria uma redução na resistência ao desgaste da camada. Ainda, apesar do baixo percentual adicionado, identifica-se a presença do Ti como elemento do reforço.

Figura 71 – EDS de linha da seção transversal do revestimento pré-depositado de IN625 com adição de 5% TiN com potência de 1000 W

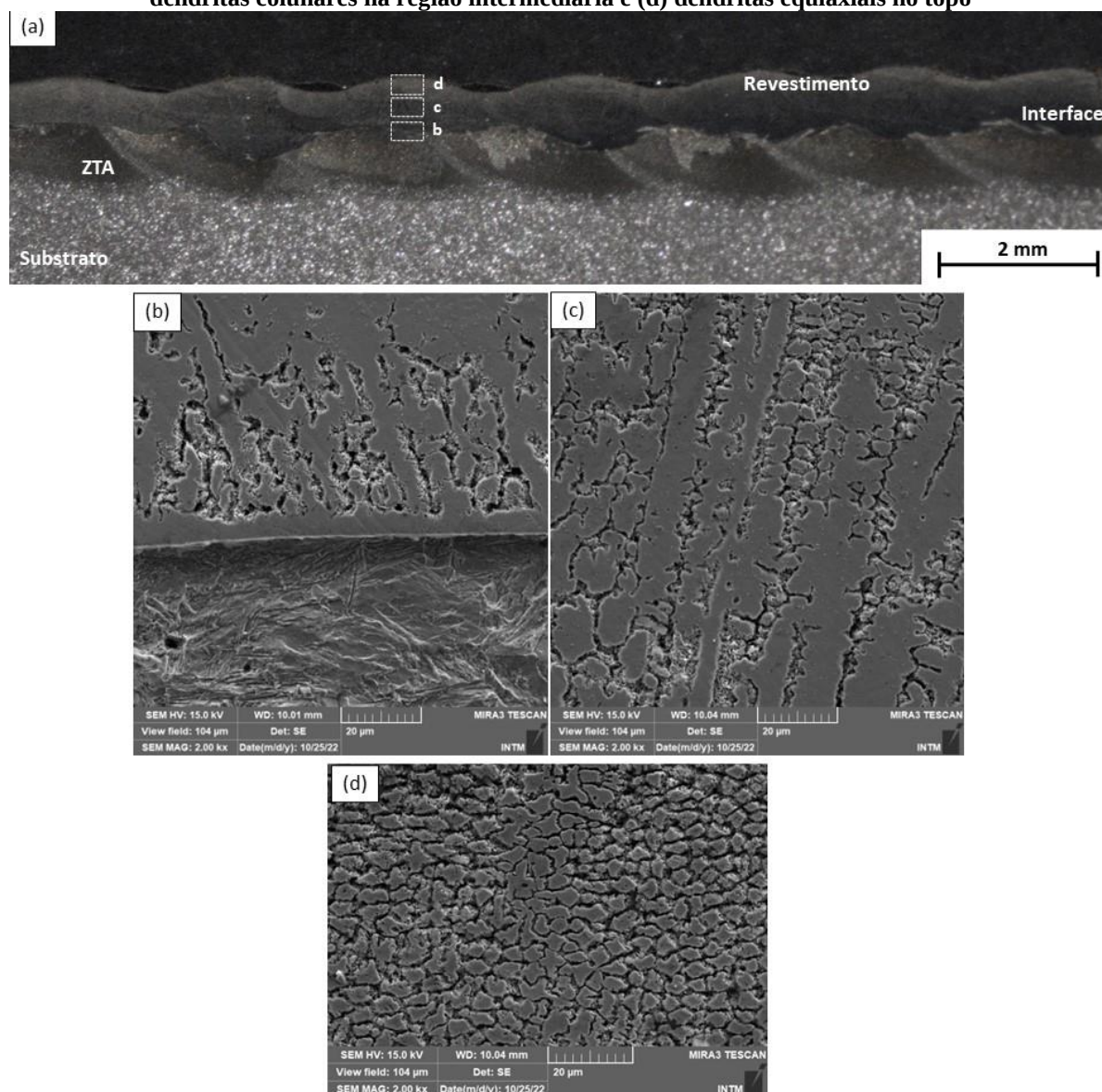


Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

4.3.3.4 Revestimento Pré-depositado de IN625-5%TiN com 1500W

A Figura 72 apresenta a evolução microestrutural do revestimento pré-depositado do compósito de IN625 com adição de 5% de TiN para uma potência do laser de 1500W.

Figura 72 – Evolução microestrutural do revestimento pela técnica de pré-deposição do IN625 com 5% de TiN, com potência de 1500 W, apresentando (a) seção transversal do revestimento, (b) interface planar, (c) dendritas colunares na região intermediária e (d) dendritas equiaxiais no topo



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

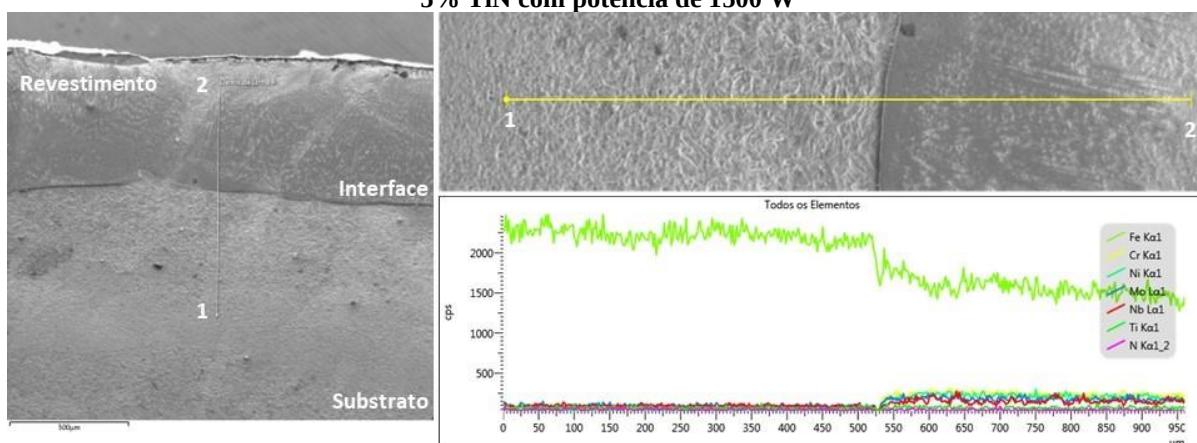
A evolução microestrutural se assemelha àquela descrita para o revestimento pré-depositado com adição de 5% de TiN para uma potência do laser de 1000 W. Na interface revestimento/substrato percebe-se nitidamente os limites entre os dois materiais, sendo que no interior do cordão nota-se a presença de uma zona de transição. Essa zona é composta por uma região em que não se observam contornos de grão nem interface entre células ou dendritas, cuja

morfologia sugere uma solidificação planar (Figura 72 (b)). Com o avanço da solidificação, ocorre uma alteração no modo de solidificação para uma morfologia colunar dendrítica, em função da maior quantidade de soluto segregado (Figura 72 (c)). Por fim, próximo ao topo do revestimento, devido ao aumento no nível do super-resfriamento constitucional, observa-se uma mudança no modo de solidificação para dendritas equiaxiais (Figura 72 (d)).

Observa-se, ainda, que devido à aplicação de uma potência mais elevada, é facilmente perceptível um aumento na diluição do substrato em relação à pré-deposição com 1000 W de potência. A diluição, no entanto, não se mostrou uniforme, variando entre 15% e 35%. Em função da maior diluição e menor quantidade de calor afetando diretamente o substrato, a profundidade da ZTA foi de aproximadamente 60 μm .

Com relação à avaliação da difusividade dos elementos, a linha de varredura de EDS da seção transversal está apresentada na Figura 73.

Figura 73 – EDS de linha da seção transversal do revestimento pré-depositado de IN625 com adição de 5% TiN com potência de 1500 W



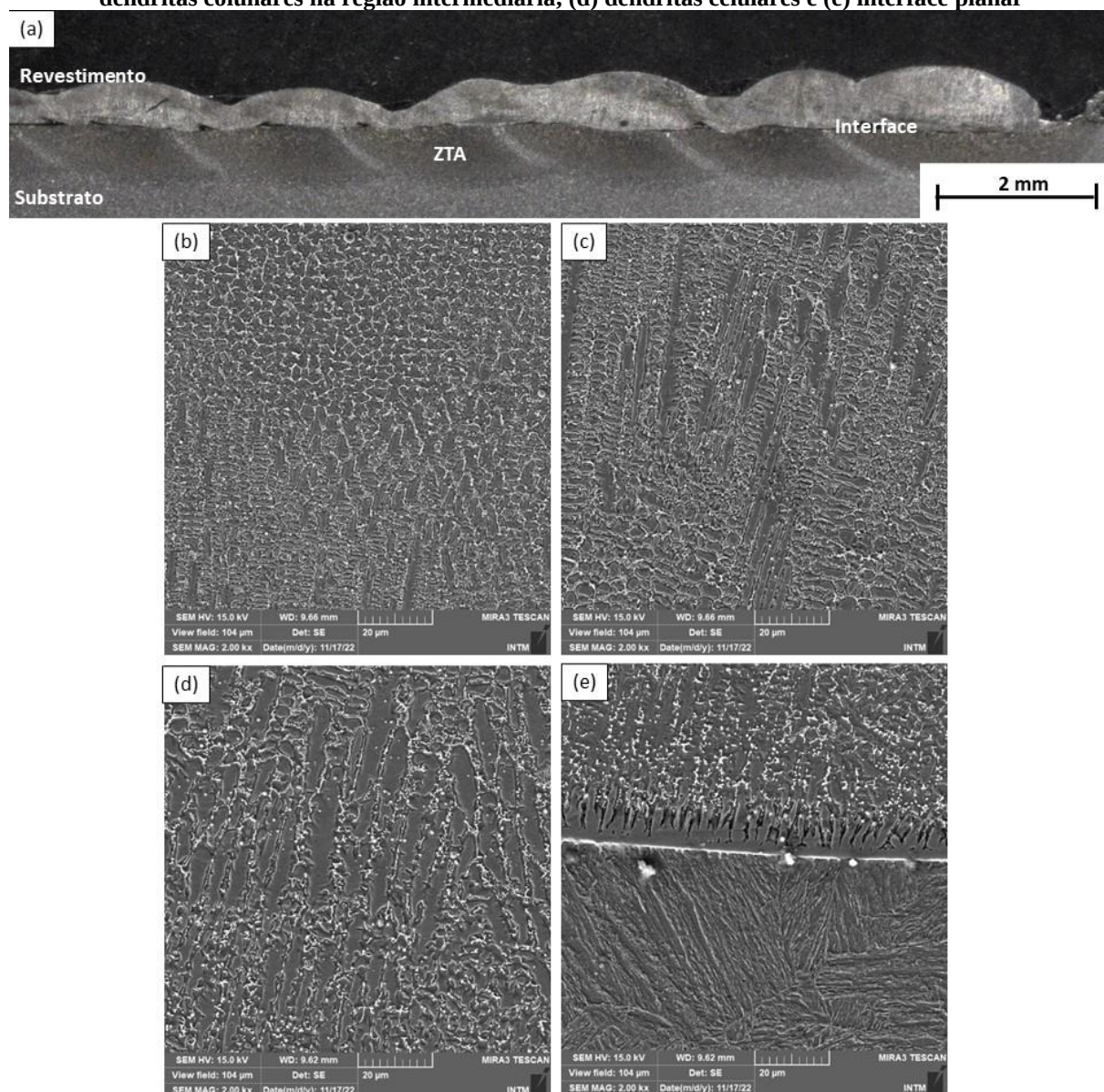
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Para a pré-deposição com adição de 5% de TiN e uma potência de 1500 W percebe-se a clara presença do elemento Fe no revestimento, como consequência da sua difusão. Mesmo avaliado em um cordão com menor grau de diluição, percebe-se uma considerável presença do Fe na camada depositada. Esse fenômeno ocorre como função da mistura dos materiais líquidos, via efeito Marangoni. Em geral, quanto maior a diluição, maior a mistura dos materiais líquidos via efeito Marangoni, promovendo a difusão de material para a camada, alterando sua composição química e, consequentemente, as propriedades da camada (TEIXEIRA, 2021). Assim, percebe-se que o aumento na potência do laser, que tende a promover maiores valores de diluição, aumenta este efeito, levando a uma maior concentração do Fe no revestimento ao longo de toda sua espessura.

4.3.3.5 Revestimento Pré-depositado de I625-10%TiN com 1000W

Na Figura 74 está apresentada a evolução microestrutural do revestimento pré-depositado do pó composto de IN625 com adição de 10% de TiN com uma potência do laser de 1000W.

Figura 74 – Evolução microestrutural do revestimento por pré-deposição do IN625 com 10% de TiN, com potência de 1000 W, apresentando (a) seção transversal, (b) dendritas equiaxiais no topo do cordão, (c) dendritas colunares na região intermediária, (d) dendritas celulares e (e) interface planar



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

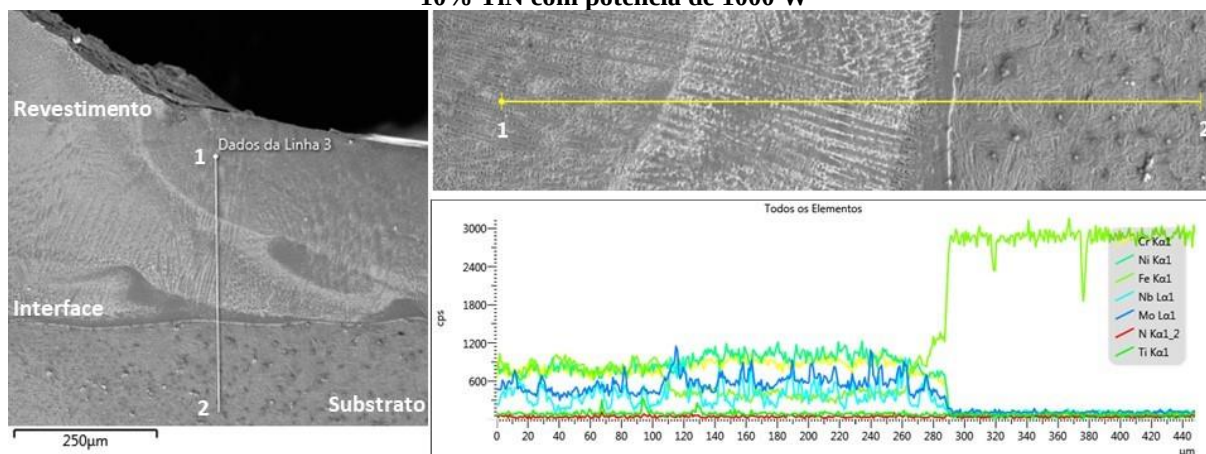
A evolução microestrutural se assemelha aos revestimentos descritos anteriormente. Desta forma, próximo ao topo do revestimento a microestrutura consiste em uma estrutura dendrítica equiaxial, sem direção dos grãos, em função do maior nível de superresfriamento

constitucional (Figura 74 (b)). Na região intermediária do revestimento, ocorre uma modificação no modo de solidificação para uma morfologia de dendritas colunares, enquanto ao se aproximar da interface revestimento/substrato, percebe-se a presença de uma morfologia celular dendrítica (Figuras 74 (c) e (d), respectivamente). Na Figura 74 (e) tem-se a região da interface revestimento/substrato, na qual pode se observar com clareza os limites entre os dois materiais e percebe-se a presença de uma estreita zona de transição, sem a presença de contornos de grão nem interfaces entre células ou dendritas, sugerindo uma morfologia de solidificação planar (SILVA, 2010).

A diluição dos cordões se apresentou numa faixa de aproximadamente 15-20%, semelhante ao revestimento com adição de 5% de TiN para a mesma potência do laser. Desta forma, o aumento na adição de reforço não apresentou influência na diluição do cordão. Por outro lado, a ZTA foi levemente superior, apresentando uma profundidade de 65 μm . Assim, o aumento no percentual de reforço sugere uma maior ZTA no substrato.

A difusidade dos elementos conforme a linha de varredura de EDS da seção transversal é mostrada na Figura 75.

Figura 75 – EDS de linha da seção transversal do revestimento pré-depositado de IN625 com adição de 10% TiN com potência de 1000 W



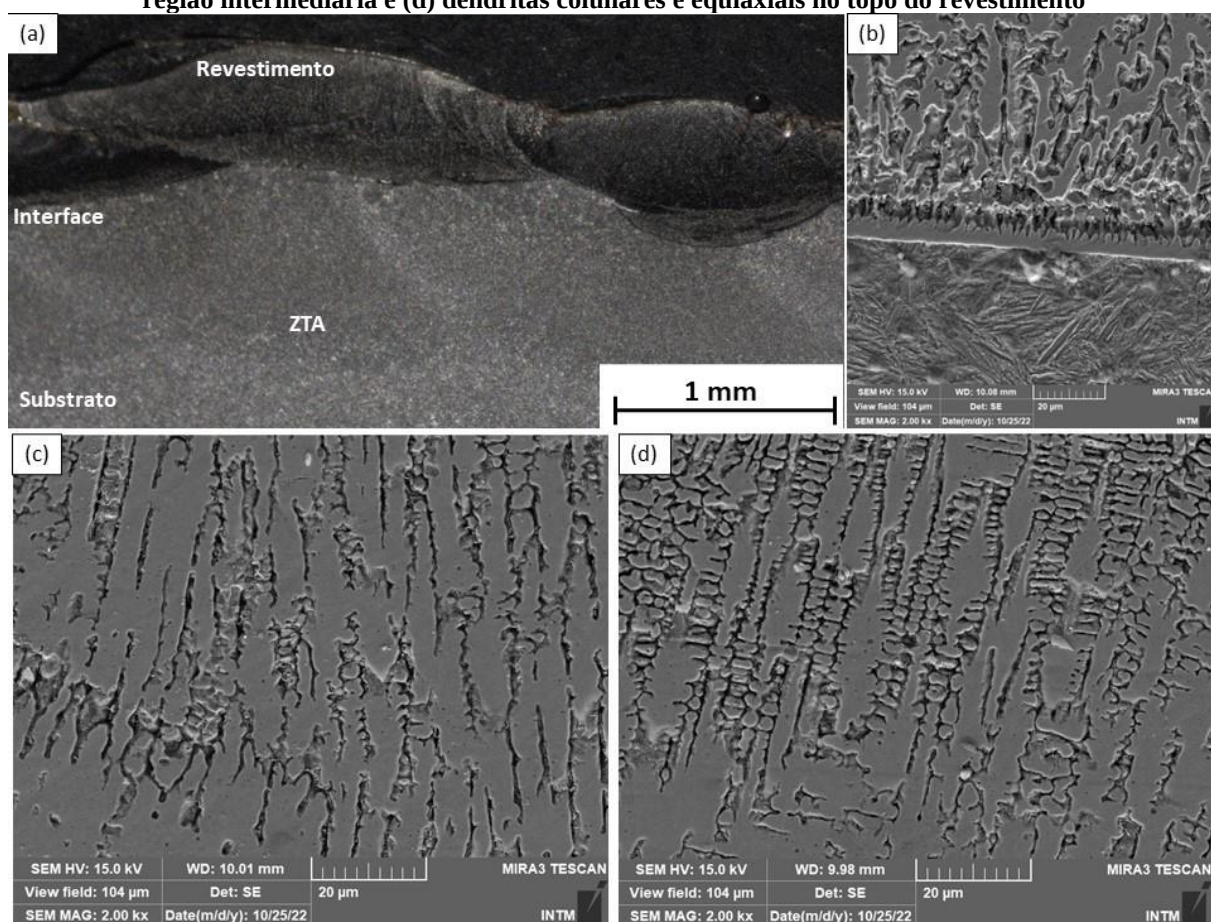
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Para esta condição de deposição pode-se observar, semelhantemente à deposição por injeção contínua dos pós do IN625, uma clara transição abrupta do revestimento para o substrato. Assim, diante da baixa concentração do Fe na camada depositada, pode-se inferir que não houve difusão significativa do Fe no revestimento, sendo a única camada pré-depositada que apresentou essa característica. Desta forma, espera-se um revestimento com melhores propriedades, especificamente quanto a resistência ao desgaste.

4.3.3.6 Revestimento Pré-depositado de I625-10%TiN com 1500W

Na Figura 76 está apresentada a evolução microestrutural do revestimento pré-depositado de IN625 com adição de 10% de TiN com uma potência do laser de 1500W. Conforme detalhado nos tópicos anteriores, visto que não há mudança significativa no gradiente de temperatura e demais características operacionais, também se obtém uma microestrutura dendrítica no revestimento de IN625.

Figura 76 – Evolução microestrutural do revestimento por pré-deposição do IN625 com 10% de TiN, com potência de 1500 W, apresentando (a) seção transversal, (b) interface planar, (c) dendritas colunares na região intermediária e (d) dendritas colunares e equiaxiais no topo do revestimento



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

A interface revestimento/substrato, na Figura 76 (b), apresenta um considerável gradiente químico, sendo a partir da qual se inicia o processo de solidificação do metal líquido e na qual percebe-se uma estreita zona de transição, sugerindo uma morfologia de solidificação planar (SILVA, 2010). Com a continuação da solidificação, tem-se um maior teor de elementos como Mo e Nb, os quais segregam fortemente para o líquido, alterando o modo de solidificação

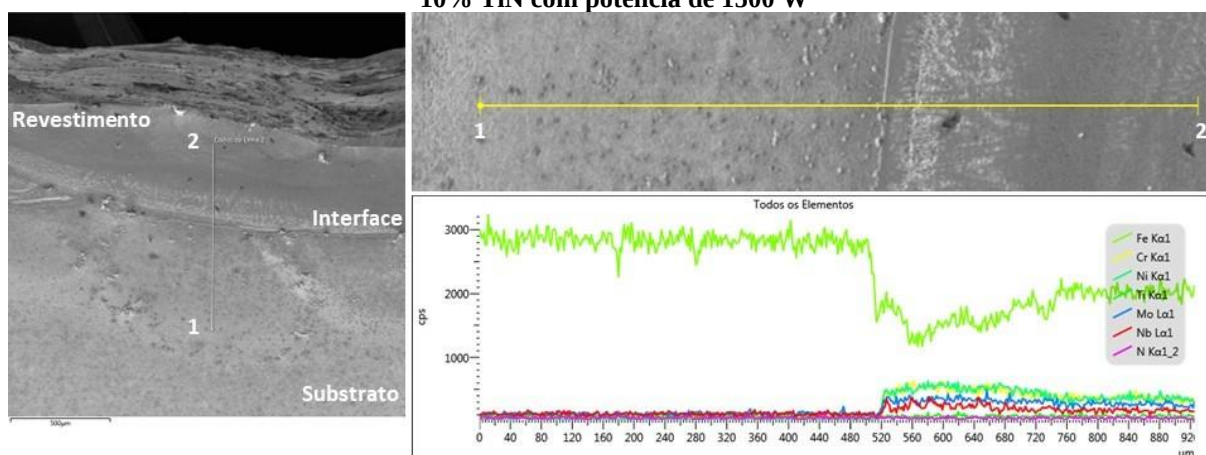
para um crescimento colunar dendrítico e, no topo do revestimento, dendritas equiaxiais e colunares (Figura 76 (c) e (d)).

Como dito anteriormente em relação à deposição com menor potência aplicada, a diluição se mostrou menos uniforme para maiores potências, com grau de diluição nos cordões variando entre 25% e 35%. A profundidade da ZTA foi de 80 μm , aumentando com o aumento da potência aplicada e do percentual de reforço adicionado.

Em todos os revestimentos pré-depositados, portanto, a ZTA foi menor que a obtida para o revestimento por injeção contínua do IN625. No entanto, Zhang et al. (2023) relatou uma ZTA levemente maior no revestimento com adição do reforço em relação ao IN625 puro. Neste estudo, o reforço aplicado foi de WC, de forma que o aumento no percentual de carbono promove um aumento na difusividade térmica do revestimento. Quanto maior a difusividade, maior a habilidade de difundir e transferir calor, sendo maior a região afetada pelo calor e, portanto, levando a maiores profundidades de ZTA. O TiN, por outro lado, apresenta uma baixa condutividade térmica e, conseqüentemente, uma baixa difusividade térmica.

Na Figura 77 está apresentada a linha de EDS para este revestimento, mostrando que, mesmo tendo sido selecionado um cordão com menor grau de diluição, este se caracteriza pela difusão do Fe do substrato na camada de revestimento.

Figura 77 – EDS de linha da seção transversal do revestimento pré-depositado de IN625 com adição de 10% TiN com potência de 1500 W



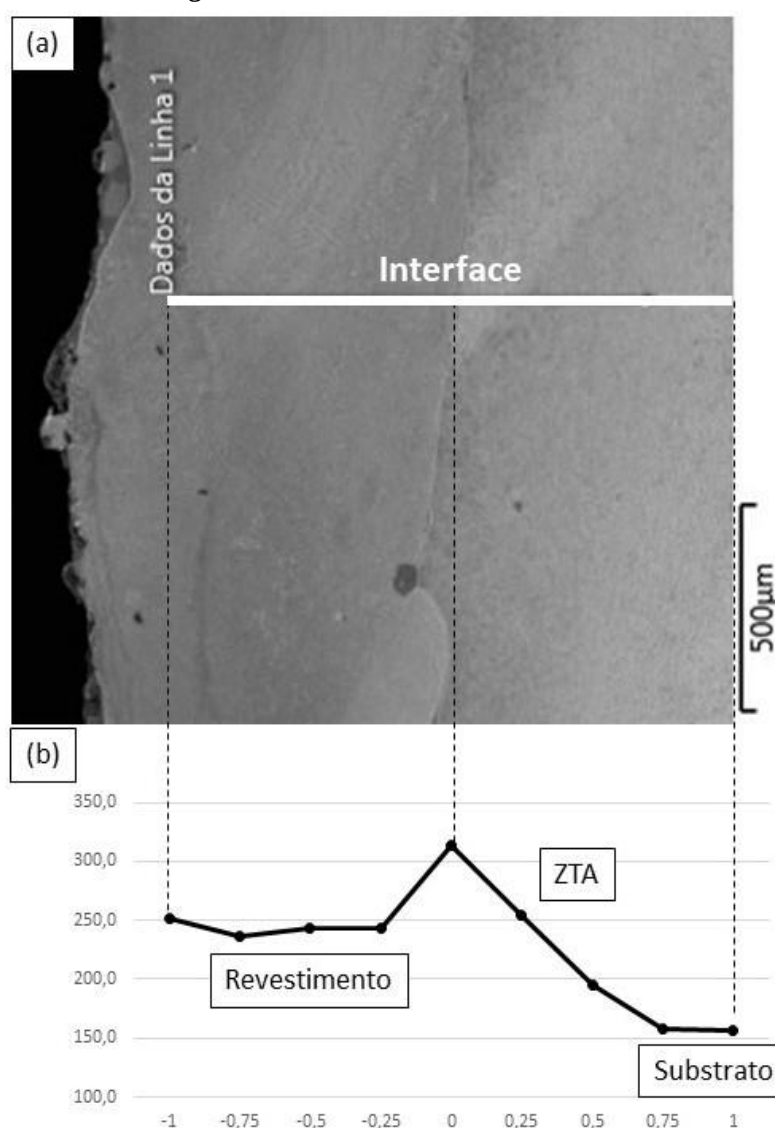
Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

A difusão excessiva do Fe nos revestimentos, como dito nas demais situações em que ocorreu, não é desejável, visto que promove a deterioração das propriedades do IN625, material mais nobre. Essa deterioração será avaliada nas seções a seguir, conforme as análises de microdureza e resistência ao desgaste dos revestimentos.

4.3.4 Microdureza Vickers

A Figura 78 apresenta o perfil vertical de microdureza, desde o topo do revestimento até o substrato, da seção transversal do revestimento depositado por injeção contínua do pó de IN625. Os pontos foram calculados pela média de 3 testes, sendo a posição 0 correspondente à medição de dureza na ZTA, logo abaixo da interface entre o revestimento e o substrato.

Figura 78 – Perfil de microdureza do IN625



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

A distribuição de dureza é composta por 3 regiões: revestimento, zona termicamente afetada (ZTA) e substrato (da esquerda para a direita, conforme detalhado na Figura 82 (b)). Observa-se que, na região do revestimento, ao longo da altura da camada depositada, a deposição por injeção contínua dos pós de IN625 promoveu apenas uma pequena flutuação da

dureza (240 – 250 HV). A maior dureza encontrada no perfil residiu na região da ZTA. A dureza, então, decaiu até gradualmente até atingir a região do substrato não afetada pelo processo, cuja dureza é de aproximadamente 160 HV.

Diferentemente do presente estudo, Feng et al. (2017) identificou a formação de quatro regiões, diante do aparecimento de uma zona de diluição do Fe, com dureza reduzida em relação ao restante da espessura do revestimento. Deng et al. (2017) também relatou que, para a deposição de IN625, houve uma queda na dureza na parte inferior do revestimento, ao se aproximar da interface. No entanto, conforme a linha de varredura de EDS apresentada na Figura 68, não pôde ser constatada difusão do Fe no revestimento de IN625. Esse revestimento apresentou uma baixa diluição, de forma que não há queda significativa da dureza ao se aproximar da interface.

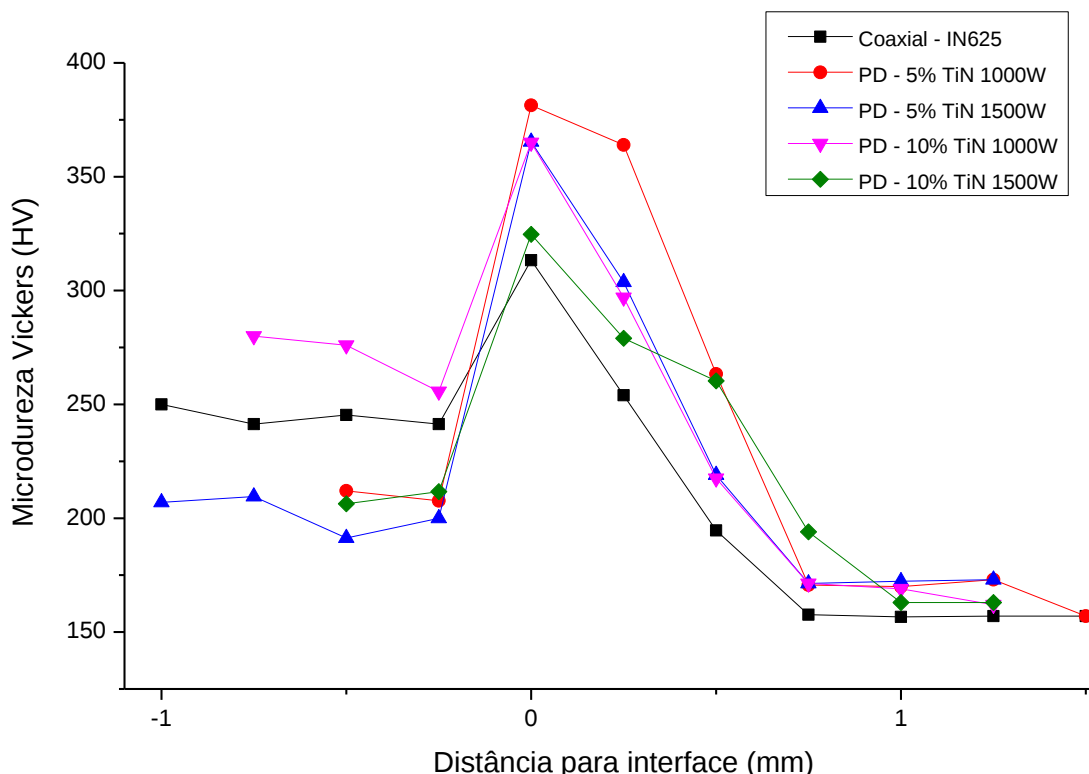
A uniformidade de dureza ao longo da altura do revestimento também foi observada no estudo de Zhang et al. (2023). Nesse estudo, em que também foi realizada a deposição de IN625 por laser *cladding*, obteve-se apenas uma pequena flutuação de dureza, com média de 258,9 HV, pouco superior à obtida no presente estudo, apesar das diferenças no procedimento experimental.

A ZTA é a região que fica próxima à zona fundida e que sofre alterações microestruturais devido ao ciclo térmico produzido no processo de deposição, sendo que as alterações são dependentes do tipo de metal de base, do procedimento para execução do depósito e do processo de soldagem utilizado.

O aço A-36, metal de base utilizado no presente estudo, é originalmente composto por uma matriz ferrítica com pequenas colônias de perlita, com tamanho de grão bastante reduzido. Na ZTA há uma significativa mudança microestrutural, devido ao aporte térmico e pelas grandes taxas de extração de calor atrelados ao processo a laser. Essa mudança microestrutural levou ao aumento da dureza na região. Conforme descreve Zhang et al., 2023, esse aumento de dureza na ZTA em relação ao substrato não afetado estaria relacionado com os mecanismos de endurecimento da liga: refinamento do grão, formação de precipitados e endurecimento por solução sólida, pela difusão dos componentes do metal de adição no substrato.

A Figura 79 demonstra os perfis verticais de microdureza na seção transversal dos revestimentos, desde o revestimento até atingir o substrato não afetado, para os diferentes percentuais de TiN adicionados na liga de IN625 e as duas formas de deposição utilizadas no estudo. Apesar de pequenas flutuações, o comportamento foi semelhante para todas as deposições, com aumento de dureza no revestimento em relação ao substrato, sendo a dureza mais elevada presente na ZTA.

Figura 79 – Distribuição de microdureza nas seções transversais dos revestimentos depositados com diferentes percentuais de reforço e formas de deposição



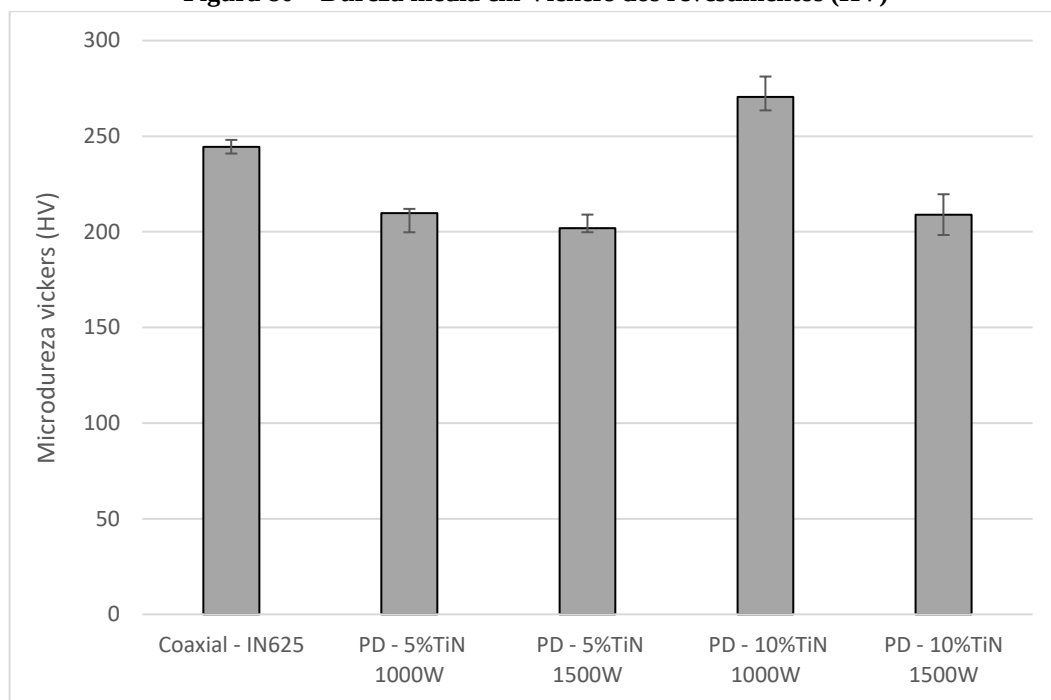
Primeiramente, pode-se perceber que a maioria dos revestimentos não apresentaram a quarta região citada, que surgiria em função da diluição do Fe do substrato em uma estreita área do cordão. Apenas a camada pré-depositada com adição de 10% de TiN para 1000 W de potência do laser apresentou uma curva mais gradual na transição do Fe numa estreita região do revestimento, conforme observa-se da Figura 75, apresentando uma redução de dureza próxima à interface. No caso dos demais revestimentos com pré-colocação dos pó, como a difusão do Fe se estendeu ao longo de toda a espessura da camada, o perfil de dureza apresentou apenas uma pequena flutuação no revestimento.

A dureza do TiN é em média de 2300 HV, a qual é consideravelmente superior à do IN625. Por estas razões, esperava-se que a adição do TiN levasse a um aumento na dureza média dos revestimentos. No entanto, esta tendência não pôde ser confirmada no presente estudo. A média da microdureza Vickers dos revestimentos (retiradas de uma linha horizontal no centro da espessura do cordão) está apresentada na Figura 80.

Primeiramente, percebe-se que, à exceção do revestimento com adição de 10% de TiN com 1000 W de potência do laser, os demais revestimentos reforçados apresentaram uma menor dureza média em relação à camada de IN625 sem adição de reforço. Ainda, analisando os revestimentos depositados pelo método de duas etapas, observa-se que o aumento na potência

do laser levou a uma redução na dureza média dos revestimentos. Esta tendência estaria associada a uma melhor decomposição das partículas de TiN na matriz de IN625 como consequência das maiores diluições obtidas quando aplicadas maiores potências (BHATNAGAR et al., 2023).

Figura 80 – Dureza média em Vickers dos revestimentos (HV)



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

A adição de reforços particulados tem como propósito aumentar a resistência mecânica do material da matriz, podendo ser classificado em partículas grandes ou reforçados por dispersão. No caso do reforço de TiN, utilizado no presente estudo, suas partículas estão na ordem de 20 nm, de forma que as interações partícula-matriz são tratadas no nível atômico ou molecular. Portanto, nestes casos, o mecanismo de aumento de resistência é semelhante ao processo de endurecimento por precipitação, no qual o reforço é responsável por evitar ou dificultar a movimentação das discordâncias (CALLISTER, 2012).

No entanto, observou-se que a fração de fases secundárias reduziu com a adição do TiN e com o aumento do aporte térmico e da diluição, com aumento do percentual de Fe na camada revestida, em função de uma redução na solubilidade do Nb e do Mo. Assim, os revestimentos que apresentaram percentuais de diluição mais elevados, exibiram uma menor dureza média da camada de revestimento, como consequência de um menor efeito do endurecimento por

precipitação de fases secundárias, apesar da elevada dureza que é característica típica do reforço cerâmico de TiN (ANTOSZCZYSZYN, 2014; DA SILVA, 2019).

Não obstante, alguns estudos podem ser encontrados, como os de Ning et al. (2023) e Zhang et al. (2023), que relatam que a adição de materiais de reforço em ligas de Inconel levam a maiores valores de dureza na seção transversal dos revestimentos, os quais apresentaram uma relação direta entre o percentual de reforço adicionado e a elevação da dureza na camada revestida. Diferentemente do presente trabalho, os citados estudos utilizaram tamanhos das partículas de matriz e reforço bastante próximos. Assim, mesmo utilizando baixos percentuais de reforço, atingiram valores de dureza mais elevados em relação aos revestimentos não reforçados.

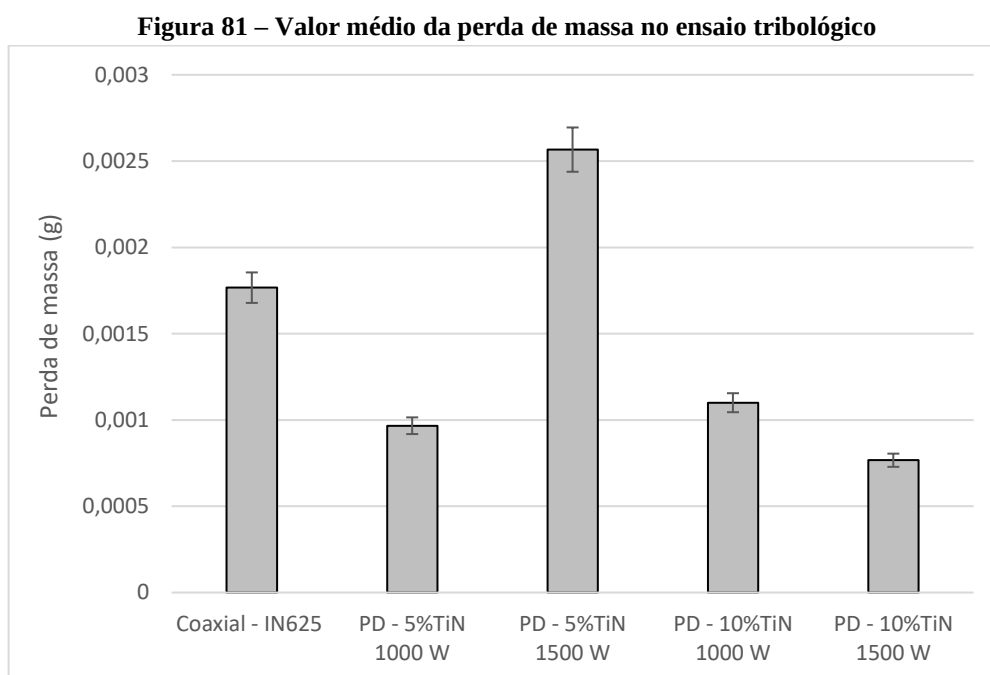
Ainda, uma possível distribuição das partículas com tendência à superfície do revestimento justificaria a menor dureza avaliada na seção transversal dos revestimentos com adição de TiN em relação ao IN625 puro. Essa disposição das partículas do reforço próximas ao topo do cordão foi relatada por Apolinário (2021), o qual associou essa tendência à menor densidade das partículas. Esse fenômeno de concentração do reforço na superfície estaria relacionado com a ação da força de empuxo na presença da matriz líquida, ocorrendo o deslocamento das partículas para o topo do revestimento. Ainda, pode-se associar às forças convectivas Marangoni, resultantes do gradiente de tensão superficial entre a região central e as adjacentes.

Outro fator relevante na determinação da dureza é a tendência de diluição do Fe do substrato no revestimento durante o processo de solidificação. Para os revestimentos com pré-colocação dos pós no substrato, este fenômeno foi observado, com exceção da camada revestida com adição de 10% de TiN e 1000 W de potência do laser, conforme as linhas de varredura de EDS apresentadas nas Figuras 71, 73 e 77. Em função da diluição do Fe no revestimento, justifica-se o fato da dureza média extraída da seção transversal daqueles revestimentos, apesar da adição de TiN como reforço cerâmico, ter sido inferior à dureza obtida na deposição do IN625 sem reforço. Apenas a pré-deposição com adição de 10% de TiN para uma potência do laser de 1000 W apresentou elevação da dureza em relação ao IN625, visto que aquela não apresentou difusão do Fe no revestimento, não apresentando, portanto, deterioração de suas propriedades. Assim, atingiu valores de microdureza Vickers 10% superiores em relação à deposição coaxial do IN625.

4.3.5 Resistência ao Desgaste

4.3.5.1 Perda de massa

Para cada tipo de revestimento depositado foram feitos 3 ensaios para avaliação da resistência ao desgaste do material. O valor médio da perda de massa, obtido através do método esfera sobre plano, está apresentado na Figura 81.



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Pode ser observado que, não obstante apenas a pré-deposição de 10% de TiN com potência de 1000 W tenha apresentado aumento na dureza na seção transversal dos revestimentos em relação à deposição do IN625, a adição de TiN proporcionou um aumento na resistência ao desgaste por abrasão, reduzindo a perda de massa, com exceção da adição de 5% de TiN com 1500 W. Assim, em relação à deposição coaxial do IN625, a pré-deposição com 5% de TiN e potência de 1000 W apresentou uma melhoria de 45%, enquanto as pré-deposições com 10% de reforço promoveram reduções de massa de aproximadamente 38% e 57%, nas deposições com 1000 W e 1500 W de potência do laser, respectivamente.

O aumento na resistência ao desgaste dos revestimentos reforçados com TiN pode estar relacionada com as partículas duras tendo sido projetadas acima da superfície da matriz, no topo do revestimento, conforme observado por Apolinário (2021). Essa configuração protegeria o revestimento temporariamente de mais desgaste, o que explica o fato de não ter sido obtido

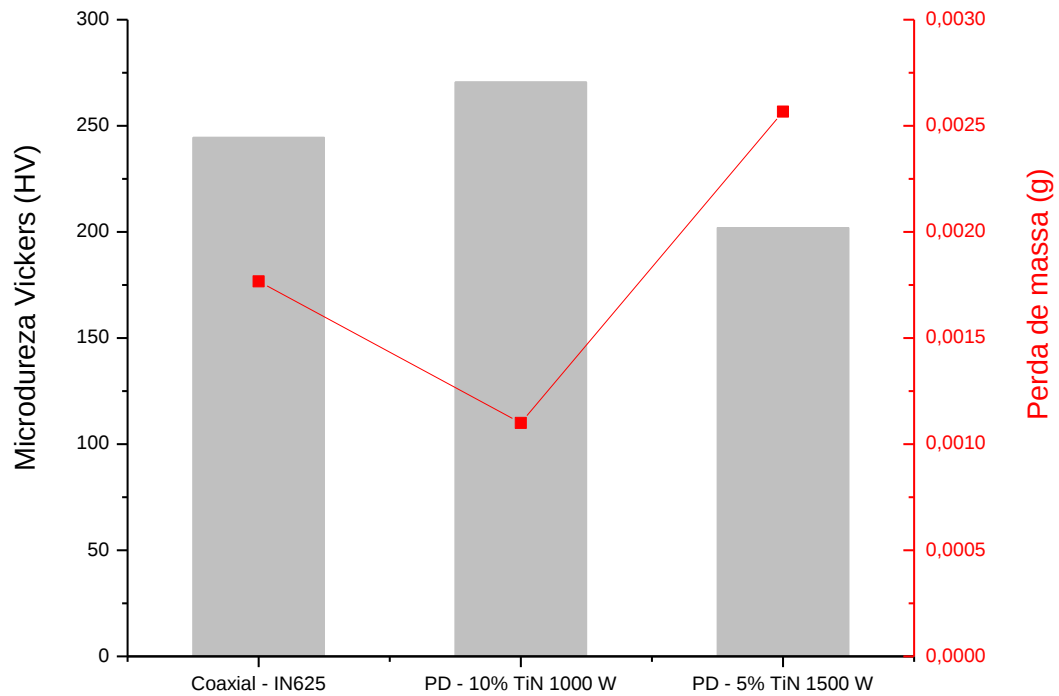
aumento de dureza na análise da seção transversal. Segundo Teixeira (2021), os carbonetos protuberantes evitam o contato direto entre a superfície da amostra e a esfera, além de ancorar resíduos de desgaste, formando uma tribocamada protetora estável. Assim, não obstante a difusão do Fe do substrato para o revestimento tenha promovido uma redução da dureza ao longo da espessura do revestimento, pode-se constatar que, em geral, a adição do TiN é capaz de promover melhoria na resistência ao desgaste por abrasão.

Conforme relatam Raahgini e Verdi (2022) e Zhang et al. (2023), a fase γ -Ni no revestimento é submetida à deformação plástica e, durante o processo de desgaste, ocorre ligação, o que pode produzir adesões à superfície para resistir a fricção e desgaste, enfraquecendo o grau de abrasão do revestimento. O mecanismo primário de desgaste do IN625 é o desgaste por adesão, de forma que apresenta uma boa resistência ao desgaste abrasivo. Com a adição das partículas de TiN, essa resistência tende a melhorar a resistência do revestimento. No entanto, uma análise mais aprofundada da morfologia e características de abrasão seria necessária para identificar as razões para os comportamentos apresentados.

Na Figura 82 está apresentada uma correlação entre microdureza e perda de massa de alguns revestimentos selecionados para análise.

Embora geralmente se relacione o aumento de perda volumétrica, ou de massa, com uma redução da microdureza do revestimento de forma contínua embora não linear, conforme obtido por Sousa (2019), essa tendência foi apenas parcialmente validada no presente estudo. Conforme apresentado na Figura 86, a pré-deposição com 10% de TiN e 1000 W apresentou a maior dureza e a menor perda de massa, enquanto a adição de 5% de reforço com 1500 W apresentou menor dureza e maior perda de massa. No entanto, percebe-se que esse comportamento não seguiu na mesma direção para as deposições com 5% de TiN e 1000 W e para 10% de TiN com 1500 W, os quais mesmo apresentando menor dureza na seção transversal do revestimento, proporcionaram menor perda de massa em relação a deposição do IN625 sem reforço. Esta diferença de comportamento possivelmente está relacionada a uma distribuição não-uniforme do reforço, de forma que as partículas estariam majoritariamente na superfície do revestimento, aumentando sua resistência ao desgaste.

Figura 82 – Correlação entre microdureza e perda de massa nos ensaios de desgaste esfera-plano em meio seco

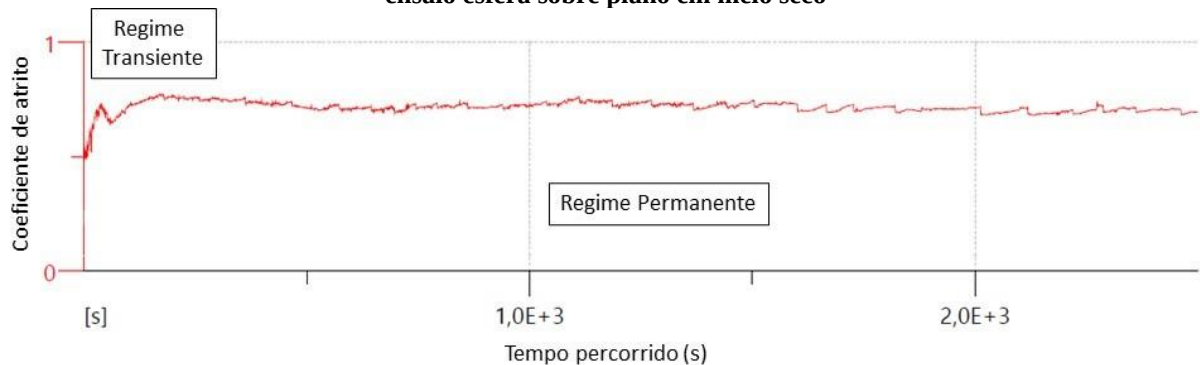


Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

4.3.5.2 Coeficiente de atrito

O coeficiente de atrito é um dos parâmetros considerados como indicador para caracterização da resistência ao desgaste dos materiais, sendo que uma série de fatores tem influência sobre ele, tais como carga aplicada, distância percorrida, rugosidade na região de contato, entre outros (SOUSA, 2019). O gráfico da Figura 83 apresenta o comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo para o revestimento de IN625, considerado característico dos demais ensaios.

Figura 83 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo para o revestimento de IN625 no ensaio esfera sobre plano em meio seco



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

Em geral, o processo de fricção e desgaste pode ser dividido em três estágios: regime transitório de desgaste (*running-in*), regime permanente de desgaste e regime de desgaste severo (DUTRA, 2017; DE OLIVEIRA JUNIOR, 2018; ZHANG et al., 2023). Neste estudo, conforme destacado na Figura 83, foram observados os regimes transiente e permanente, não tendo sido o regime de desgaste obtido.

O regime transitório, ou transiente, é a primeira fase de interação entre as duas superfícies. Essa região inicial é de curta duração e apresenta uma instabilidade do coeficiente de atrito, pelo amaciamento da superfície, ocorrendo uma variação significativa do seu valor. O coeficiente, então, apresenta uma elevação brusca, a qual é consequência das impurezas, rugosidade, pequena área de contato do par tribológico e espécies adsorvidas na superfície. Consequentemente, a taxa de desgaste é mais elevada (DUTRA, 2017; FENG et al., 2017; NING et al., 2023; ZHANG et al., 2023).

Com a continuação da fricção e o amaciamento da superfície, o processo de desgaste é retardado e se estabiliza. Assim, o regime transitório permanece até que o coeficiente de atrito atinja um valor aproximadamente constante, caracterizando a passagem para o regime permanente.

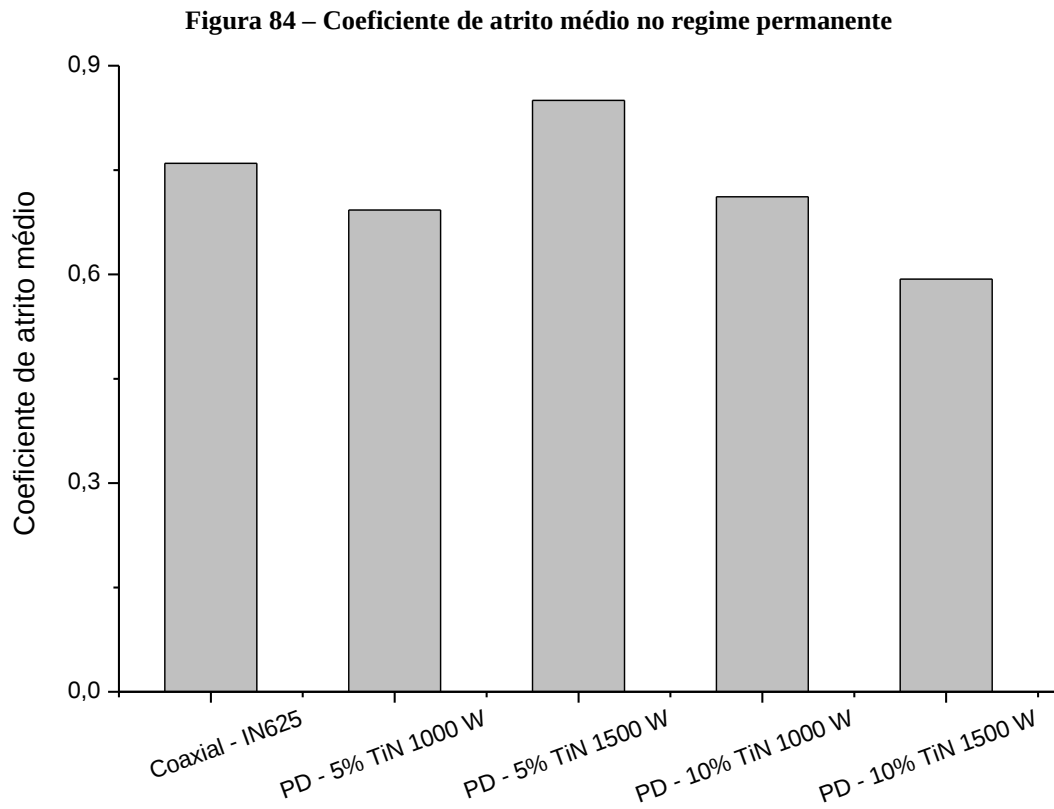
O regime permanente, também conhecido por regime estacionário ou *steady state*, é a região onde ocorre estabilidade dos parâmetros como coeficiente de atrito, taxa de desgaste, temperatura, rugosidade, entre outros. Com o progresso do atrito e desgaste, o principal mecanismo de desgaste passa a ser o abrasivo, de forma que partículas abrasivas são geradas na superfície de fricção. Quando estas partículas entram na região de contato, podem apresentar função de antifricção, amaciando a superfície e reduzindo o coeficiente de atrito. Assim, nesta região, as partículas abrasivas são gradualmente espalhadas em toda a superfície pelos tribo-pares, de modo que o coeficiente de fricção flutua ligeiramente.

Na Figura 84 pode-se observar o coeficiente de atrito médio dos revestimentos no regime permanente.

O TiN é conhecido por apresentar um baixo coeficiente de atrito e resistência ao desgaste, de forma que é condizente que os revestimentos depositados com a adição deste reforço à matriz de IN625 obtenham um menor coeficiente de atrito e uma melhor resistência ao desgaste em relação a um revestimento de IN625 puro.

O coeficiente de atrito para todas as amostras ficou acima de 0,5. Da mesma forma que ocorreu para a perda de massa, apenas o revestimento pré-depositado com adição de 5% de TiN para uma potência de 1500 W apresentou um coeficiente maior que o da deposição do IN625 sem reforço. Constata-se então que os revestimentos que apresentaram menor coeficiente de

atrito médio foram justamente os que apresentaram menor perda de massa, apresentando melhor resistência ao desgaste em relação ao IN625. Desta forma, a perda de massa pode ser vista como diretamente proporcional ao coeficiente de atrito médio no regime permanente.



Fonte: Elaborado pela Autora (2023)

5 CONCLUSÃO

Com base nos objetivos específicos e nos resultados obtidos e apresentados na presente tese sobre as características operacionais e metalúrgicas dos revestimentos depositados por laser *cladding* podem ser destacadas as seguintes conclusões.

Primeiramente, a ferramenta de Design de Experimentos do tipo Box-Behnken se mostrou simples e prática para planejar experimentos. Assim, possibilitou a avaliação do efeito dos parâmetros do processo (potência do laser, velocidade de deposição e taxa de deposição) e suas interações nas variáveis de resposta (características geométricas dos cordões depositados por laser *cladding*).

A partir do estudo dos aspectos operacionais do processo pela deposição de cordões singulares de IN625, constatou-se que a geometria dos depósitos é fortemente influenciada pelos parâmetros do processo. Foi observado que a altura do cordão sofre grande influência da velocidade de deposição e da rotação do prato giratório (taxa de deposição), aumentando com a diminuição da velocidade e com o aumento da rotação. A altura aumenta com a potência do laser, devido à uma maior eficiência na fusão dos pós, mas, apesar de ser considerada significativamente relevante, sua influência é bem menor em relação aos demais parâmetros estudados. Quanto à largura do cordão, esta é mais influenciada pela potência do laser e pela velocidade de deposição, aumentando com o aumento do primeiro e diminuição do segundo, visto que há um maior aporte de calor, diminuindo a viscosidade do fluido. Com relação a taxa de deposição, a largura se mantém praticamente constante.

Outro fator relevante na caracterização geométrica dos depósitos é a penetração do cordão, isto é, a profundidade fundida do substrato, a qual é basicamente influenciada pela potência do laser, apresentando uma correlação direta. Um aumento da taxa de deposição reduz a penetração como consequência do efeito de proteção do pó (*powder shielding effect*). Com relação à molhabilidade, fator utilizado como referência para a deposição dos revestimentos, conclui-se que um aumento na velocidade leva à uma maior molhabilidade (menor razão A/L) dos cordões e, portanto, a uma melhor aderência ao substrato. Além disso, há uma maior taxa de diluição, devido ao desacoplamento do feixe de laser e do fluxo de pó.

Para baixos valores de potência do laser, a fusão do substrato é mais baixa devido ao efeito de proteção do pó (*powder shielding effect*), apresentando baixos valores de diluição. Um aumento na potência leva a um aumento de diluição e melhora a molhabilidade das deposições. Entretanto, seu aumento demasiado pode levar a uma diluição excessiva, provocando degradação das propriedades do revestimento.

A partir de todo o estudo com cordões isolados, considerando como ideais uma razão A/L próxima à $\frac{1}{4}$ e uma diluição de em torno de 10%, os seguintes parâmetros foram utilizados na deposição de revestimento de IN625 por injeção contínua dos pós e se mostraram adequados: potência do laser de 1500 W, velocidade de deposição de 12 mm/s e rotação do prato giratório de 6 rpm.

Embora o processo de moagem de alta energia tenha se mostrado eficaz para elaboração dos pós compósitos e incorporação do reforço de TiN à matriz de IN625, para a deposição das camadas de revestimento destes se fez necessária a utilização do método laser *cladding* em duas etapas, visto que os pós produzidos não eram esféricos e não apresentavam fluidez para escoamento contínuo. Para a camada pré-colocada, o uso de álcool polivinílico como ligante se mostrou eficaz na aderência dos pós ao substrato para posterior passagem do laser. Os revestimentos não apresentaram formação de trincas, falta de adesão ou outros defeitos consideráveis, com baixo percentual de porosidades, confirmando-se uma boa ligação metalúrgica do revestimento ao substrato. O único revestimento que apresentou uma elevada formação de poros foi a deposição por injeção contínua dos pós misturados mecanicamente, como função da diferença de densidade dos materiais.

A análise microestrutural constatou que todos os revestimentos apresentaram a formação de uma microestrutura dendrítica e regiões interdendríticas. Em geral, próximo ao topo do revestimento, em função do maior nível de superresfriamento constitucional, a microestrutura consistiu em uma estrutura dendrítica equiaxial. Na região intermediária o modo de solidificação se transformou para dendritas colunares e, ao se aproximar da interface revestimento/substrato, uma morfologia celular foi obtida. Ao atingir a interface, percebe-se uma estreita zona de transição, na qual não se observa a presença de contornos de grão nem interfaces entre células ou dendritas, sugerindo uma morfologia de solidificação planar.

A profundidade da ZTA foi diretamente influenciada pelo aumento na potência do laser aplicada, assim como em função do maior percentual de reforço adicionado. Ainda, em todos os revestimentos com pré-colocação dos pós no substrato a ZTA foi menor do que a obtida para o revestimento por injeção contínua do IN625. Essa tendência pode ser atribuída tanto ao método de deposição utilizado, quanto à adição do TiN nos revestimentos pré-depositados, visto que o TiN apresenta baixas condutividade e difusividade térmicas.

A diluição, conforme explicitado anteriormente, aumenta com a potência do laser. Por outro lado, o aumento na adição de reforço não apresentou influência na diluição do cordão. Embora a diluição tenha se mostrado adequada na deposição por injeção contínua dos pós com 1500 W de potência do laser, para a deposição em duas etapas aquela se mostrou excessiva.

As propriedades dos revestimentos estão diretamente relacionadas com a diluição do revestimento e com a difusão do Fe. A fusão excessiva do Fe no revestimento promove uma maior oxidação e a formação de óxidos de Fe, ocasionando a redução nas propriedades dos revestimentos. A difusão do Fe no revestimento foi observada para ambas as pré-deposições com adição de 5% de TiN, e para o revestimento com 10% de TiN a 1500 W de potência. Como efeito da adição do TiN e do aumento da diluição com aumento do percentual do Fe no revestimento, ocorre a redução da solubilidade do Nb e Mo, diminuindo a precipitação de fases secundárias. Consequentemente, estes revestimentos apresentaram valores de microdureza Vickers inferiores em relação ao IN625, apesar da elevada dureza característica do TiN.

Com relação a resistência ao desgaste dos revestimentos, a adição de TiN apresentou resultados satisfatórios. Embora apenas o revestimento com 10% de TiN depositado com 1000 W de potência do laser tenha apresentado uma elevação de dureza na seção transversal, em sua maioria os revestimentos pré-depositados apresentaram elevação na resistência ao desgaste em relação ao IN625. A resistência ao desgaste está diretamente relacionada à menor perda de massa durante o ensaio, além de menores coeficientes de atrito.

Desta forma, conforme o objetivo geral do estudo, conclui-se pela aplicabilidade da deposição por laser *cladding* através do método de duas etapas para compósitos de Inconel 625 reforçados com TiN para aplicações que necessitam de maior resistência ao desgaste.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

São sugeridos para trabalhos futuros os seguintes tópicos:

- Em função da baixa granulometria das partículas de TiN e da diferença de densidade em relação ao Inconel 625, utilizar maiores percentuais de adição do reforço e avaliar as propriedades metalúrgicas e mecânicas destes revestimentos;
- Para a deposição pelo método de duas etapas, utilizar uma placa vazada de espessura mais elevada, visando obter revestimentos de maior altura, e assim verificar se a potência de 1500 W seria eficiente e não provocaria demasiada diluição como no presente estudo;
- Realizar um estudo microestrutural mais aprofundado dos revestimentos, fazendo uso de técnicas como difração de elétrons retro-espalhados (EBSD) e/ou microscopia eletrônica de transmissão (MET);
- Avaliar o efeito da adição do TiN no IN625 quanto à resistência à corrosão, visto que esta liga de níquel é conhecida por sua resistência à ambientes degradantes;
- Estudar a deposição de mais de uma camada de revestimento sobreposta e avaliar o comportamento tribológico e anticorrosivo em função de sua alteração microestrutural.

REFERÊNCIAS

- ABIOYE, T.E.; MCCARTNEY, D.G.; CLARE, A.T. Laser cladding of Inconel 625 wire for corrosion protection. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 217, p. 232-240, 2015.
- ANTOSZCZYSZYN, Tiago José. **Revestimentos de liga de níquel Inconel 625 por plasma com arco transferido (PTA) sobre aços API 5L X70 e AISI 316L**. 2014. 82 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2014.
- APOLINÁRIO, Luis Henrique Rodrigues. **EFEITO DO NbC EM REVESTIMENTOS DE AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO DEPOSITADOS POR LASER CLADDING**. 2021. 166 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2021.
- ASM - AMERICAN SOCIETY OF METALS. **Nickel and nickel alloys**. In: Properties and Selection of Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. 10.ed. Ohio : ASM International, 1990. pp. 950-994. Vol. 1.
- ASM - AMERICAN SOCIETY OF METALS. **Nickel, Cobalt, and Their Alloys**. First Edition. New York: ASM International, 2000.
- ASM - AMERICAN SOCIETY OF METALS. **Properties and Selection: Metallography Technique and Microstructures**. 2004. For Print ed. USA: American Society of Materials International.
- ASM HANDBOOK. 1997. **Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Specials purposed Materials**. For Print ed. USA: American Society of Materials International (ASM).
- ASTM – AMERICAN SOCIETY FOR TESTING MATERIALS. **ASTM A 36 – Standard Specification for carbon structural steel**. In: Annual Book of ASTM Standards, 1997.
- BALDAN, R. 2009. **Processamento e Caracterização de Rotores Automotivos da Superliga MAR-M247**. Dissertação de Mestrado. Lorena, São Paulo: EEL-USP, p. 117, 2009.
- BARBOSA, C. **Metais não Ferrosos e suas Ligas – Microestrutura, Propriedades e Aplicações**. Rio de Janeiro: E-Papers, 2014.
- BAX, B.; RAJPUT, R.; KELLET, R.; REISACHER, M. Systematic evaluation of process parameter maps for laser cladding and directed energy deposition. **Additive Manufacturing**, v. 21, p. 487-494, 2018.
- BELL, T. Surface engineering: past, present and future. **Surface Engineering**, v. 6, n. 1, p. 31-40, 1990.
- BHATNAGAR, S.; MAGHAM, H.S.; MULLICK, S. GOPINATH, M. Evaluation of microstructure and thermal history for TiC/Inconel 625 MMC deposition through pre-placed laser cladding method with and without the application of ultrasonic vibration. **CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology**, v. 41, p. 453–464, 2023.
- BONOLLO, F.; URBAN, J.; BONATTO, B.; BOTTER, M. Gravity and Low Pressure Die Casting of Aluminum Alloys: A Technical and Economical Benchmark. **Alluminio e Leghe**. p.2322, 2005.
- BRAGATTO JUNIOR, Luiz Carlos. **Resistência ao desgaste microabrasivo de revestimentos de superligas a base de níquel depositados por soldagem TIG com**

alimentação de arame a frio. 2014. 94 f. Bacharelado (Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2014.

BUTTON, Prof. Dr. Sérgio Tonini. **Metodologia para Planejamento Experimental e Análise de Resultados.** 2012. 88 f. Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2012.

CALLISTER JR., W.D.; RETHWISCH, D.G. **Ciências e Engenharia dos Materiais: Uma Introdução.** 8ª Edição. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

CAVALCANTE, Nathália Escóssio. **Influência do Envelhecimento na Resistência à Corrosão da Superliga de Níquel Inconel 625.** 2013. 45 f. Bacharelado (Engenharia Metalúrgica) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2013.

CHANG, I.; ZHAO, Y. **Advances in powder metallurgy.** 1. ed. Oxford: Woodhead Publishing Limited, 2013.

CHEN, T.; Wu, W.; LI, W.; LIU, D. Laser cladding of nanoparticle TiC ceramic powder: Effects of process parameters on the quality characteristics of the coatings and its prediction model. **Optics and Laser Technology**, v. 116, p. 345–355, 2019.

CONTIN, André. **Estudos de interfaces aplicadas por Laser Cladding para deposição de diamante CVD sobre aço inoxidável.** 2017. 151 f. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2017.

CORDOVA, L.; CAMPOS, M.; TINGA, T. Revealing the Effects of Powder Reuse for Selective Laser Melting by Powder Characterization. **JOM**, v. 71, n. 3, p. 1062–1072, 2019.

DA SILVA, Priscila Pereira Barbosa. **PARAMETRIZAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE REVESTIMENTOS DE INCONEL 625 DEPOSITADOS POR PLASMA/PÓ COM ARCO TRANSFERIDO SOBRE SUBSTRATO DE AÇO ASTM A-36.** 2019. 77 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2019.

DA SILVA FILHO, Walter Leandro Cordeiro. **DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE REVESTIMENTOS SUPERHIDROFÓBICOS DE NÍQUEL VIA PROCESSO DE ELETRODEPOSIÇÃO SOBRE AÇO CARBONO PARA AUMENTO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO.** 2022. 111 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2022.

DA SILVA JUNIOR, Moisés Euclides. **FABRICAÇÃO DAS LIGAS DE ALUMÍNIO AA3003 E AA3303 A PARTIR DOS PÓS ELEMENTARES DE ALUMÍNIO E DE MANGANÊS ATRAVÉS DE TÉCNICAS DE METALURGIA DO PÓ.** 2020. 128 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2020.

DAWES, B. J.; BOWERMAN, R. Introduction to the Additive Manufacturing Powder Metallurgy Supply Chain Exploring the production and supply of metal powders for AM processes. **Jhonson Matthey Technology Review**, v. 59, n. 3, p. 243–256, 2015.

DE HOSSON; J.Th. M.; OCELIK, V.; DE OLIVEIRA, U.O.B.; VAINCHTEIN, D.I. Fundamental and applied aspects of laser surface engineering. **Int. J. Mat. Res.**, v. 100, p. 1343 – 1360, 2009.

DE LIRA, Heronilton Mendes. **Desenvolvimento de compósitos nanoestruturados AA 7075 – SiC, AA 7075 – TiN e AA 7075 – ZnO, através de técnicas de moagem de alta energia e**

extrusão a quente. 2016. 135 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2016.

DE OLIVEIRA, U.; OCELIK, V.; DE HOSSON, J.Th.M. Analysis of coaxial laser cladding processing conditions. **Surface & Coatings Technology**, v. 197, p. 127 – 136, 2005.

DE OLIVEIRA JUNIOR, Mario Martins. **EFEITO DE PARTÍCULAS DE DESGASTE NO COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DE METAIS.** 2018. 136 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2018.

DINIZ, Carlos Eduardo. **Estudo de revestimentos de TiN em substratos de aço 15-5 PH com interfaces diluídas para aplicações aeroespaciais.** 2015. 103 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2015.

DONACHIE, M.J., DONACHIE, S.J. **Superalloys: A Technical Guide**, ASM International, Second Edition, USA, 2002.

DUPONT, J.N.; BANOVIC, S.W.; MARDER, A.R. Microstructural Evolution and Weldability of Dissimilar Welds between a Super Austenitic Stainless Steel and Nickel-Based Alloys. **Welding Journal**, v. 82, n. 6, pp. 125-156, 2003.

DUTRA, Rina Mariane Alves. **Controle e validação de um microtribômetro instrumentado para observar a evolução da marca de desgaste via microscopia óptica.** 2017. 104 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2017.

FENG, K.; CHEN, Y.; DENG, P.; LI, Y.; ZHAO, H.; LU, F.; LI, R.; HUANG, J.; LI, Z. Improved high-temperature hardness and wear resistance of Inconel 625 coatings fabricated by laser cladding. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 243, p. 82-91, 2017.

FERREIRA JUNIOR, Cleber do Prado. **Estudo do revestimento por soldagem de Inconel 625® sobre aço com 9% Ni.** 2020. 109 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2020.

FESHARAKI, M.N.; SHOJA- RAZAVI, R.; MANSOURI, H.A.; JAMALI, H. Microstructure investigation of Inconel 625 coating obtained by laser cladding and TIG cladding methods. **Surface & Coatings Technology**, v. 353, p. 25–31, 2018.

FIGUEREDO, Erike Wilker Arruda. **Avaliação dos parâmetros de deposição por Laser e caracterização microestrutural de revestimentos de aços inoxidáveis em substrato metálico.** 2019. 145 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2019.

FLOREEN, S.; FUCHS, G. E.; YANG, W. J. **The Metallurgy of Alloy 625**, In: Superalloys 718, 625 and Various Derivatives, p. 13, 1994.

FOGAGNOLO, João Batista. **Estudo do Processo de Fabricação de Materiais Compósitos de Matriz de Alumínio por Metalurgia do Pó, via Moagem de Alta Energia.** 2000. 256 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2000.

GANDRA, J.; MIRANDA, RM.; VILAÇA, P. Performance analysis of friction surfacing. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 212, p. 1676 – 1686, 2012.

GOMES, Bianca Ferreira. **Estudo da soldagem de revestimento a Laser em tubo de AISI 4130 empregando pó de Inconel 625**. 2016. 67 f. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia Metalúrgica) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

GOODARZI, D. M.; PEKKARINEN, J.; SALMINEN, A. Effect of process parameters in laser cladding on substrate melted areas and the substrate melted shape. **Journal of Laser Applications**, v. 27, n. S2, p. S29201, 2015.

GRAF, B.; AMMER, S.; GUMENYUK, A.; RETHMEIER, M. Design of experiments for laser metal deposition in maintenance, repair and overhaul applications. **Procedia CIRP**, v. 11, p. 245 – 248, 2013.

GUO, C.; JIANMIN, C.; JIANGSONG, Z.; JIERONG, Z.; LINGQIAN, W.; YOUJUN, Y.; HUIDI, Z. Effects of WC–Ni content on microstructure and wear resistance of laser cladding Ni-based alloys coating. **Surface & Coatings Technology**, v. 206, p. 2064–2071, 2012.

GUO, L.; CUI, L.; XIAO, F.; XU, B.; WU, Z.; CAO, Y.; WEI, Z. Influence of process parameters on surface properties and corrosion resistance of Inconel 625 coating prepared by laser cladding. **International Journal of Electrochemical Science**, v. 18, 2023.

GUOGE, Z., CHANDEL, R. S., PHEOW, S. H., HOON, H. H. 2006. **Effect of Bonding Temperature on the Precipitation of Phase in Diffusion Bonded Inconel 718 Joints**. Materials and Manufacturing Processes, 21. pp. 452–456.

HASSANI, A.; BAGHERPOUR, E.; QODS, F. Influence of pores on workability of porous Al/SiC composites fabricated through powder metallurgy mechanical alloying. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 591, p.132-142, abr. 2014. Elsevier BV.

HITZ, C. B.; EWING, J.; HECHT, J. **Introduction to Laser Technology**. Fourth Edition. Institute of Electrical and Electronics, 2001.

ION, J. C. **Laser Processing of Engineering Materials**. 1. ed. [s.l.] Elsevier, 2005.

JABUR, Fernando Arenas. **SOLDAGEM AUTÓGENA COM LASER PULSADO Nd:YAG DA LIGA DE NÍQUEL INCONEL® 625**. 2022. 67 f. Dissertação (Engenharia Mecânica) - Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira – UNESP, Ilha Solteira, 2022.

JIA, D.; LIANG, B.; YANG, Z.; ZHOU, Y. Metastable Si-B-C-N ceramics and their matrix composites developed by inorganic route based on mechanical alloying: Fabrication, microstructures, properties and their relevant basic scientific issues. Progress in Materials Science, [s.l.], v. 98, p.1-67, out. 2018. Elsevier BV.

KATAYAMA, S.; KAWAHITO, Y.; MIZUTANI, M. Elucidation of laser welding phenomena and factors affecting weld penetration and welding defects. **Physics Procedia**, v. 5, p. 9–17, 2010.

KATIYAR, P. **Processing, Microstructural and Mechanical Characterization of Mechanically Alloyed Al-Al₂O₃ Nanocomposites**. 2004. 108p. Master Thesis (Master of Science and Engineering). University of Central Florida. Orlando, 2004.

KOLA, P.V.; DANIELS, S.; CAMERON, D.C.; HASHMI, M.S.J. Magnetron Sputtering of TiN Protective Coatings for Medical Applications. **Journal of Materials Processing Technology**, v.56, p.422-430, 1996.

KONG, C. et al. The effect of average powder particle size on deposition efficiency, deposit height and surface roughness in the direct metal laser deposition process. **14th International Conference on Joining of Materials**, p. 1–8, 2007.

KOU, S. **Welding metallurgy**. 2. ed. Hoboken, N.J: John Wiley and Sons Inc., 2003.

LEVY NETO, F.; PARDINI, L. C. **Compósitos Estruturais**. Ciência e Tecnologia. Ed. Edgard Blücher, 2006.

LI, L. J.; MAZUMDER, J. A study of the mechanism of laser cladding processes. **Laser Processing of Materials**, p. 35-50, 1984.

LI, Y.; PENGFEI, Z.; PEIKANG, B.; LIYUN, W.; BIN, L.; ZHANYONG, Z. Microstructure and properties of Ti/TiBCN coating on 7075 aluminum alloy by laser cladding. **Surface & Coatings Technology**, v. 334, p. 142 – 149, jan. 2017.

LINS, André Emanuel Poroca. **Fabricação de Compósitos de Matriz Metálica da liga de alumínio AA1100 com reforço cerâmico de óxido de zinco através de técnicas de Metalurgia do Pó**. 2015. 110 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2015.

LIU, J.; LI, J.; CHENG, X.; WANG, H. Effect of dilution and macrosegregation on corrosion resistance of laser clad AerMet100 steel coating on 300M steel substrate. **Surface & Coatings Technology**, v. 325, p. 352 – 359, abril 2017.

LOPES, João Pedro Fernandes Varela. **Efeito dos parâmetros de Laser Cladding no comportamento à fadiga de metais**. 2018. 133 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Faculdade de Engenharia Universidade do Porto, Porto, 2018.

MACEDO, Márcio Levi Kramer. **Caracterização de depósitos realizados pelo processo de deposição por fricção em chapas de aço de alto carbono**. 2011. 148 f. Tese (Doutorado em Engenharia) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

MAGALHÃES, Sítionio Gomes. **Avaliação do revestimento a base de liga de níquel em aço estrutural, empregando o metal de adição ERNiCrMo-3 através de soldagem MIG/MAG**. 2008. 114 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2008.

MATTOS, C.S.; VAREJÃO, T.O. **Usinagem da liga de Inconel 625 para a indústria de petróleo do Estado do Espírito Santo**. 2009. 46 f. Grau Pós Graduação lato Sensu – Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2009.

MIRANDA, R.M.; BORGES, B.; QUINTINO, L. Rapid prototyping with high power fiber lasers. **Materials & Design**, v. 29, p.2072-2075, 2008.

MOURA, A.D.A. **Obtenção e Caracterização de compósitos de matriz metálica da liga de alumínio AA 1100 com reforço cerâmico particulado de carboneto de silício e alumina produzidos através da Técnica de Metalurgia do Pó**. 2013. 124 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2013.

MUDD, G.M. **Global trends and environmental issues in nickel mining: Sulfides versus laterites**. Ore Geology Reviews, doi: 10.1016/j.oregeorev.2010.05.003, 2010.

MURTY, B. S., RANGANATHAN, S. **Novel Materials Synthesis by Mechanical Alloying Milling**. International Materials Review, Vol. 43, No. 3, p. 101-41, 1998.

NASCIMENTO, D.M. **Processamento e caracterização de compósitos de matriz metálica da liga de alumínio AA6061 com reforço particulado cerâmico através da técnica de moagem de alta energia e extrusão a quente.** 2020. 144 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Pernambuco. Recife, 2020.

NING, J.; LAN, Q.; ZHU, L.; XU, L.; YANG, Z.; XU, P.; XUE, P.; XIN, B. Microstructure and mechanical properties of SiC-reinforced Inconel 718 composites fabricated by laser cladding. **Surface & Coatings Technology**, v. 463, 2023.

NOWOSIELSKI, R. & PILARCZYK, W. Structure and properties of Fe-6.67%C alloy obtained by mechanical alloying. **Journal of Materials Processing Technology**, Vol.162-163, p. 373-378, 2005.

NUNES, Cristiana dos Santos. **Caracterização de fases e análise de trincas em junta soldada de inconel 625 e aço 9Cr-1Mo após envelhecimento.** 2006. 131 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2006.

OLIVEIRA, Edmilson Magalhães. **Comportamento microestrutural da liga Inconel 718 em aplicações por soldagem TIG.** 2011. 86 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais) – Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET), Rio de Janeiro, 2011.

PAJUKOSKI, H.; NÄKKI, J.; THIEME, S.; TUOMINEN, J.; NOWOTNY, S.; VUORISTO, P. High performance corrosion resistant coatings by novel coaxial cold and hot-wire laser cladding methods. **Journal of Laser Applications**, v. 28, n. 1, p. 012011, fev. 2016.

PAKDEL, A.; RAHMANIFARD, R.; FARHANGI, H.; EMANY, M. Effect of Hot Extrusion Temperature on Particle Breakage and Fractography of Silicon Carbide-Reinforced AL-6061 Alloy Composite Materials. **Proceedings of 8th International Fracture Conference** 7 – 9. Istanbul, 2007.

PEREIRA, H.C.B.; HENKE, S.L.; D'OLIVEIRA, A.S.C.M. Caracterização de Multicamadas de IN625 Depositadas por CMT. **Soldagem & Inspeção**, v. 23 (2), p. 235-246, 2018.

PESSOA, A. R. P.; DE MIRANDA, H. C.; FARIAS, J. P.; AGUIAR, W. M.; DE ASSIS FILHO, F. Seleção de parâmetros através do método Taguchi para soldagem de revestimento com ligas de níquel pelo processo MIG/MAG. **Soldagem & Inspeção**, v. 15, n. 4, p. 317-324, 2010.

QUNSGUANG, M.; YAJIANG, L.; JUAN, W.; KUN, L. Investigation on cored-eutectic structure in Ni60/WC composite coatings fabricated by wide-band laser cladding. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 645, p. 151 – 157, 2015.

RAAHGINI, C.; VERDI, D. Abrasive wear performance of laser clad Inconel 625 based metal matrix composites: Effect of the vanadium carbide reinforcement phase content. **Surface & Coatings Technology**, v. 429, 2022

RAMIREZ, A. J., LIPPOLD, J. C. b. High Temperature Behavior Of Ni-Base Weld Metal Part II – Insight Into The Mechanism For Ductility Dip Cracking. **Materials Science and Engineering A**. v380. pp. 245-258, 2004.

REDDY, L.; PRESTON, S.P.; SHIPWAY, P.H., DAVIS, C.; HUSSAIN, T. Process parameter optimisation of laser clad iron based alloy: Predictive models of deposition efficiency, porosity and dilution. **Surface & Coatings Technology**, v. 349, p. 198–207, 2018.

REED, R. C. **The Superalloys: Fundamentals and Applications**. Cambridge : Cambridge University Press, 2006.

REIS, M.; ESTANISLAY, S.; CABRAL, A.; PEÇAS, P.; GOUVEIA, H. Revestimentos de cobre em aço inoxidável 304L por laser cladding. **Rev. Metal Madrid**, v. 34, n. 2, p. 154 – 161, 1998.

REN, Z. **Mechanical Properties of 7075 Aluminum Matrix Composites Reinforced by Nanometric Silicon Carbide Particulates**. Master Thesis (Master in Materials Science and Engineering). 2007. University of New South Wales. New South Wales, 2007.

SANTOS, Regina Paula Garcia. **MICROABRASÃO-CORROSÃO DE REVESTIMENTOS DE INCONEL 625 DEPOSITADOS POR PLASMA PÓ (PTAP)**. 2018. 200 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2018.

SCHNEIDER, Marcel. **Laser Cladding with powder: effect of some machining parameters on clad properties**. 1998. 177 f. Tese (Doutorado) - Universidade Tecnológica de Twente, Enschede, Holanda, 1998.

SCHWEITZER, Luiz Guilherme de Souza. **Laser Cladding for epitaxial nickel base superalloys turbine blades**. 2014. 144 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2014.

SHEPELEVA, L. et al, Laser cladding of turbine blades. **Surface and Coatings Technology**, v. 125, n. 1, p. 45-48, 2000.

SHU, F.; ZHANG, B.; LIU, T.; SUI, S.; LIU, Y.; HE, P.; LIU, B.; XU, B. Effects of laser power on microstructure and properties of laser clad CoCrBFeNiSi high-entropy alloy amorphous coatings. **Surface & Coatings Technology**, v. 358, p. 667 – 675, 2019.

SILVA, Cleiton Carvalho. **Revestimentos de ligas de níquel depositados pelo processo TIG com alimentação de arame frio – Aspectos operacionais e metalúrgicos**. 2010. 355 f. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2010.

SIMS, C. T., STOLOFF, N. S., HAGEL, W. C. 1987. **Superalloys II**. John Wiley & Sons. 614p.

SOLECKA, M. Solecka, A. Kopia, A. Radziszewska, B. Rutkowski, Microstructure, microsegregation and nanohardness of CMT clad layers of Ni-base alloy on 16Mo3 Steel, **Journal of Alloys and Compounds**, 2018.

SOUTO, Helena Isabel Moreira. **Laser Cladding: sua aplicação à deposição de revestimentos em lâminas de destrocádpres de madeira**. 2013. 88f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Faculdade de Engenharia, Universidade do Porto, Porto, 2013.

SOUSA, Igor Simões; FERRES, Raphael Inocente. **A influência do tratamento térmico de envelhecimento na dureza da superliga de níquel Inconel 625**. 2009. 69 f. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2009.

SOUSA, Jurandir Marcos Sá. **ANÁLISE DAS PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS DE REVESTIMENTOS DE Ni-Cr-B-Si DEPOSITADOS VIA LASER CLADDING A PÓ**.

2019. 134 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2019.

SOUZA, Edilberto da Silva. **Caracterização microestrutural e microdureza de um sistema açoCMn/revestimento de INCONEL 625 e avaliação de diferentes tratamentos térmicos.** 2016. 91 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016.

SPANHOLI, Alessandro Pasa. **Projeto de um moinho de alta energia.** 2016. 48f. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia Mecânica) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco. 2016.

STEEN, W. M.; MAZUMDER, J. **Laser Material Processing.** 4. ed. [s.l.] Springer, 2010.

SUN, G. F.; SHEN, X. T.; WANG, Z. D.; ZHAN, M. J.; YAO, S.; ZHOU, R.; NI, Z. H. Laser metal deposition as repair technology for 316L stainless steel: Influence of feeding powder compositions on microstructure and mechanical properties. **Optics & Laser Technology**, v. 109, p. 71-83, 2019.

SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. **Progress in Materials Science** 46 (2001) 1±184.

TANAKA, Y. et al., Large engine maintenance technique to support flight operation for commercial airlines, Technical Review, Mitsubishi Heavy Industries Ltd., v. 40, n. 2, 2003.

TANCRET, F., BHADESHIA, H. K. D. H., MACKAY, D. J. C. 2003. Design Of A Creep Resistant Nickel Base Superalloy For Power Plant Applications Part 1 - Mechanical Properties Modelling. **Materials Science and Technology**. 2003, Vol. 19, pp. 283-290.

TEIXEIRA, Moisés Felipe. **Estudo da aplicação do processo laser cladding para a deposição de revestimento resistente ao impacto-abrasão sobre aço “hadfield” de alto manganês.** 2021. 181 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, Brasil, 2021.

TELASANG, G.; DUTTA MAJUMDAR, J.; PADMANABHAM, G.; TAK, M.; MANNA, I. Effect of laser parameters on microstructure and hardness of laser clad and tempered AISI H13 tool steel. **Surface & Coatings Technology**, v. 258, p. 1108-1118, 2014.

TORRES, Camila dos Santos. **Estudo da Moagem de Alta Energia e Sinterização de Metal Duro WC-Ni.** 2009. 81 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Brasil, 2009.

TORRES, Jorge Miguel Sá Pinto. **Melhoramento e automatização de um sistema de revestimento com Laser.** 2015. 119 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, Portugal, 2015.

TOYSERKANI, E.; KHAJEPOUR, A.; CORBIN, S. **Laser Cladding.** USA: CRC Press, 2005.

TUOMINEN, Jari. **Engineering coatings by laser cladding – The study of wear and corrosion properties.** 2009. 239 f. Tese (Doutorado em Tecnologia) – Universidade de Tampere de Tecnologia, Tampere, Finland, 2009.

VALENTE, Catarina Beatriz Mendes Valente. **Estudo do comportamento mecânico de uma liga de Titânio-Tântalo, Ti10Ta, produzida por LASER Cladding.** 2017. 133 f. Dissertação

(Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, Portugal, 2017.

VALLE, Lena de Castro Menezes. **Efeitos da solubilização e do envelhecimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas da superliga Inconel 718**. 2010. 105 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.

VENTURA, Ana Mafalda F.M. Os compósitos e sua aplicação na reabilitação de estruturas metálicas. **Ciência & Tecnologia dos Materiais**, v. 21, n. 3/4, p. 10 – 19, 2009.

VIDAL, Filipe Andrade. **Análise composicional em revestimentos de Inconel 625 depositados por PTA-P em aço ASTM A36**. 2014. 63 f. Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2014.

XU, X.; MI, G.; XIONG, L.; JIANG, P.; SHAO, X.; WANG, C. Morphologies, microstructures and properties of TiC particle reinforced Inconel 625 coatings obtained by laser cladding with wire. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 740, p. 16-27, 2018.

WENG, F.; YU, H.; CHEN, C.; LIU, J.; ZHAO, L.; DAI, J.; ZHAO, Z. Effect of process parameters on the microstructure evolution and wear property of the laser cladding coatings on Ti-6Al-4V alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 692, p. 989 – 996, 2017.

WENG, F.; YU, H.; LIU, J.; CHEN, C.; DAI, J.; ZHAO, Z. Microstructure and wear property of the Ti5Si3/TiC reinforced Co-based coatings fabricated by laser cladding on Ti-6Al-4V. **Optics & Laser Technology**, v. 92, p. 156-162, 2017.

WU, P.; DU, H.M.; CHEN, X.L.; LI, Z.Q.; BAI, H.L.; JIANG, E.Y. Influence of WC particle behavior on the wear resistance properties of Ni–WC composite coatings. **Wear**, v. 257, p. 142-147, 2004.

ZANZARIN, Simone. **Laser Cladding with metallic powders**. 2015. 133 f. Tese (Doutorado) - Universidade de Trento, Trento, 2015.

ZHANG, K.; JU, H.; XING, F.; WANG, W.; LI, Q.; YU, X.; LIU, W. Microstructure and properties of composite coatings by laser cladding Inconel 625 and reinforced WC particles on non-magnetic steel. **Optics and Laser Technology**, v. 163, 2023.

ZHAO, P.; LI, J.; LEI, R.; XIA, M.; LI, X.; ZHANG, Y. Investigation into Microstructure, Wear Resistance in Air and NaCl Solution of AlCrCoNiFeCTax High-Entropy Alloy Coatings Fabricated by Laser Cladding. **Coatings** 2021, 11, 358.

APÊNDICE A – ANOVA SOBRE A ALTURA DO REFORÇO

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	9	1,32970	0,147744	35,35	0,001
Linear	3	1,27865	0,426217	101,97	0,000
Potência	1	0,05445	0,054450	13,03	0,015
Velocidade	1	0,81920	0,819200	195,98	0,000
Rotação	1	0,40500	0,405000	96,89	0,000
Quadrado	3	0,02378	0,007925	1,90	0,248
Potência*Potência	1	0,00028	0,000283	0,07	0,805
Velocidade*Velocidade	1	0,01621	0,016206	3,88	0,106
Rotação*Rotação	1	0,00554	0,005544	1,33	0,302
Interação com 2 Fatores	3	0,02727	0,009092	2,18	0,209
Potência*Velocidade	1	0,01103	0,011025	2,64	0,165
Potência*Rotação	1	0,00302	0,003025	0,72	0,434
Velocidade*Rotação	1	0,01322	0,013225	3,16	0,135
Erro	5	0,02090	0,004180		
Falta de ajuste	3	0,01470	0,004900	1,58	0,410
Erro puro	2	0,00620	0,003100	*	*
Total	14	1,35060			

Fonte: Elaborado pela autor

APÊNDICE B – ANOVA SOBRE A LARGURA DO REFORÇO

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	9	1,87868	0,20874	41,06	0,000
Linear	3	1,79255	0,59752	117,54	0,000
Potência	1	1,46205	1,46205	287,62	0,000
Velocidade	1	0,32805	0,32805	64,53	0,000
Rotação	1	0,00245	0,00245	0,48	0,518
Quadrado	3	0,06903	0,02301	4,53	0,069
Potência*Potência	1	0,04604	0,04604	9,06	0,030
Velocidade*Velocidade	1	0,00296	0,00296	0,58	0,480
Rotação*Rotação	1	0,01481	0,01481	2,91	0,149
Interação com 2 Fatores	3	0,01710	0,00570	1,12	0,424
Potência*Velocidade	1	0,01210	0,01210	2,38	0,184
Potência*Rotação	1	0,00010	0,00010	0,02	0,894
Velocidade*Rotação	1	0,00490	0,00490	0,96	0,371
Erro	5	0,02542	0,00508		
Falta de ajuste	3	0,01415	0,00472	0,84	0,585
Erro puro	2	0,01127	0,00563	*	*
Total	14	1,90409			

Fonte: Elaborado pela autora

APÊNDICE C – ANOVA SOBRE A PENETRAÇÃO DO CORDÃO

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	9	0,289457	0,032162	4,13	0,066
Linear	3	0,167700	0,055900	7,18	0,029
Potência	1	0,135200	0,135200	17,37	0,009
Velocidade	1	0,006050	0,006050	0,78	0,418
Rotação	1	0,026450	0,026450	3,40	0,125
Quadrado	3	0,051282	0,017094	2,20	0,207
Potência*Potência	1	0,045016	0,045016	5,78	0,061
Velocidade*Velocidade	1	0,002231	0,002231	0,29	0,615
Rotação*Rotação	1	0,003416	0,003416	0,44	0,537
Interação com 2 Fatores	3	0,070475	0,023492	3,02	0,133
Potência*Velocidade	1	0,024025	0,024025	3,09	0,139
Potência*Rotação	1	0,046225	0,046225	5,94	0,059
Velocidade*Rotação	1	0,000225	0,000225	0,03	0,872
Erro	5	0,038917	0,007783		
Falta de ajuste	3	0,038850	0,012950	388,50	0,003
Erro puro	2	0,000067	0,000033	*	*
Total	14	0,328373			

Fonte: Elaborado pela autora

APÊNDICE D – ANOVA SOBRE A RAZÃO A/L

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	9	0,104042	0,011560	27,63	0,001
Linear	3	0,098125	0,032708	78,19	0,000
Potência	1	0,006613	0,006613	15,81	0,011
Velocidade	1	0,046513	0,046513	111,19	0,000
Rotação	1	0,045000	0,045000	107,57	0,000
Quadrado	3	0,003792	0,001264	3,02	0,132
Potência*Potência	1	0,000785	0,000785	1,88	0,229
Velocidade*Velocidade	1	0,000785	0,000785	1,88	0,229
Rotação*Rotação	1	0,001939	0,001939	4,64	0,084
Interação com 2 Fatores	3	0,002125	0,000708	1,69	0,283
Potência*Velocidade	1	0,001225	0,001225	2,93	0,148
Potência*Rotação	1	0,000000	0,000000	0,00	1,000
Velocidade*Rotação	1	0,000900	0,000900	2,15	0,202
Erro	5	0,002092	0,000418		
Falta de ajuste	3	0,000825	0,000275	0,43	0,752
Erro puro	2	0,001267	0,000633	*	*
Total	14	0,106133			

Fonte: Elaborado pela autora

APÊNDICE E – ANOVA SOBRE A DILUIÇÃO

Fonte	GL	SQ (Aj.)	QM (Aj.)	Valor F	Valor-P
Modelo	9	897,358	99,706	8,49	0,015
Linear	3	607,560	202,520	17,24	0,005
Potência	1	353,780	353,780	30,12	0,003
Velocidade	1	84,500	84,500	7,19	0,044
Rotação	1	169,280	169,280	14,41	0,013
Quadrado	3	118,951	39,650	3,38	0,112
Potência*Potência	1	100,963	100,963	8,60	0,033
Velocidade*Velocidade	1	0,654	0,654	0,06	0,823
Rotação*Rotação	1	20,900	20,900	1,78	0,240
Interação com 2 Fatores	3	170,847	56,949	4,85	0,061
Potência*Velocidade	1	73,103	73,103	6,22	0,055
Potência*Rotação	1	97,022	97,022	8,26	0,035
Velocidade*Rotação	1	0,722	0,722	0,06	0,814
Erro	5	58,722	11,744		
Falta de ajuste	3	55,975	18,658	13,59	0,069
Erro puro	2	2,747	1,373	*	*
Total	14	956,080			

Fonte: Elaborado pela autora