

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO, DE CIÊNCIAS EXATAS E EDUCAÇÃO
COORDENADORIA ESPECIAL DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

Renan Luiz Santiago

Determinação do teor de diluição e microdureza de liga multicomponente
CrMnCoFeNi fundida a laser com diferentes densidades de energia

Blumenau

2023

Renan Luiz Santiago

Determinação do teor de diluição e microdureza de liga multicomponente
CrMnCoFeNi fundida a laser com diferentes densidades de energia

Trabalho de Conclusão do Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Coordenadoria Especial de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito para a obtenção do título de Engenheiro de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Claudio Michel Poffo.
Coorientador: Prof. Dr. João Batista Rodrigues Neto

Blumenau

2023

Santiago, Renan Luiz

Determinação do teor de diluição e microdureza de liga multicomponente CrMnCoFeNi fundida a laser com diferentes densidades de energia / Renan Luiz Santiago ; orientador, Claudio Michel Poffo, coorientador, João Batista Rodrigues Neto, 2023.

65 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) - Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Blumenau, Graduação em Engenharia de Materiais, Blumenau, 2023.

Inclui referências.

1. Engenharia de Materiais. 2. Ligas Multicomponentes. 3. Ligas de Alta Entropia. 4. Laser Cladding. I. Poffo, Claudio Michel. II. Neto, João Batista Rodrigues. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Graduação em Engenharia de Materiais. IV. Título.

Renan Luiz Santiago

Determinação do teor de diluição e microdureza de liga multicomponente CrMnCoFeNi
fundida a laser com diferentes densidades de energia

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do Título de Engenheiro de Materiais e aprovado em sua forma final pelo Curso de Graduação de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina.

Blumenau, 21 de junho de 2023.

Insira neste espaço
a assinatura

Renan Luiz Santiago
Acadêmico

Banca examinadora:

Insira neste espaço
a assinatura

Prof. Dr. Cláudio Michel Poffo
Orientador

Insira neste espaço
a assinatura

Me. Eng. Manoel Kolling Dutra
Avaliador

Insira neste espaço
a assinatura

Me. Eng. Daniel Auri Schaefer
Avaliador

Dedico este trabalho a duas partes fundamentais da minha trajetória acadêmica e pessoal: minha família e minha instituição de ensino, a Universidade Federal de Santa Catarina - Campus Blumenau.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de expressar minha sincera gratidão às pessoas que foram fundamentais para a conclusão deste trabalho:

Ao meu orientador, professor Dr. Claudio Michel Poffo, sou imensamente grato pela oportunidade de me inserir em seu trabalho e pelo comprometimento em me auxiliar ao longo dessa jornada. Também agradeço ao meu coorientador, Prof. Dr. João Batista Rodrigues Neto, pelo valioso suporte prestado.

Aos meus pais, Janaina e Rodrigo agradeço por terem proporcionado as condições necessárias para que eu pudesse concluir mais essa etapa além de toda a força e incentivo ao longo desta jornada acadêmica. Agradeço também ao meu irmão Rodrigo, por toda amizade e apoio.

Agradeço a minha namorada Cristina, por sua presença e incentivo que foram essenciais para que eu mantivesse a motivação e finalizasse este trabalho.

Gostaria de estender meu agradecimento a todos aqueles que contribuíram, de alguma forma, para a realização deste trabalho. Em especial, agradeço ao Athos Fernandes Araujo por sua valiosa contribuição, ajuda e disponibilidade durante todo o processo de desenvolvimento.

Também gostaria de agradecer ao Manoel Kolling Dutra e ao Daniel Auri Schaefer por me auxiliarem nas etapas experimentais deste trabalho. Agradeço ainda por aceitarem fazer parte da banca examinadora, dedicando seu tempo e conhecimento para avaliar e contribuir para o desenvolvimento deste trabalho.

RESUMO

As ligas de alta entropia são ligas multicomponentes que devem conter pelo menos 5 elementos diferentes em concentrações que variam de 5% a 35%. Elas vem se destacando em pesquisas desde o início dos anos 2000, devido às suas propriedades únicas em comparação com as ligas metálicas convencionais. O laser cladding é um processo de revestimento que utiliza um feixe de laser para depositar material em uma superfície. O calor do laser funde os materiais, que se solidificam em uma camada uniforme. O objetivo deste trabalho de conclusão de curso foi analisar a microestrutura resultante da fusão via laser cladding de uma liga composta por Cromo, Manganês, Ferro, Cobalto e Níquel. Os pós metálicos de alta pureza foram pesados em proporção equiatômicas e misturados. Para a fusão dos pós, uma barra de aço 1020 foi escolhida como substrato e jateada com areia para preparar a superfície. Uma camada fina e uniforme do pó foi espalhada sobre a chapa de aço, em seguida, o processo de fusão a laser foi usado para fundir seletivamente o pó em áreas específicas, variando a potência do laser e a velocidade de varredura. Após a fusão, realizou-se ensaios metalográficos e ensaios de microdureza e analisou-se os resultados. Os resultados revelaram que o aumento da potência do laser resultou em maior percentual de diluição, enquanto a diminuição da velocidade de varredura apresentou um efeito relativamente menor nesse aspecto. A microdureza foi diretamente afetada pelo percentual de diluição, com amostras mais diluídas apresentando menor resistência. Com base nos resultados, identificou-se um conjunto ideal de parâmetros de processamento que proporcionou alta microdureza e maior profundidade de penetração. Essas descobertas destacam a importância da seleção cuidadosa dos parâmetros para otimizar o processo de laser cladding e alcançar um equilíbrio entre resistência e aderência do revestimento.

Palavras-chave: Ligas Multicomponentes; Ligas de Alta Entropia; Laser Cladding.

ABSTRACT

High-entropy alloys are multicomponent alloys that must contain at least 5 different elements in concentrations ranging from 5% to 35%. They have gained prominence in research since the early 2000s due to their unique properties compared to conventional metallic alloys. Laser cladding is a coating process that uses a laser beam to deposit material onto a surface. The laser's heat melts the materials, which then solidify into a uniform layer. The objective of this undergraduate thesis was to analyze the microstructure resulting from laser fusion of an alloy composed of Chromium, Manganese, Iron, Cobalt, and Nickel. High-purity metallic powders were weighed in equiatomic proportions and mixed. For powder fusion, a 1020 steel bar was chosen as the substrate and sandblasted to prepare the surface. A thin and uniform layer of powder was spread on the steel plate, and then the laser fusion process was used to selectively melt the powder in specific areas, varying the laser power and scanning speed. After fusion, metallographic and microhardness tests were performed, and the results were analyzed. The findings revealed that increasing the laser power resulted in a higher percentage of dilution, while decreasing the scanning speed had a relatively minor effect on this aspect. Microhardness was directly affected by the percentage of dilution, with more diluted samples exhibiting lower resistance. Based on the results, an ideal set of processing parameters was identified, which provided high microhardness and greater penetration depth. These findings emphasize the importance of carefully selecting parameters to optimize the laser cladding process and achieve a balance between coating strength and adhesion.

Keywords: Multicomponent Alloys; High-Entropy Alloys; Laser Cladding.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Sistemas ternários e quaternários	19
Figura 2: Rede severamente distorcida	23
Figura 3: Diferença na energia potencial	26
Figura 4: Microestrutura e propriedades mecânicas da LAE CrMnFeCoNi ..	28
Figura 5: Micrografias de MET liga CrMnFeCoNi	29
Figura 6: Interação de Radiação e Átomos	32
Figura 7: Representação esquemática do Laser Cladding	33
Figura 8: Diferença entre a geometria do revestimento por LC e LSA	36
Figura 9: Equipamento de jateamento CMV GS-9075X	38
Figura 10: Superfície do substrato antes e após o jateamento.....	39
Figura 11: Substrato após o riscamento e marcação	39
Figura 12: Substrato com o pó pré-depositado.....	40
Figura 13: embutidora metalográfica EM30D	42
Figura 14: Amostras embutidas.....	42
Figura 15: Politriz lixadeira metalográfica PL02 ED.....	43
Figura 16: Amostra A antes e depois do lixamento e polimento	44
Figura 17: altura da gota e profundidade da gota	46
Figura 18: microdurômetro modelo DHTMVS-1000.....	48
Figura 19: Resultado do laser cladding no primeiro ensaios preliminar.....	50
Figura 20: Resultado do laser cladding no segundo ensaio preliminar.....	51
Figura 21: Resultado do laser cladding no ensaio definitivo	53
Figura 22: Microscopia das amostras A à D	54
Figura 23: Microscopia das amostras E à H	55

LISTA DE EQUAÇÕES

$$(1) \Delta G_{\text{mix}} = \Delta H_{\text{mix}} - T\Delta S_{\text{mix}}$$

$$(2) hf = E_x - E_0$$

$$(3) E = \frac{P}{v.D}$$

$$(4) D(\%) = \frac{b}{(h+b)}$$

$$(5) \%D = \left(\frac{b}{(b+h)} \right) * 100$$

$$(6) DE = \frac{P}{(v.s)}$$

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Comparação entre entalpia, entropia e energia livre de Gibbs....	22
Tabela 2 - Massa de cada elemento percursos da formação da liga.....	37
Tabela 3 - Proporções das substâncias no ataque químico	45
Tabela 4 - Parâmetros utilizados no primeiro ensaio preliminar	50
Tabela 5 - Parâmetros utilizados no segundo ensaio preliminar	51
Tabela 6 - Parâmetros utilizado no cordão com variação de potência	52
Tabela 7 - Parâmetros utilizado no cordão com variação de velocidade.....	52
Tabela 8 - Parâmetros utilizado no ensaio definitivo	54
Tabela 9 – Profundidade, altura e percentual de diluição das amostras	55
Tabela 10 - Valores de microdureza (HV) nas amostras	57

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

LAE	Ligas de Alta Entropia
LE	Limite de Escoamento
CFC	Cúbica de Face Centrada
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
HC	Hexagonal Compacta
LR	Limite de Resistência à Tração
MET	Microscópio Eletrônico de Transmissão
ZTA	Zona Afetada Pelo Calor
LC	Laser Cladding
LSA	Laser Surface Alloying
DRX	Difratometria de raio X
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina
Cr	Cromo
Mn	Manganês
Fe	Ferro
Co	Cobalto
Ni	Níquel
ΔH_{mix}	Entalpia de Mistura
ΔG_{mix}	Energia livre de Gibbs
ΔS_{mix}	Entropia de Mistura
K	Kelvin

LISTA DE SÍMBOLOS

α - Difusividade térmica

δ - Diferença de raio atômico

π - Pi

Ω - Estabilidade da liga

Σ - Somatório

% - Porcentagem

Θ - Grau

Φ_{ph} - Fase do sinal

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	15
1.1	OBJETIVO GERAL.....	17
1.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	17
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	18
2.1	LIGAS MULTICOMPONENTES.....	18
2.2	LIGAS DE ALTA ENTROPIA.....	20
2.2.1	Efeitos característicos das LAEs.....	21
2.3	SISTEMA CRMNFECONI.....	27
2.4	REVESTIMENTO.....	30
2.5	TECNOLOGIAS DE LASER.....	30
2.5.1	Laser de Fibra.....	32
2.6	LASER CLADDING.....	33
2.6.1	Parâmetros do Processo.....	34
2.6.2	Diluição.....	35
2.6.3	Diferença entre LC e LSA.....	36
3	PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAL.....	37
3.1	PREPARAÇÃO MISTURA DE PÓS.....	37
3.2	PREPARAÇÃO DO SUBSTRATO.....	38
3.3	DEPOSIÇÃO DO MATERIAL NO SUBSTRATO.....	40
3.4	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS.....	41
3.4.1	Ataque químico.....	45
3.5	TEOR DE DILUIÇÃO.....	46
3.6	MICRODUREZA.....	47
4	RESULTADOS.....	49
4.1	DEFINIÇÃO DE PARÂMETROS.....	49
4.1.1	Ensaio Definitivo.....	51
4.2	TAXA DE DILUIÇÃO.....	54
4.3	TESTE DE MICRODUREZA:.....	56
5	CONCLUSÕES.....	59
6	REFERÊNCIAS.....	62

1 INTRODUÇÃO

O laser cladding é uma técnica de deposição de revestimentos metálicos que tem despertado crescente interesse na indústria devido à sua capacidade de melhorar as propriedades de superfície de materiais. Nesse processo, um feixe de laser de alta energia é direcionado para uma superfície de substrato, fundindo um material de revestimento em pó ou em arame que é depositado sobre o substrato, formando uma camada de revestimento (SUN et al., 2019).

Os primeiros trabalhos com laser cladding surgiram ao final da década de 1960 e início da década de 1970, quando os primeiros lasers de alta potência foram desenvolvidos. Inicialmente, o laser cladding era utilizado principalmente para aplicar revestimentos protetores em componentes industriais, com o objetivo de melhorar sua resistência ao desgaste e à corrosão (STEEN, et al., 2010). Com o advento da tecnologia dos lasers e das técnicas de deposição a capacidade de criar revestimentos complexos e fabricar componentes aditivamente trouxe novas possibilidades para a indústria, expandindo essa técnica para outros setores, como, aeroespacial, automotivo, petroquímico, energético e médico (NOWTONY, et al., 2007 apud SOUTO, 2013).

As ligas multicomponentes e as ligas de alta entropia (LAEs) surgiram por volta de 2004, quando pesquisadores exploraram a combinação equimolar de múltiplos elementos em uma liga, ao invés de se concentrar em apenas um ou dois elementos principais. Essa abordagem inovadora abriu novas possibilidades na busca por materiais com propriedades excepcionais, como alta resistência mecânica, estabilidade térmica, resistência à corrosão e muitas outras características desejáveis. Desde então, as LAEs têm sido extensivamente estudadas e têm despertado interesse na indústria e na comunidade científica como uma nova classe de materiais com aplicações promissoras em diversos setores tecnológicos (CANTOR, et al., 2004).

A aplicação de revestimentos por laser cladding em ligas de CrMnFeCoNi tem se mostrado promissora devido às propriedades únicas dessas ligas, como alta resistência à corrosão, excelente resistência mecânica e boa tenacidade. Essas ligas,

conhecidas como ligas superausteníticas, são compostas por uma combinação de elementos de liga, como cromo, manganês, ferro, cobalto e níquel, que proporcionam uma combinação equilibrada de propriedades mecânicas e resistência à corrosão (CANTOR et al., 2004 e YEH et al.,2004).

No entanto, a aplicação do laser cladding em ligas de CrMnFeCoNi apresenta desafios relacionados ao controle preciso dos parâmetros de processamento, como potência do laser, velocidade de varredura e taxa de alimentação do material de revestimento. Esses parâmetros têm um impacto significativo na microestrutura, composição química e propriedades mecânicas do revestimento resultante.

Neste contexto, este estudo tem como objetivo investigar a aplicação do laser cladding em ligas de CrMnFeCoNi, analisando as propriedades resultantes, como a microdureza, profundidade de penetração e percentual de diluição. Por meio da análise experimental, busca-se compreender os efeitos das variáveis de processo na qualidade do revestimento e avaliar a viabilidade do laser cladding como uma técnica para melhorar as propriedades dessas ligas.

Os resultados deste estudo serão de grande relevância para a aplicação prática do laser cladding em ligas de CrMnFeCoNi, permitindo a otimização dos parâmetros de processamento para obter revestimentos com propriedades desejadas. Além disso, contribuirá para o avanço do conhecimento na área de revestimentos metálicos e ampliará o entendimento sobre o comportamento das ligas de CrMnFeCoNi durante o processo de laser cladding.

1.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho é investigar os efeitos do processo de laser cladding em ligas de CrMnFeCoNi, analisando as propriedades resultantes, como a microdureza, profundidade de penetração e percentual de diluição. Através da realização de experimentos e análise dos resultados, busca-se compreender a influência das variáveis de processo na qualidade do revestimento dessas ligas.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar a deposição por laser cladding nas ligas de CrMnFeCoNi, utilizando diferentes parâmetros de processamento.
- Medir a profundidade de penetração e o percentual de diluição nas amostras processadas.
- Realizar testes de microdureza nas amostras e correlacionar os resultados com os parâmetros de processamento.
- Analisar os resultados obtidos e discutir as influências dos parâmetros de processamento nas propriedades das ligas de CrMnFeCoNi.
- Fornecer recomendações para o aprimoramento do processo de laser cladding em ligas de CrMnFeCoNi e indicar possíveis direções para pesquisas futuras.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Neste capítulo, foi realizada uma revisão teórica abrangente dos principais tópicos abordados neste trabalho. O objetivo é fornecer uma visão geral e facilitar a compreensão dos conceitos e fundamentos relacionados ao tema em questão. Abordaremos os princípios básicos do laser cladding, explorando seus princípios de funcionamento, aplicações e benefícios. Além disso, discutiremos as propriedades e características das ligas multicomponentes e de alta entropia, destacando suas vantagens e potenciais aplicações na indústria.

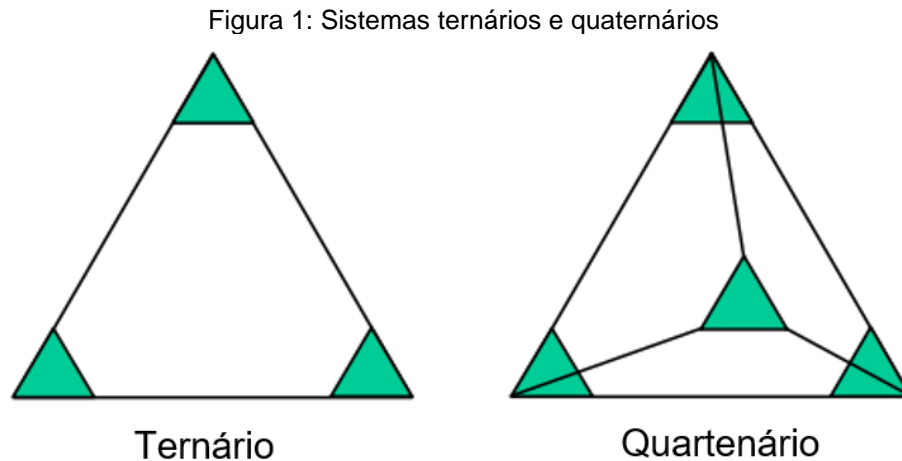
2.1 LIGAS MULTICOMPONENTES

As ligas multicomponentes têm sido objeto de crescente interesse na comunidade científica e industrial devido à sua ampla gama de aplicações e propriedades únicas. Diferentemente das ligas binárias tradicionais, que consistem em dois elementos, as ligas multicomponentes são compostas por três ou mais elementos químicos. Essa maior complexidade na composição permite o ajuste preciso das propriedades das ligas, abrindo novas possibilidades para o desenvolvimento de materiais avançados (SILVA, 2021).

Uma das principais vantagens das ligas multicomponentes é a capacidade de controlar e otimizar diversas propriedades dos materiais. Por exemplo, a dureza, a resistência à corrosão, a condutividade elétrica, a resistência mecânica e a capacidade de suportar altas temperaturas podem ser ajustadas através da variação da composição química. Isso proporciona flexibilidade no projeto de materiais com propriedades sob medida para aplicações específicas, como aeroespacial, automotiva, biomédica e energética (SILVA, 2021).

Cantor (2004) foi o primeiro a destacar que há um enorme conhecimento sobre materiais baseados em um ou, às vezes, dois componentes, mas pouco ou nenhum conhecimento sobre materiais contendo vários componentes principais em proporções aproximadamente iguais. Dessa forma, são conhecidas, compreendidas e bem desenvolvidas as ligas localizadas nos cantos e bordas de um diagrama de fases multicomponentes enquanto sobre as ligas contidas no centro dos diagramas

há muito menos conhecimento sendo as informações limitadas para a maioria dos sistemas ternários, e praticamente inexistentes para sistemas quaternários e de ordem superior. A figura 1 representa sistemas ternários e quaternários esquemáticos, mostrando regiões do diagrama de fase que são relativamente bem conhecidas (verde) perto dos cantos e relativamente menos conhecidas (branco) perto do centro.



Fonte: adaptado de [CANTOR et al., 2004].

Uma abordagem viável para aprimorar essa estratégia e torná-la mais atrativa no contexto do desenvolvimento de novos materiais é ampliar o método convencional ao adicionar um maior número de elementos em quantidades mais significativas, resultando em misturas equiatômicas ou quase equiatômicas. Outra alternativa é realizar substituições equiatômicas, ou seja, iniciar com um material de referência de interesse e substituir seus componentes individuais por misturas multicomponentes equiatômicas ou quase equiatômicas de espécies similares. Estudos realizados por Cantor et al. (2004), Cantor (2007) e Inoue e Kimura (2006) comprovam que ambas as abordagens têm a capacidade de criar materiais com estruturas e propriedades notáveis e fascinantes.

Dentre os diversos tipos de ligas multicomponentes, variando o número e quantidade atômica dos elementos, método de desenvolvimento, espécies constituintes, método de fabricação, e estrutura de fase e microestruturas resultantes, encontram-se as ligas de alta entropia.

2.2 LIGAS DE ALTA ENTROPIA

As ligas de alta entropia foram propostas pela primeira vez em 2004 por Jien-Wei Yeh e colegas em um artigo intitulado "Ligas de Alta Entropia com Estruturas Multicomponentes e Nanocristalinas" (YEH et al., 2004). Esse tipo de liga, desde então, tem despertado interesse em diversas áreas da indústria, como aeroespacial, automotiva, biomédica e energética, pois apresenta um comportamento mecânico singular, com boa tenacidade e ductilidade, resistência à deformação plástica e à fratura, além de alta resistência à corrosão e oxidação e elevada estabilidade térmica, o que (LI; PRADEEP; DENG; RAABE; TASAN, 2016).

As Ligas de Alta Entropia (LAE) são um grupo de materiais relativamente novos que se destacam pela presença de cinco ou mais elementos metálicos em proporções equimolares, conferindo a esses materiais um elevado grau de aleatoriedade na distribuição atômica e, portanto, alta entropia configuracional. A adição de mais elementos à liga aumenta ainda mais a essa entropia e, portanto, a desordem na estrutura (MIRACLE; SENKOV, 2017).

As propriedades mecânicas das LAE também são determinadas pela combinação de outros fatores, como a densidade, a microestrutura e a presença de defeitos como falhas e inclusões. As LAE também apresentam alta dureza, que está relacionada à presença de múltiplos elementos com diferentes tamanhos atômicos, onde a sua estrutura desordenada dificulta a propagação de falhas e trincas e dificulta o movimento de discordâncias no material e a deformação plástica do material (OTTO et al., 2013; CHEN et al., 2019). Além disso, essas ligas possuem elevada tenacidade, ou seja, capacidade de absorver energia antes de fraturar, o que pode ser atribuído à presença de defeitos como inclusões e falhas que ajudam a dissipar energia (GLUDOVATZ et al., 2014).

A estabilidade térmica delas é uma das suas principais características. Isso se deve à presença de múltiplos elementos de transição com altos pontos de fusão, o que permite que essas ligas sejam utilizadas em aplicações mesmo em temperaturas próximas a 1000°C mantendo suas propriedades mecânicas (CHEN et al., 2019). Algumas LAE têm pontos de fusão superiores a 2000°C, o que as torna promissoras

para aplicações ainda mais específicas e extremas como para aplicações em turbinas de avião, onde é necessário resistência mecânica e estabilidade térmica a altas temperaturas (YEH et al., 2004).

As ligas de alta entropia têm potencial para uma ampla gama de aplicações em várias indústrias, incluindo aeroespacial, automotiva, biomédica e eletrônica. No entanto, ainda há muito a ser explorado em termos de pesquisa e desenvolvimento desses materiais, incluindo a otimização das propriedades e a compreensão dos mecanismos que governam seu comportamento.

2.2.1 Efeitos característicos das LAEs

De forma a explicar a estabilidade microestrutural diferenciada e as propriedades únicas e incomuns dessas ligas, quatro efeitos característicos foram propostos: efeito de alta entropia, efeito de distorção severa da rede, efeito de difusão lenta e efeito coquetel (CANTOR et al., 2004 e YEH et al.,2006).

2.2.1.1 Efeito da Alta Entropia

O efeito da alta entropia é o efeito mais importante nas ligas de alta entropia (LAEs). Como foi visto, essas ligas são compostas por múltiplos elementos, o que naturalmente resulta em microestruturas complexas e potencialmente multifásicas (YEH et al.,2006). No entanto, é interessante notar que o efeito da alta entropia pode surpreendentemente favorecer a formação de fases em solução sólida, simplificando a microestrutura em relação às expectativas iniciais (GAO et al., 2011).

No estado sólido de uma liga, é possível identificar três categorias de fases que competem entre si: as fases elementares, os compostos intermetálicos e as soluções sólidas. As fases elementares são caracterizadas por soluções sólidas que consistem em apenas um elemento metálico. Já os compostos intermetálicos são compostos estequiométricos que apresentam estruturas de super-redes específicas. Por fim, as soluções sólidas são fases que exibem uma mistura total ou significativa dos

elementos, adotando estruturas cristalinas como cúbica de corpo centrado (CCC), cúbica de face centrada (CFC) ou hexagonal compacta (HC) (GAO et al., 2011).

Com o objetivo de ilustrar o efeito da alta entropia no favorecimento da formação de soluções sólidas, considere uma liga de alta entropia composta por elementos com forte interação entre si. Para simplificar, vamos desconsiderar a contribuição da energia de deformação da rede devido à diferença de tamanho atômico na entalpia de mistura. Na tabela a seguir, são apresentadas as entalpias, entropias e energia livre de Gibbs de mistura para as três fases concorrentes nessa liga de alta entropia hipotética.

Tabela 1 - Comparação entre entalpia, entropia e energia livre de Gibbs

Variáveis termodinâmicas	Fases Elementares	Compostos Intermetálicos	Soluções Sólidas
ΔH_{mix}	~ 0	$\ll 0$	< 0
$-T\Delta S_{mix}$	~ 0	~ 0	$-RT\ln(n)$
ΔG_{mix}	~ 0	$\ll 0$	$\ll 0$

Fonte: adaptado de GAO et al., 2011.

Conforme a segunda lei da termodinâmica, um sistema busca alcançar um estado de equilíbrio termodinâmico, favorecendo a formação de uma fase específica quando a energia livre de Gibbs é minimizada para uma determinada temperatura e pressão. A energia livre de Gibbs é influenciada pela entalpia e entropia de mistura do sistema, conforme expresso na Equação 1.

$$\Delta G_{mix} = \Delta H_{mix} - T\Delta S_{mix} \quad (1)$$

onde, ΔG_{mix} é a energia livre de Gibbs de mistura dos elementos, ΔH_{mix} é a entalpia de mistura dos elementos, ΔS_{mix} é a entropia de mistura dos elementos e T é a temperatura absoluta. Através desta equação observa-se que a energia livre de Gibbs pode se tornar negativa através de uma entropia de mistura suficientemente alta mesmo que a entalpia de mistura seja positiva.

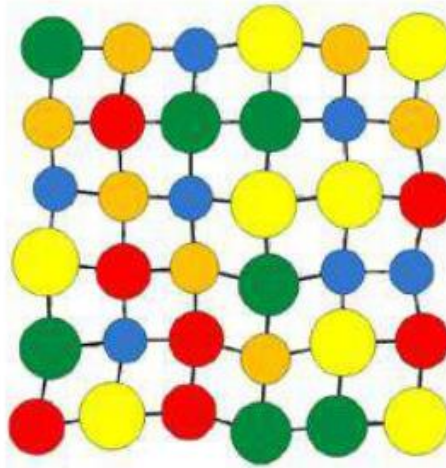
Com base nas entalpias e entropias de mistura apresentadas na Tabela 6, observa-se que as soluções sólidas apresentam uma competição significativa com os compostos intermetálicos para alcançar o estado de equilíbrio, principalmente em

temperaturas elevadas (GAO et al., 2011). De fato, nos últimos anos, tem sido cada vez mais comum encontrar fases intermetálicas em ligas de alta entropia anteriormente reportadas como sendo compostas apenas por uma única fase de solução sólida (CHEN et al., 2018).

2.2.1.2 *Distorção Severa de Rede*

Como foi visto, as Ligas de Alta Entropia (LAE) são caracterizadas por sua estrutura altamente desordenada, com a presença de cinco ou mais elementos metálicos em proporções equimolares. A matriz multicomponente de cada solução sólida presente nas ligas de alta entropia funciona como uma única matriz de soluto. Assim, cada átomo é cercado por outros tipos de átomos, com raios atômicos diferentes, gerando tensões e deformações na rede como mostrado na Figura 2 (YEH, 2013).

Figura 2: Rede severamente distorcida



Fonte: Adaptado de YEH, 2013.

Além das diferenças nos raios atômicos, acredita-se que as discrepâncias na energia de ligação e na estrutura cristalina entre os elementos constituintes da matriz contribuam para distorções ainda mais pronunciadas. Essas distorções são resultado das ligações atômicas e estruturas eletrônicas assimétricas que surgem entre um átomo e seus vizinhos. Além disso, essas diferenças variam de forma contínua ao longo da rede, já que não há um padrão repetitivo de átomos, como pode ser

observado na Figura 2 (YEH, 2013). Como consequência, a distorção da rede nas ligas de alta entropia é muito mais intensa do que nas ligas convencionais, uma vez que estas últimas são compostas por apenas um elemento principal, onde os átomos da matriz interagem com uma quantidade significativamente menor de átomos vizinhos e com uma periodicidade determinada (YEH, 2013).

Esse efeito característico de severa distorção da rede possui uma influência significativa nas propriedades físicas e mecânicas das ligas de alta entropia (YEH, 2006). Uma das principais consequências da distorção de rede é o aumento da resistência mecânica das ligas de alta entropia. Essa distorção dificulta o escorregamento dos planos cristalinos, resultando em uma maior capacidade do material em suportar cargas antes da deformação plástica. Dessa forma, as ligas de alta entropia apresentam uma resistência mecânica superior, sendo aplicáveis em situações que demandam elevadas cargas estruturais. Além disso, a distorção de rede contribui para o aprimoramento da tenacidade e ductilidade das ligas de alta entropia (ZHANG et al., 2018).

A presença de uma microestrutura complexa dificulta a propagação de trincas, tornando o material mais tenaz e menos suscetível à fratura frágil. Essa característica confere às ligas de alta entropia uma maior capacidade de absorção de energia antes da ocorrência da fratura (ZHANG et al., 2018).

Outro benefício da distorção de rede é a melhoria da estabilidade térmica das ligas de alta entropia. A presença de múltiplos elementos com diferentes tamanhos atômicos dificulta o movimento de defeitos cristalinos, como as discordâncias. Isso resulta em uma maior estabilidade térmica desses materiais, permitindo que mantenham suas propriedades mesmo em condições de alta temperatura. Além disso, a distorção de rede pode conferir maior resistência à oxidação e corrosão às ligas de alta entropia. A complexidade da microestrutura e a presença de múltiplos elementos podem formar camadas de óxidos protetoras ou dificultar a difusão de espécies corrosivas, tornando esses materiais mais resistentes a processos de oxidação e corrosão (MIRACLE, 2017).

2.2.1.3 *Efeito da Difusão Lenta*

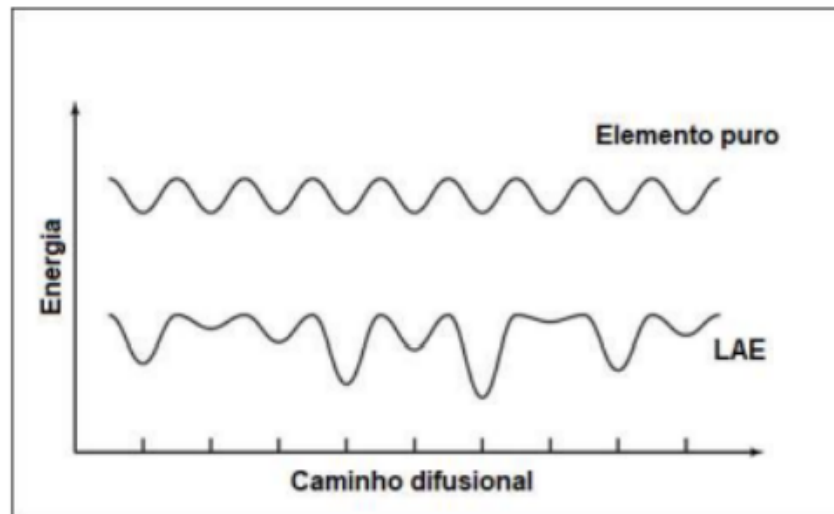
A difusão é um processo fundamental nos materiais, responsável pela movimentação dos átomos através da rede cristalina. Nas ligas de alta entropia, a difusão lenta é um efeito importante que influencia suas propriedades e comportamento. Devido à complexidade e heterogeneidade da microestrutura das ligas de alta entropia, a difusão dos átomos é dificultada (SANTOS et al., 2021).

A cinética lenta de difusão atômica encontrada nas ligas de alta entropia (LAE) é um fenômeno diretamente relacionado à distorção presente em sua rede cristalina. Essa distorção é resultado da presença de múltiplos elementos com diferentes tamanhos atômicos e características estruturais na composição das LAE. Essa heterogeneidade estrutural cria barreiras para o movimento atômico, limitando a difusibilidade da liga (ZHANG et al., 2018; GEORGE et al., 2020).

Em contraste com os metais puros, onde os átomos se movem em sítios com valores de potencial energético próximos, nas LAE a situação é diferente. A distribuição de elementos diferentes na rede cria uma variação significativa nos valores de potencial energético entre os sítios. (SANTOS et al., 2021). Isso dificulta o movimento dos átomos, resultando em uma taxa de difusão mais lenta.

A Figura 3 ilustra a diferença na energia potencial entre as LAE e as ligas comuns. Enquanto nas ligas convencionais a energia potencial entre os sítios é relativamente uniforme, nas LAE essa energia apresenta variações significativas devido à presença dos múltiplos elementos. (ZHANG et al., 2018; GEORGE et al., 2020). Essas variações energéticas dificultam a migração dos átomos, reduzindo a taxa de difusão e contribuindo para a cinética lenta observada nas LAE.

Figura 3: Diferença na energia potencial



Fonte: Adaptado de YEH, 2006.

A cinética lenta de difusão nas LAE tem implicações importantes em suas propriedades e comportamento. Em termos práticos, essa característica influencia a estabilidade térmica das LAE em altas temperaturas, onde a baixa taxa de difusão acaba reduzindo a nucleação, crescimento e formação de novas fases, pois os sítios da liga possuem energias potenciais variadas (YEH et al., 2013). A difusão lenta promove na liga uma maior temperatura de recristalização, maior resistência à fluência e lento crescimento de grão (GAO et al., 2016).

2.2.1.4 *Efeito Coquetel*

O conceito do "efeito coquetel" se baseia na seleção cuidadosa dos elementos constituintes de uma liga, visando obter propriedades específicas desejadas (YEH et al., 2006). Embora esse efeito seja observado nas ligas convencionais, nas ligas de alta entropia, ele é potencializado, especialmente devido à utilização de um mínimo de cinco elementos principais para aprimorar as propriedades dos materiais (YEH et al., 2013).

Conforme mencionado anteriormente, é comum que as ligas de alta entropia (LAEs) apresentem uma tendência à formação de fases simples. No entanto, dependendo da composição e do processo de fabricação, essas ligas podem exibir a

presença de duas, três ou até mesmo mais fases. Consequentemente, as propriedades resultantes são o resultado da contribuição global de todas as fases presentes na liga, levando em consideração a morfologia, distribuição, interface e propriedades individuais de cada uma delas (YEH et al., 2013).

Cada fase presente nas LAEs é uma solução sólida composta por múltiplos elementos e, em escala atômica, pode ser tratada como um compósito. Portanto, as propriedades desses compósitos não são originadas apenas pelas propriedades intrínsecas de cada elemento constituinte, mas também pelas interações entre todos os elementos e pela distorção severa da rede cristalina (YEH et al., 2013).

Em geral, o efeito coquetel observado nas LAEs varia desde um efeito de compósito multifásico em escala atômica até um efeito de compósito multifásico em escala micrométrica (YEH et al., 2013). Portanto, antes de determinar as composições e os processos de fabricação, é crucial compreender as interações entre os elementos e entre as fases, a fim de explorar as composições mais promissoras para as ligas de alta entropia.

2.3 SISTEMA CrMnFeCoNi

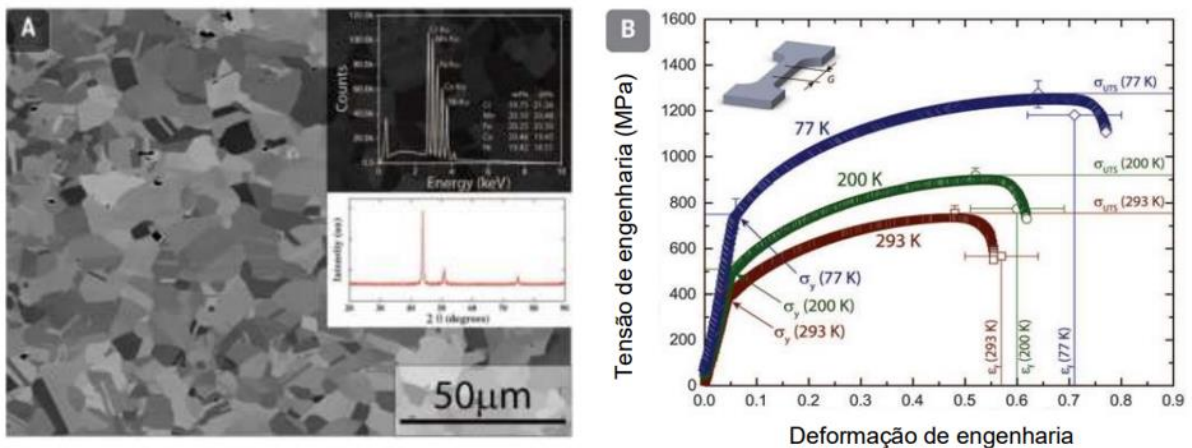
A pesquisa em ligas de alta entropia contendo os elementos Co, Cr, Cu, Fe, Mn e Ni tem sido extensivamente explorada nos últimos anos. Dentre os diversos sistemas de ligas de alta entropia estudados até o momento, destaca-se o sistema CrMnFeCoNi, que foi inicialmente proposto por Cantor et al. (2004) e Yeh et al. (2004)

A liga equiatômica CrMnFeCoNi possui uma estrutura única, cúbica de face centrada (CFC), e pesquisas realizadas com essa liga têm relatado diversas propriedades mecânicas interessantes, que são até mesmo incomuns quando comparadas a ligas tradicionais. Foi observado que essa liga apresenta um aumento simultâneo do limite de escoamento (LE), do limite de resistência à tração (LR) e da ductilidade à medida que a temperatura do teste de tração diminui (OTTO et al., 2013). Um estudo recente indicou que a liga CrMnFeCoNi de alta entropia exibe uma notável tolerância a danos e uma excelente tenacidade à fratura em temperatura ambiente, e essa melhora ainda mais em temperaturas criogênicas (LAPLANCHE et al., 2016;

GLUDOVATZ et al., 2014). No entanto, em comparação com a maioria dos materiais metálicos estruturais, a liga FeCoCrNiMn de alta entropia, especialmente quando homogeneizada, geralmente apresenta um limite de escoamento relativamente baixo (SHAHMIR et al., 2016). Esse fator limita sua aplicação imediata, principalmente em aplicações estruturais práticas.

Diversos estudos, como o de Gludovatz et al. (2014), têm demonstrado que a liga CrMnFeCoNi apresenta um limite de resistência à tração acima de 1 GPa e tenacidade à fratura acima de 200 MPa·m^{1/2}. Além disso, essas propriedades mecânicas são consideravelmente aprimoradas em temperaturas criogênicas. A microestrutura da liga CrMnFeCoNi, conforme mostrado na Figura 4(a), é composta por uma solução sólida simples cúbica de face centrada (CFC). As curvas de tração, representadas na Figura 4(b), revelam que a liga apresenta um aumento significativo nas propriedades mecânicas à medida que a temperatura diminui, devido à transição do mecanismo de deformação de escorregamento planar de discordâncias, ativo em temperatura ambiente, para a deformação por nanomaclagem mecânica que ocorre em temperaturas mais baixas. Essa transição também foi confirmada por Laplanche et al. (2016) em análises similares realizadas a 77 K e 293 K.

Figura 4: Microestrutura e propriedades mecânicas da LAE CrMnFeCoNi

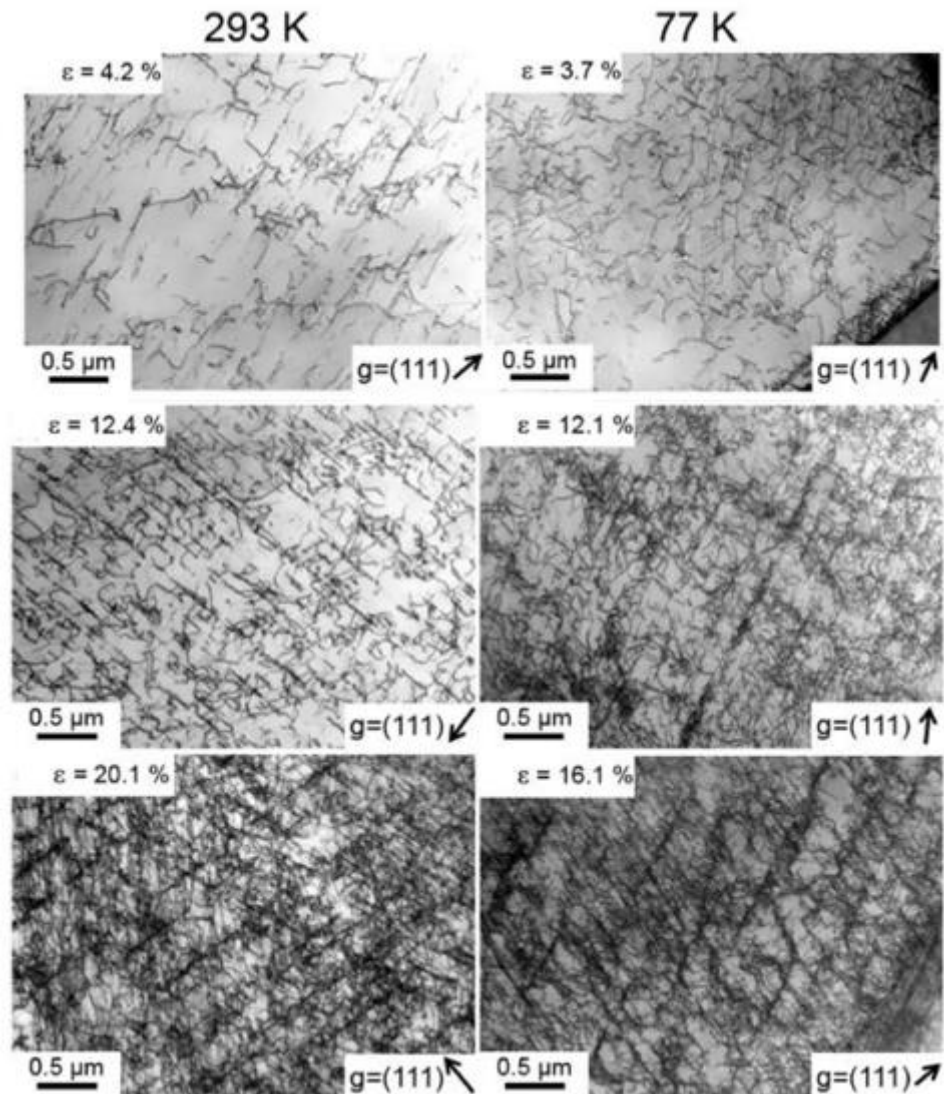


Fonte: GLUDOVATZ et al., 2014.

O movimento de discordâncias em aços e ligas é o principal mecanismo de deformação, no qual ocorre uma mudança na forma do material sem alterar sua estrutura cristalina ou volume. Com o aumento da deformação, a densidade de discordâncias aumenta devido à multiplicação ou formação de novas discordâncias.

Esse aumento na densidade de discordâncias dificulta o movimento das mesmas, resultando em um aumento na resistência mecânica do material. A figura 5, retirada do trabalho de Laplanche et al. (2016), ilustra claramente o aumento da densidade de discordâncias com a deformação. As micrografias de MET mostram a evolução da densidade de discordâncias da liga CrMnFeCoNi em temperaturas de 293 K e 77 K. De acordo com os estudos, deformações maiores resultam em maiores densidades de discordâncias, e deformações acima de 20% podem levar à formação de estruturas celulares.

Figura 5: Micrografias de MET liga CrMnFeCoNi



Fonte: Adaptado de LAPLANCHE et al., 2016.

A liga CrMnFeCoNi desperta grande interesse devido às suas propriedades mecânicas únicas. Estudos mostram que ela apresenta um aumento do limite de

escoamento, limite de resistência à tração e ductilidade com a diminuição da temperatura. Sua microestrutura cúbica de face centrada e a transição do mecanismo de deformação contribuem para essas propriedades. O aumento da densidade de discordâncias com a deformação está relacionado ao endurecimento do material. A mobilidade das discordâncias afeta a resistência mecânica, tornando o material mais resistente quando sua mobilidade é reduzida. Por outro lado, maior mobilidade torna o material mais maleável. A liga CrMnFeCoNi possui potencial para aplicações estruturais, embora desafios, como o baixo limite de escoamento, precisem ser superados (LAPLANCHE et al., 2016).

2.4 REVESTIMENTO

O processo de depositar uma camada fina de material, como metais ou cerâmicas, na superfície de um material selecionado é chamado de revestimento. Ao utilizar o revestimento, a superfície do material selecionado é modificada para apresentar as características desejadas do material depositado, como resistência à corrosão, durabilidade ou capacidade de suporte de carga, que não podem ser alcançadas usando apenas um material. No processo de revestimento metálico, são comumente utilizados titânio, cobre, cádmio, níquel ou cromo para alterar as propriedades da superfície. Encontrar a melhor tecnologia de revestimento está relacionado às características específicas do produto desejado, como a metalurgia do substrato, tamanho, nível de aderência necessário, custo e disponibilidade do equipamento, e a adaptabilidade do material de revestimento à técnica pretendida. Baixa velocidade do processo e alto custo são os principais fatores que limitam a adoção do revestimento por laser cladding para revestimento metálico (TOYSERKANI; KHAJEPOUR; CORBIN, 2004).

2.5 TECNOLOGIAS DE LASER

As técnicas de deposição a laser, como *laser surface alloying* (LSA) e *laser cladding* (LC), têm se desenvolvido rapidamente devido à alta densidade de energia, altas taxas de solidificação, menor efeito térmico no substrato, diluição mínima, melhor ligação metalúrgica, distorção nominal na geometria do revestimento, menor abertura de rachaduras, flexibilidade em termos de uso em modo totalmente automatizado e a

possibilidade de produzir revestimentos com microestruturas não-equilibradas e melhores propriedades de superfície, como resistência à corrosão, oxidação e desgaste (ZHANG et al., 2018).

O laser gerado é caracterizado por algumas propriedades distintas. Ele é altamente coerente, o que significa que as ondas de luz mantêm uma diferença de fase constante. Além disso, o feixe é altamente monocromático, consistindo em uma estreita faixa de comprimentos de onda. Em comparação com outras fontes de luz, os feixes de laser são altamente direcionais, divergindo muito pouco. Em alguns casos, sistemas ópticos adicionais podem ser utilizados para otimizar a direção do feixe de saída. Outra característica dos feixes de laser é a sua intensidade, com uma alta concentração de energia em um ponto focal (TOYSERKANI; KHAJEPOUR; CORBIN, 2004).

O princípio físico ativo de um laser é baseado em três processos fundamentais: absorção, emissão espontânea e emissão estimulada (TOYSERKANI; KHAJEPOUR; CORBIN, 2004). Quando um átomo está em seu nível de energia mais baixo (E_0), ele pode absorver energia por meio da radiação (hf) e alcançar um nível mais alto de energia (E_x), conforme expresso na fórmula:

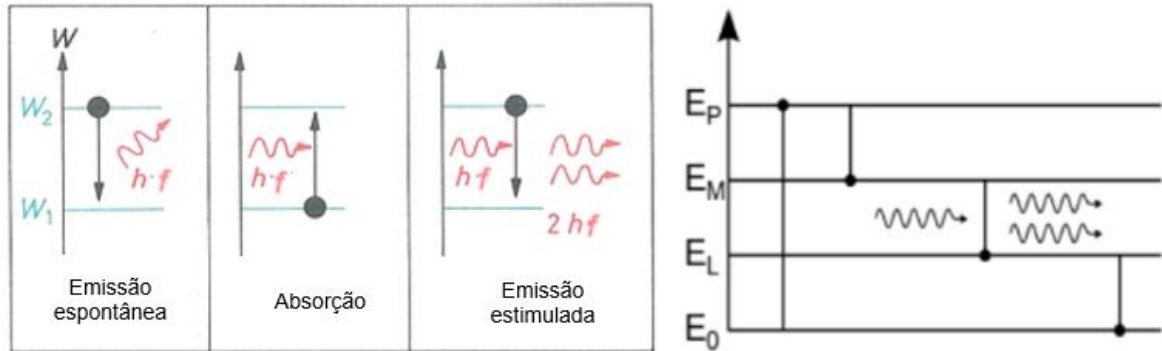
$$hf = E_x - E_0 \quad (2)$$

No entanto, esse estado energético mais elevado não é estável para o átomo. Após aproximadamente 10^{-8} segundos, ele retorna espontaneamente ao seu estado fundamental, emitindo energia (hf) na forma de luz que não é coerente, monocromática nem direcional. Esse fenômeno é conhecido como emissão espontânea (TOYSERKANI; KHAJEPOUR; CORBIN, 2004).

Outro processo crucial é a emissão estimulada. Quando um átomo está em um nível energético mais elevado, e recebe energia adicional na forma de radiação (hf), ele retorna ao seu estado fundamental, liberando um quantum de energia (hf) semelhante ao que o estimulou inicialmente. Ambos os quanta de energia liberados são coerentes, monocromáticos e divergentes, compartilhando a mesma fase,

energia, polarização e direção de propagação. Esses quanta de energia se somam a quanta liberados por outros átomos, formando o feixe de laser (TOYSERKANI; KHAJEPOUR; CORBIN, 2004).

Figura 6: Interação de Radiação e Átomos



Fonte: adaptado de LASCHKOW, 2017.

Portanto, para gerar um feixe de laser, é necessário que haja uma maior quantidade de energia emitida do que absorvida. A emissão estimulada é o tipo de interação desejada nesse processo. Para alcançar esse estado de maior emissão estimulada em relação à absorção, é necessário que mais átomos estejam em níveis energéticos mais altos do que no estado fundamental, o que é conhecido como inversão populacional (TOYSERKANI; KHAJEPOUR; CORBIN, 2004).

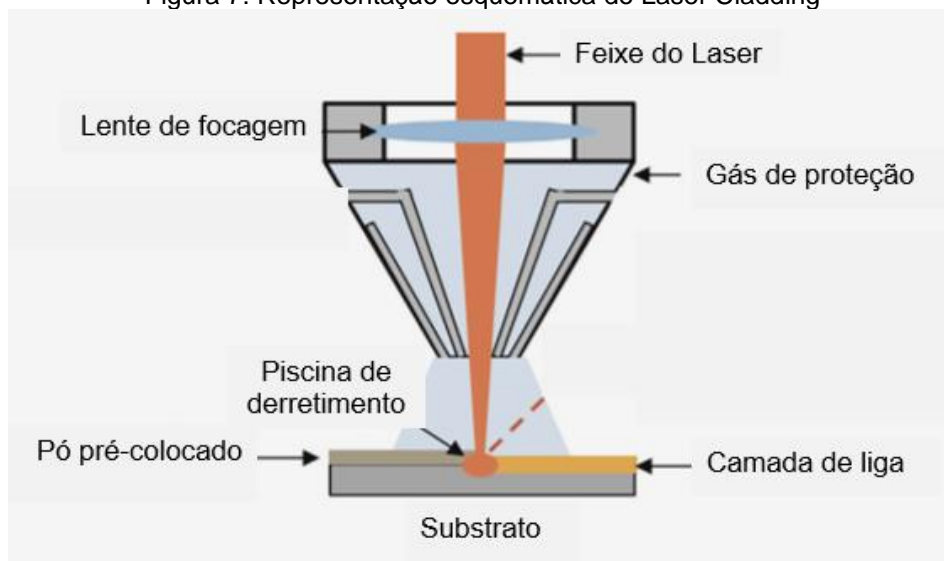
2.5.1 Laser de Fibra

O laser de fibra é composto por dois tipos diferentes de fibras, uma fibra amplificadora e uma fibra de modelagem de pulso, que são conectadas em série. A fibra de modelagem de pulso utiliza o fenômeno de modelagem de pulso para encurtar os pulsos, enquanto a fibra amplificadora contém o meio de amplificação do laser. Enquanto é propagado repetidamente no ressonador, um pulso formado inicialmente é encurtado e amplificado a cada vez até alcançar um estado estacionário. O comprimento de onda do laser deve ser ligeiramente maior que o comprimento de onda de dispersão nula da fibra de modelagem de pulso. Uma fonte contínua, especialmente diodos laser de onda contínua, alimenta a fibra (TOYSERKANI; KHAJEPOUR; CORBIN, 2004).

2.6 LASER CLADDING

O laser cladding (LC) é um processo multidisciplinar que envolve a interação entre um feixe de laser de alta intensidade, um material de adição e um substrato, resultando no derretimento do material de revestimento e sua deposição sobre o substrato (SUN et al., 2019). A Figura 7 ilustra esse processo.

Figura 7: Representação esquemática do Laser Cladding



Fonte: adaptado de GOPINATH et al., 2019.

A energia absorvida pelo substrato causa fusão, e o material ressolidifica-se após se misturar com o revestimento. O laser fornece radiação de alta densidade de energia (SUN et al., 2019). Durante o processo, é utilizado gás argônio como gás de proteção para evitar oxidação, inclusões e outros defeitos no revestimento (SUN et al., 2019). O revestimento a laser é dividido em quatro zonas principais: zona de revestimento, zona termicamente afetada (ZTA), zona de interface/ligação e zona de base/substrato. Uma característica importante da técnica de LC é que a pequena ZTA e a baixa distorção evitam alterações metalúrgicas no substrato (SUN et al., 2019).

O LC é uma técnica promissora amplamente aplicada na síntese de ligas de alta entropia (LAEs). Comparadas às técnicas convencionais, como pulverização catódica, revestimento por arco de plasma, as LAEs depositadas por LC apresentam melhores propriedades de superfície (SUN et al., 2019).

As vantagens do revestimento por laser cladding em comparação aos métodos convencionais são numerosas. Uma das principais características é a obtenção de revestimentos de alta qualidade, além de uma diluição reduzida, uma Zona Termicamente Afetada (ZTA) menos extensa e distorções mínimas devido ao controle preciso da energia de entrada (SUN et al., 2019).

No entanto, é importante considerar os altos investimentos necessários para a aquisição dos equipamentos e a necessidade de um rigoroso controle dos parâmetros de processo. A análise custo-benefício deve ser realizada levando em conta as características de todos os métodos disponíveis. No caso do revestimento por laser cladding, deve-se considerar o benefício de eliminar operações de acabamento, o que pode resultar em redução de custos (TOYSERKANI et al., 2005).

Uma das principais aplicações do revestimento a laser é na reparação e substituição de componentes de alto valor, como ferramentas, lâminas de turbina, turbinas a gás e peças internas de motores de combustão, além de vários componentes militares. Essa tecnologia também é amplamente utilizada na indústria para revestimento de superfícies, soldagem de reparo e prototipagem rápida. Ao contrário dos métodos convencionais de soldagem, que muitas vezes resultam em danos, como rachaduras e porosidade, devido às altas temperaturas e ao estresse térmico, as estruturas fabricadas por laser apresentam maior precisão e resistência mecânica (TORIMS, 2013; POPRAWA, 2011).

2.6.1 Parâmetros do Processo

As principais variáveis envolvidas no processo de revestimento a laser incluem a potência do laser, o diâmetro da mancha focal e a velocidade de varredura. Além disso, as propriedades dos materiais utilizados, como os índices de absorvidade, tanto do substrato quanto do revestimento, desempenham um papel crucial no resultado final. Outro fator importante são os parâmetros de processamento, como a geometria do componente, a taxa de alimentação do material de adição e a presença de gás de proteção. (ION, 2005).

Essa ampla gama de parâmetros operacionais e fenômenos físicos influencia diretamente a qualidade do revestimento. Essas variáveis estão inter-relacionadas e afetam a geometria do cordão que sobrepostos compõe o revestimento. Portanto, a potência do laser, diâmetro da mancha focal, gás de proteção, taxa de injeção do material de revestimento (em processos de uma etapa) e velocidade de deslocamento do substrato são as principais variáveis a serem consideradas e analisadas (ION, 2005).

Um dos parâmetros-chave é a densidade de energia (J/mm^2), que regula a fusão entre o substrato e o material de revestimento. Esse valor pode ser calculado usando a seguinte equação:

$$E = \frac{P}{V.D} \quad (3)$$

onde, P é potência do laser (W), V é velocidade de varredura do laser (mm/s) e D é o diâmetro da mancha focal (mm).

2.6.2 Diluição

A diluição é um fator importante no processo de revestimento a laser e é definida como a porcentagem da mistura entre o substrato e a região de revestimento devido à convecção. Uma pequena quantidade de substrato é fundida para formar uma ligação metalúrgica forte. Uma diluição de aproximadamente 5% é suficiente para garantir uma fusão eficiente (ION, 2005). Uma diluição igual a zero indicaria que não há contaminação no revestimento. Por outro lado, quando a diluição da superfície solidificada ultrapassa 20%, o processo é chamado de "alloying" (REIS, et al., 1998).

Reis et al. (1998) desenvolveram um modelo teórico para o revestimento a laser com pré-deposição de pó, mostrando a interação do tempo com a formação da poça fundida. Os resultados demonstraram que a diluição aumentava com o aumento do tempo de interação (redução da velocidade do processo) (REIS, et al., 1998).

Várias características do processo podem influenciar a diluição. Por exemplo, altas potências do laser podem resultar em diluição excessiva, a condutividade

térmica do substrato também pode ter um efeito, assim como a diminuição da taxa de deposição de pó, que leva a um aumento da diluição (SOUTO, 2013).

Essa diluição é medida em termos de percentual e é definida como

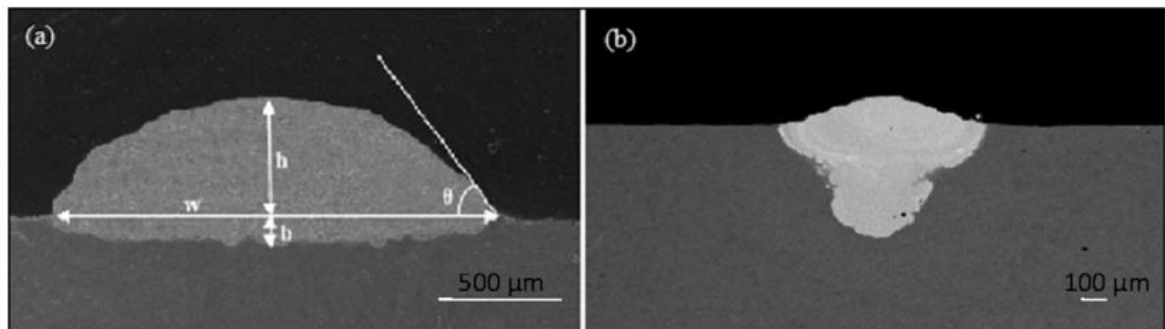
$$D(\%) = \frac{b}{(h+b)} \times 100 \quad (4)$$

onde, D (%) é a taxa de diluição, b é a relação entre a profundidade do revestimento e h é altura do revestimento acima do substrato, como mostrado na Figura 8.

2.6.3 Diferença entre LC e LSA

A principal diferença entre o LC e o LSA reside na mistura do material do revestimento com o substrato, conhecida como diluição. A diluição é um fenômeno inevitável em ambas as técnicas. No entanto, a técnica LSA apresenta um grau de diluição muito maior do que a técnica LC (Arif et al., 2021; BAREKAT et al., 2016). A figura 8 mostra a diferença nas Imagens de MEV entre a geometria do revestimento por LC e LSA. A Figura 8a mostra menos difusão na interface do revestimento.

Figura 8: Diferença entre a geometria do revestimento por LC e LSA



Fonte: Arif et al., 2021, apud BAREKAT et al., 2016.

Além disso, ao selecionar parâmetros de processamento a laser otimizados, é possível reduzir a diluição do revestimento a laser para 10% com excelente ligação interfacial (Arif et al., 2021; BAREKAT et al., 2016). Por outro lado, não houve uma distinção visível relatada (Figura 8b) que também mostrasse que o percentual de diluição da técnica LSA é maior do que a técnica LC (Arif et al., 2021). É importante

mencionar que não há uma diferença significativa entre o LC e o LSA, e isso não foi estritamente definido de acordo com a literatura disponível (Arif et al., 2021).

3 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAL

O procedimento experimental do trabalho de conclusão de curso teve como objetivo a análise da microestrutura resultante da fusão a laser de uma liga de alta entropia composta por Cromo, Manganês, Ferro, Cobalto e Níquel. Para realizar o experimento, inicialmente, foram adquiridos e misturados pós-metálicos de alta pureza em proporção equiatômicas.

Para a fusão dos pós, foi escolhida uma barra de aço 1020 como substrato e preparada com jateamento de areia para homogeneizar a superfície. Em seguida, uma camada fina e uniforme do pó foi espalhada sobre a chapa de aço. O processo de fusão a laser foi usado para fundir seletivamente o pó em áreas específicas, variando a potência do laser e a velocidade de varredura.

Para a análise metalográfica, as amostras foram preparadas por polimento e ataque químico. Em seguida, as amostras foram analisadas em um microscópio óptico e foram obtidas imagens das regiões de interesse.

3.1 PREPARAÇÃO MISTURA DE PÓS

Para a realização deste trabalho, utilizou-se materiais precursores com alto grau de pureza. Os pós comerciais dos elementos Fe (99,5%), Cr (99,8%), Mn (99,3%), Co (99,8%) e Ni (99,9%) foram pesados em proporções equiatômicas como demonstrado na Tabela 2 (ANDRÉ, 2022). Os pós foram levados para o misturador disponível na Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) e submetidos ao processo de mistura.

Tabela 2 - Massa de cada elemento percursos da formação da liga

Elemento	Cr	Mn	Fe	Co	Ni
Massa (g)	1,1635	1,2293	1,2496	1,3188	1,3134

Fonte: (adaptado de André, 2022)

3.2 PREPARAÇÃO DO SUBSTRATO

Para preparar o substrato para o processo de revestimento por laser cladding, foi utilizado uma barra de aço 1020 com espessura de 10 mm e largura de 50 mm. A barra foi cortada com uma serra fita para atingir o comprimento de 120 mm. Em seguida, a superfície do substrato foi preparada através do jateamento de areia, realizado no laboratório da UFSC utilizando o equipamento gabinete de jateamento CMV GS-9075X.

Figura 9: Equipamento de jateamento CMV GS-9075X

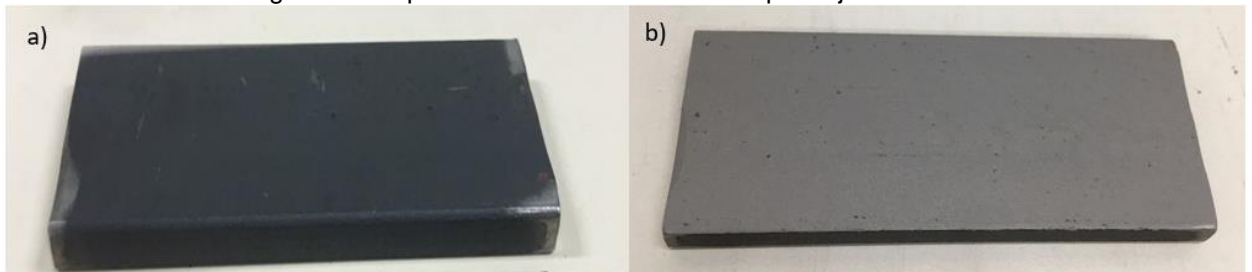


Fonte: desenvolvido pelo autor.

O objetivo do jateamento de areia é remover camadas superficiais de impurezas e oxidação presentes no substrato, permitindo a criação de uma ligação forte e duradoura entre o revestimento e o material de base. Esse processo consiste em utilizar uma máquina que lança partículas abrasivas em alta velocidade sobre a superfície do substrato, efetivamente removendo as camadas indesejadas. Além de sua função de limpeza, o jateamento de areia também pode aprimorar a rugosidade da superfície do substrato, o que se mostra benéfico em algumas aplicações específicas. Ao aumentar a rugosidade, é possível melhorar a capacidade de aderência do revestimento à superfície do substrato, bem como aumentar a área superficial do material. Esse efeito é particularmente útil em situações que requerem

uma alta transferência de calor (CHEN et al., 2019). A Figura 10 ilustra a superfície do substrato antes e após a realização do jateamento.

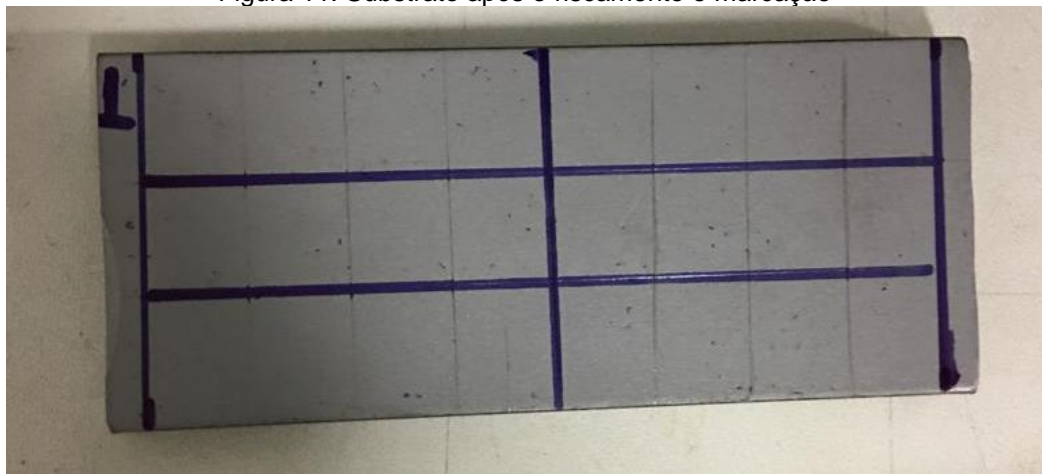
Figura 10: Superfície do substrato antes e após o jateamento



Fonte: desenvolvido pelo autor.

Após o processo de jateamento, foi realizado o riscamento do substrato com o objetivo de marcar a posição exata onde os cordões de pó metálico seriam depositados para a realização do ensaio de laser cladding. Para isso, foram identificados dois pontos de referência no substrato, um para cada cordão, e realizadas quatro variações de 15mm em cada um dos cordões. Os riscos de referência do substrato foram marcados com caneta para facilitar a visualização e deposição da mistura de pós.

Figura 11: Substrato após o riscamento e marcação

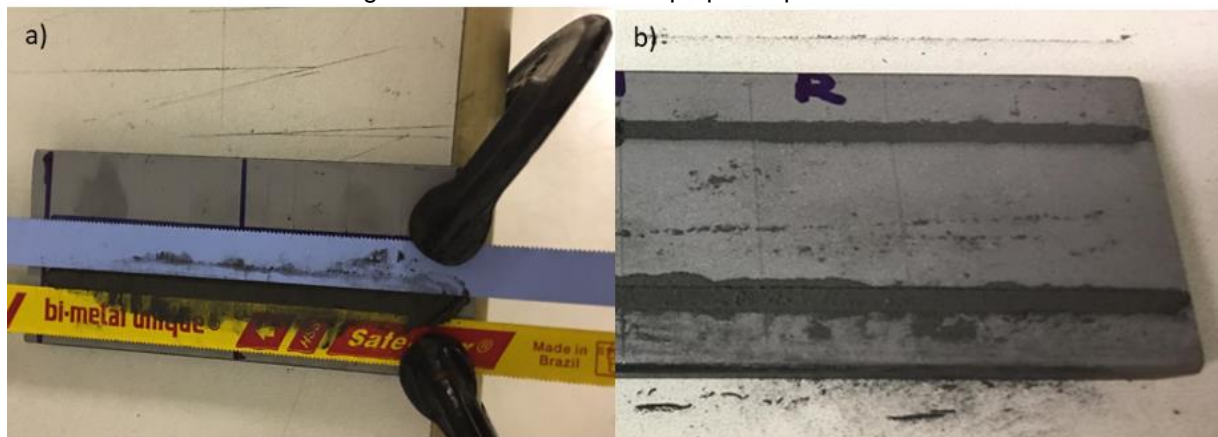


Fonte: desenvolvido pelo autor.

3.3 DEPOSIÇÃO DO MATERIAL NO SUBSTRATO

Realizou-se a pré deposição manual do pó sobre o substrato antes da etapa de fusão a laser. O pó foi depositado manualmente, entre réguas, sobre a marcação da amostra e nivelado com o auxílio de uma espátula, resultando na formação de dois cordões com aproximadamente 0,5 mm de altura e 0,5 mm de largura.

Figura 12: Substrato com o pó pré-depositado



Fonte: desenvolvido pelo autor.

O processo de laser cladding foi realizado utilizando a superfície de aço 1020 como substrato. Nessa técnica, uma camada da mistura dos pós de Fe, Cr, Mn, Co, Ni foi depositada sobre a superfície preparada, resultando numa liga, potencialmente, de alta entropia. Durante a fusão, foi realizada a variação da potência e da velocidade de varredura do laser, a fim de se obter as melhores condições para a produção de um revestimento de qualidade.

Para o experimento, foi utilizado um laser de fibra com uma lente colimadora de distância focal de 150 mm e uma lente de foco de 300 mm, resultando em uma relação do diâmetro da mancha focal (spot size) de 2:1. A fibra óptica utilizada possui diâmetro de 400 μm , sendo assim, o menor spot size possível foi de aproximadamente 0,8 mm, de acordo com informações da fabricante PRECITEC (2011). O laser é capaz de operar com potência máxima de 10 kW. As amostras foram movidas por meio de uma mesa comandada por controle numérico computadorizado (CNC) que permitiu a movimentação das amostras no plano XY. Dessa forma, foi possível realizar a

varredura do feixe laser sobre a superfície das amostras de forma precisa e controlada, garantindo a uniformidade do processamento.

Primeiramente, foram conduzidos ensaios preliminares com o objetivo de determinar os melhores parâmetros de variação de potência e velocidade de varredura. Uma vez identificados os parâmetros ideais, um novo substrato foi preparado e um ensaio definitivo de laser cladding foi realizado utilizando esses parâmetros definidos. Os detalhes desses ensaios, incluindo o procedimento preliminar, o ensaio final e os parâmetros selecionados, serão descritos em maior detalhe na seção de resultados deste trabalho. Dessa forma, será possível compreender como os parâmetros foram otimizados e sua influência nos resultados obtidos.

3.4 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

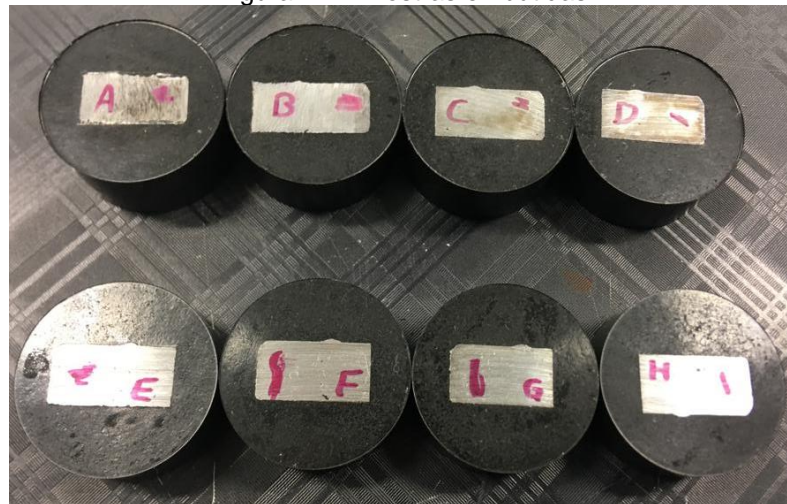
Para iniciar a preparação das amostras, os cordões formados no substrato foram cuidadosamente cortados seguindo as marcações do próprio material, o que resultou em oito amostras distintas. Em seguida, as amostras foram embutidas em baquelite utilizando a embutidora metalográfica EM30D e identificadas com letras maiúsculas de A à H para facilitar a identificação durante as análises posteriores.

Figura 13: embutidora metalográfica EM30D



Fonte: desenvolvido pelo autor.

Figura 14: Amostras embutidas



Fonte: desenvolvido pelo autor.

Após o processo de embutimento, foi realizado o lixamento das amostras com o objetivo de remover quaisquer irregularidades presentes em suas superfícies, tais como marcas de corte, riscos ou deformações que pudessem prejudicar a análise microestrutural. Para isso, utilizou-se uma sequência específica de papel de lixa com diferentes granulações, empregando a politriz lixadeira metalográfica PL02 ED.

Figura 15: Politriz lixadeira metalográfica PL02 ED



Fonte: desenvolvido pelo autor.

O processo de lixamento foi realizado em etapas, iniciando com a lixa de granulação mais baixa (220 grits), a qual foi utilizada para remover as irregularidades mais grosseiras da superfície da amostra. Em seguida, o papel de lixa de granulação média (320 grits) foi utilizado para suavizar ainda mais a superfície.

Após o lixamento com a granulação média, foi realizado o lixamento com um abrasivo ainda mais fino, utilizando um papel de lixa com granulação de 600 grits. Essa etapa teve como objetivo remover as marcas deixadas pelos lixamentos anteriores e obter uma superfície ainda mais suave e uniforme.

Na etapa final do processo de lixamento, após a utilização da lixa com granulação de 600 grits, foi utilizada a lixa com granulação de 1200 grits para obter uma superfície ainda mais lisa e uniforme, eliminando quaisquer marcas deixadas pelas lixas anteriores e deixando a superfície preparada para a análise microestrutural.

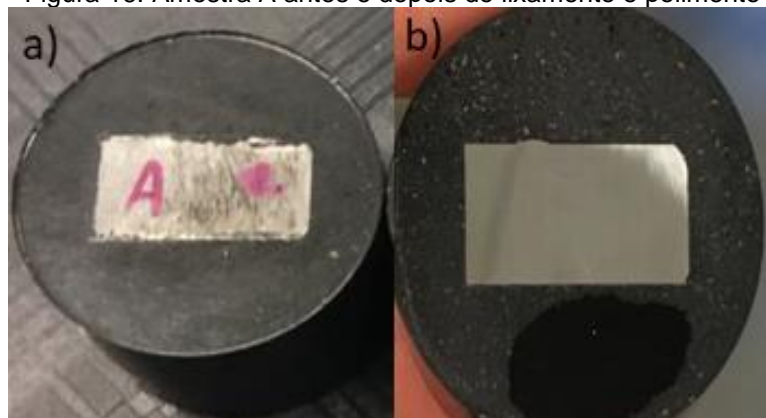
Por fim, um disco de polimento com uma pasta abrasiva fina de óxido de alumínio foi utilizado na etapa de polimento final, a fim de obter uma superfície completamente lisa e homogênea. Esse processo garante que não haja distorções ou

marcas na superfície da amostra, deixando-a pronta para análise por microscopia óptica.

A diferença visual entre a amostra antes e depois do processo de lixamento e polimento é bastante significativa. Antes do processo, a superfície pode apresentar irregularidades, riscos e deformações que interferem na análise microestrutural. Após o processo, a superfície fica completamente lisa e uniforme, permitindo uma visualização de detalhes mais simples, como porosidade, algumas inclusões e regiões heterogêneas como substrato e revestimento.

A figura 16 apresenta a diferença visual entre a amostra antes e depois do processo de lixamento e polimento. A imagem anterior ao processo de lixamento apresenta irregularidades e marcas na superfície, como arranhões, riscos e deformações que podem interferir na análise microestrutural, dificultando a identificação precisa das estruturas presentes no material. Já na imagem posterior ao processo de lixamento e polimento, a superfície fica completamente lisa e uniforme, sem nenhum tipo de marca ou deformação aparente, proporcionando uma visualização mais clara e nítida das microestruturas presentes no material. Essa superfície uniforme é essencial para a análise microestrutural de materiais, pois permite a identificação correta das fases, microconstituintes e características microestruturais.

Figura 16: Amostra A antes e depois do lixamento e polimento



Fonte: desenvolvido pelo autor.

3.4.1 Ataque químico

A etapa de ataque químico foi realizada após a preparação das amostras. Trata-se de uma técnica fundamental no ensaio metalográfico para revelar a microestrutura de ligas metálicas. O processo de ataque químico consiste na aplicação de um reagente químico sobre a superfície polida da amostra, o qual reage seletivamente com as diferentes fases presentes na microestrutura. O reagente remove a fase menos nobre ou mais reativa, deixando a fase nobre ou menos reativa em evidência. Dessa forma, é possível obter uma melhor visualização das diferentes fases presentes na microestrutura da amostra. Após a aplicação do reagente, a amostra é imediatamente lavada e seca para evitar a corrosão da superfície. A amostra é, então, observada por meio de um microscópio óptico ou eletrônico, permitindo a visualização e análise das diferentes fases presentes na microestrutura.

Para o ataque químico das amostras deste trabalho, foi preparada uma solução composta por ácido fluorídrico (HF), ácido clorídrico (HCl), ácido nítrico (HNO₃) e água (H₂O), seguindo as proporções apresentadas na tabela abaixo:

Tabela 3 - Proporções das substâncias no ataque químico

Substância	Percentual
HF	10%
HCl	15%
HNO ₃	25%
H ₂ O	50%

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

A escolha dessa solução para o ensaio de ligas de alta entropia fundidas via laser cladding está relacionada às suas propriedades químicas, uma vez que as ligas de alta entropia contêm vários elementos em concentrações equimolares, o que pode dificultar a revelação das microestruturas com outros tipos de solução. O ácido fluorídrico (HF) tem a capacidade de dissolver os componentes intergranulares da amostra, permitindo a visualização das bordas dos grãos. Já o ácido clorídrico (HCl) é um ácido forte que ajuda a remover óxidos e outras impurezas. O ácido nítrico (HNO₃) atua como um oxidante, removendo camadas superficiais da amostra e revelando a microestrutura. E a água é utilizada como solvente e para reduzir a agressividade da solução (ZHENG et al., 2023).

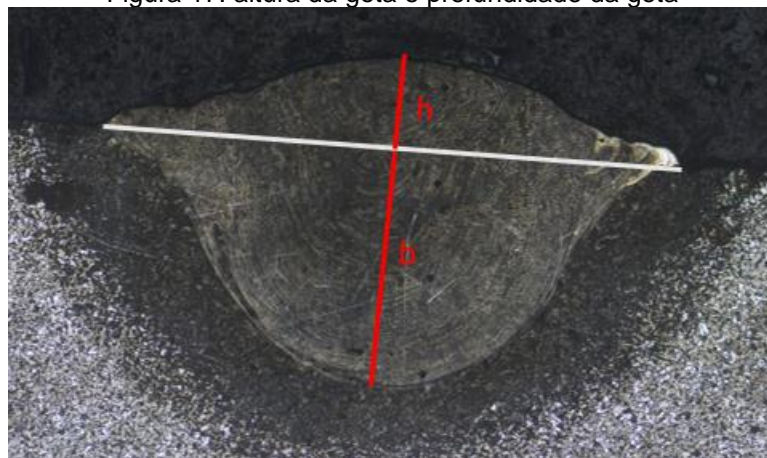
Em seguida, foi realizado um segundo ataque químico utilizando uma solução de Nital 2% para o aço, com o objetivo de revelar a microestrutura do substrato. O Nital é um reagente amplamente utilizado na metalografia para realçar os contornos de grãos e revelar a estrutura cristalina dos materiais metálicos.

3.5 TEOR DE DILUIÇÃO

O percentual de diluição é um parâmetro crucial a ser avaliado em processos de laser cladding. Ele indica a quantidade de material de revestimento que se funde e se mistura com o substrato durante o processo. O percentual de diluição pode afetar diretamente as propriedades do revestimento, como sua composição química, microestrutura e desempenho mecânico (Arif et al., 2021; BAREKAT et al., 2016). Neste estudo, o cálculo do percentual de diluição foi realizado com base nos dados obtidos a partir das imagens metalográficas das seções transversais das amostras.

Para determinar o percentual de diluição, foram medidos a profundidade da gota e a altura da gota nas imagens metalográficas. A profundidade da gota representa a porção fundida do revestimento formado pelo processo de laser cladding, enquanto a altura da gota refere-se à altura total da região fundida.

Figura 17: altura da gota e profundidade da gota



Fonte: desenvolvido pelo autor.

O cálculo do percentual de diluição foi realizado utilizando a seguinte fórmula (Arif et al., 2021; BAREKAT et al., 2016):

$$\%D = \left(\frac{b}{(b+h)} \right) * 100 \quad (5)$$

onde, b = profundidade da gota, e h = altura da gota. Na fórmula, a profundidade da gota é dividida pela soma da profundidade da gota com a altura da gota, e o resultado é multiplicado por 100 para obter o percentual de diluição (Arif et al., 2021, apud BAREKAT et al., 2016).

Essa abordagem permite avaliar a extensão da diluição do material base na região fundida, fornecendo informações importantes sobre a integridade e as propriedades do revestimento de alta entropia obtido pelo processo de laser cladding (Arif et al., 2021; BAREKAT et al., 2016).

As medições foram realizadas em várias áreas representativas das amostras e foram obtidos valores médios de percentual de diluição. Os resultados foram registrados e analisados estatisticamente para fornecer uma compreensão mais detalhada do comportamento da diluição durante o processo de fusão via laser cladding.

É importante ressaltar que a obtenção das imagens metalográficas e a realização das medições foram realizadas com o uso de equipamentos específicos e técnicas adequadas. Todas as etapas do processo foram executadas seguindo os procedimentos padronizados para garantir a confiabilidade e a precisão dos resultados.

3.6 MICRODUREZA

O teste de microdureza foi realizado para avaliar a dureza das amostras obtidas por meio do processo de fusão a laser cladding. A dureza é uma propriedade mecânica que mede a resistência de um material à deformação plástica. A

microdureza é especialmente aplicada quando se deseja obter informações sobre a dureza localizada em pequenas áreas da superfície do material.

Para realizar o teste de microdureza, foi utilizado o microdurômetro modelo DHTMVS-1000 da marca DGD, que mede microdureza com base no princípio de indentação. Esse equipamento aplica uma carga específica em uma área reduzida da amostra, causando uma indentação. A profundidade ou a diagonal da indentação é então medida com um sistema de medição automático.

Figura 18: microdurômetro modelo DHTMVS-1000



Fonte: desenvolvido pelo autor.

Durante o teste de microdureza, uma carga de 4,9N durante 10s foi aplicada em diferentes áreas das amostras, respeitando uma distância de 0,5 mm entre cada indentação. Após a aplicação da carga, as indentações resultantes foram medidas e os resultados de dureza foram dados pelo equipamento.

Os valores de microdureza foram expressos em HV (Vickers Hardness), que é uma unidade de medida amplamente utilizada para a dureza em testes de microdureza. Quanto maior o valor de HV, maior é a resistência à deformação plástica do material.

4 RESULTADOS

4.1 DEFINIÇÃO DE PARÂMETROS

Com o intuito de encontrar os parâmetros apropriados para o ensaio definitivo utilizando o equipamento de laser cladding, foram realizados ensaios preliminares. Para isso, utilizou-se como referência inicial os parâmetros reportados em trabalhos já realizados e descritos na literatura. A partir dos resultados obtidos nos ensaios preliminares, foram selecionados os parâmetros mais adequados para serem empregados no ensaio definitivo.

Inicialmente, foram realizadas quatro variações de potência, mantendo a velocidade de varredura constante em 600 mm/min e o spotsize em 1,2 mm. A partir desses parâmetros, foram calculadas as densidades de energia correspondentes, conforme a fórmula abaixo:

$$DE = \frac{P}{(V.S)} \quad (6)$$

onde, DE = densidade de energia (J/mm²); P = potência (W); V = velocidade de varredura (mm/s); S = área do spot (mm²) (ION, 2005). Os resultados dos cálculos foram registrados em uma tabela para posterior análise.

Tabela 4 - Parâmetros utilizados no primeiro ensaio preliminar

Variações	Spot (mm)	Potência (W)	Velocidade de Varredura (mm/min)	Densidade de Energia (J/mm ²)
1	1,2	200	600	16,67
2	1,2	400	600	33,33
3	1,2	600	600	50,00
4	1,2	800	600	66,67

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

Após a realização do ensaio com os parâmetros iniciais, foi observado que a energia utilizada não foi suficiente para promover a fusão adequada do pó com o substrato, resultando em um processo que aparentou mais uma queima do pó do que uma fusão efetiva dos materiais. Essa situação é comum quando a densidade de energia utilizada é insuficiente, o que acaba por comprometer a integridade da união entre os materiais (ION, 2005).

Figura 19: Resultado do laser cladding no primeiro ensaios preliminar



Fonte: desenvolvido pelo autor.

Após obter resultados insatisfatórios nos primeiros ensaios preliminares, decidiu-se aumentar a densidade de energia a fim de alcançar uma fusão mais efetiva dos materiais. Para isso, foram realizadas mais três variações, com a redução da velocidade de varredura de 600 mm/min para 300 mm/min e o aumento da potência do laser para 1000 W, 1500 W e 2000 W, respectivamente, em cada variação. Isso resultou em densidades de energia significativamente maiores, conforme apresentado na tabela.

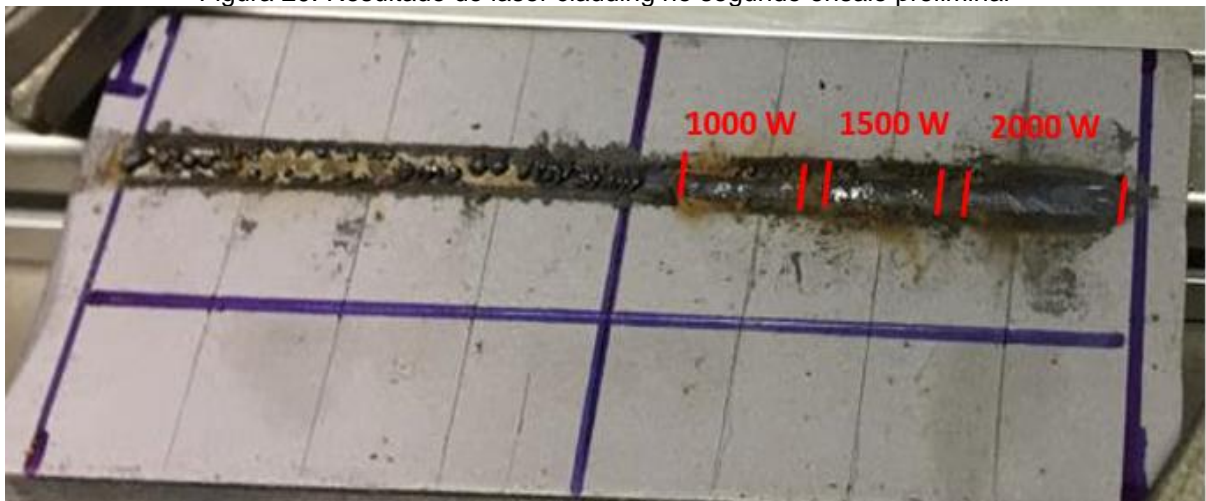
Tabela 5 - Parâmetros utilizados no segundo ensaio preliminar

Variações	Spot (mm)	Potência (W)	Velocidade de Varredura (mm/min)	Densidade de Energia (J/mm ²)
5	1,2	1000	300	166,67
6	1,2	1500	300	250,00
7	1,2	2000	300	333,33

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

Os novos parâmetros utilizados apresentaram resultados satisfatórios, permitindo uma fusão efetiva dos materiais e a formação de cordões com maior qualidade. Isso evidencia a hipótese de que a falta de densidade de energia no ensaio era correta. A Figura 20 apresenta os cordões formados com os novos parâmetros estabelecidos.

Figura 20: Resultado do laser cladding no segundo ensaio preliminar



Fonte: desenvolvido pelo autor.

4.1.1 Ensaio Definitivo

Após a definição dos parâmetros nos ensaios preliminares, procedeu-se à preparação de um novo substrato, e a deposição de pós seguindo os mesmos métodos anteriormente. Em seguida, foi realizado o ensaio de laser cladding definitivo, o qual consistiu na realização de dois cordões. No primeiro cordão, variou-se a potência mantendo a velocidade de varredura constante, enquanto no segundo, variou-se a velocidade de varredura mantendo a potência constante. Foram realizadas quatro variações em cada cordão. Os parâmetros utilizados em cada um dos cordões encontram-se detalhados nas tabelas abaixo:

Tabela 6 - Parâmetros utilizado no cordão com variação de potência

Variações	Spot (mm)	Potência (W)	Velocidade de Varredura (mm/min)	Densidade de Energia (J/mm ²)
1	1,2	1000	300	166,67
2	1,2	1500	300	250,00
3	1,2	2000	300	333,33
4	1,2	2500	300	416,67

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

Tabela 7 - Parâmetros utilizado no cordão com variação de velocidade

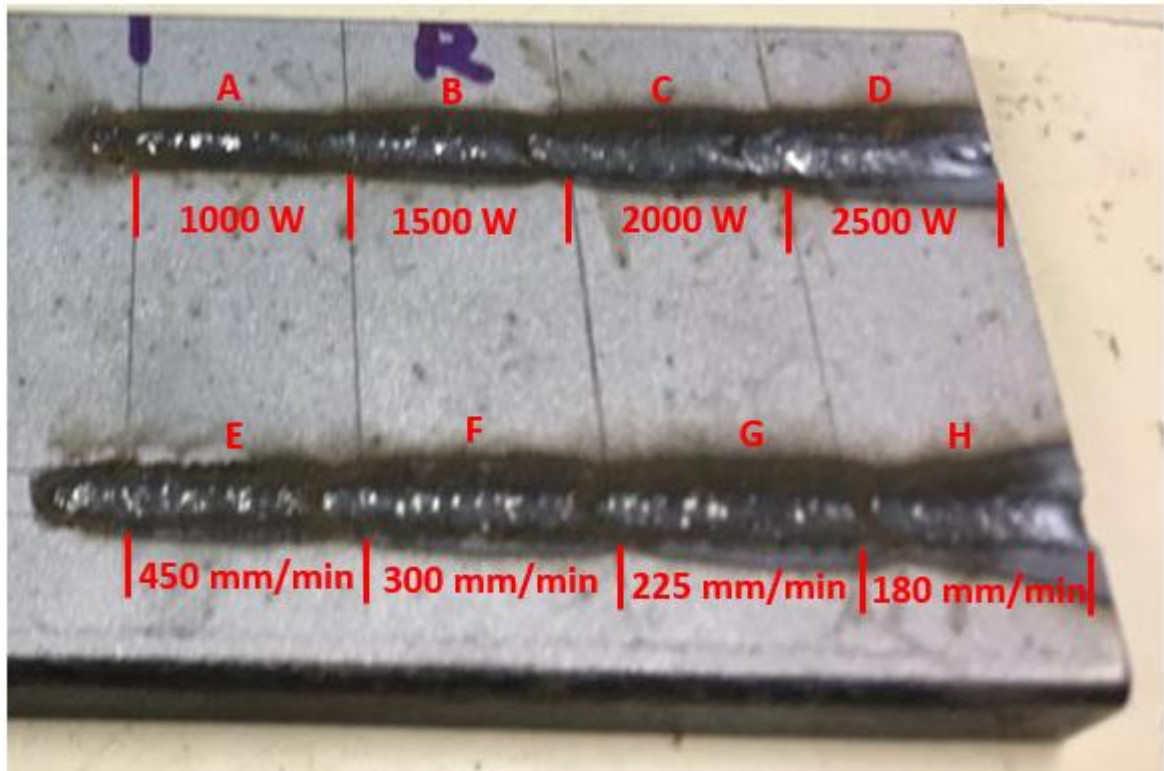
Variações	Spot (mm)	Potência (W)	Velocidade de Varredura (mm/min)	Densidade de Energia (J/mm ²)
1	1,2	1500	450	166,67
2	1,2	1500	300	250,00
3	1,2	1500	225	333,33
4	1,2	1500	180	416,67

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

Os cordões obtidos no ensaio definitivo de laser cladding (conforme ilustrado na Figura 21) apresentaram, uma boa qualidade. A avaliação visual indicou que os cordões depositados apresentaram uma espessura uniforme ao longo de todo o comprimento, sem variações significativas. Além disso, não foram identificadas trincas ou porosidades que pudessem comprometer a integridade do revestimento.

No entanto, é importante ressaltar que a avaliação visual não é suficiente para garantir a qualidade do cordão obtido. Por isso, serão realizados ensaios de caracterização para avaliar suas propriedades físicas e mecânicas.

Figura 21: Resultado do laser cladding no ensaio definitivo



Fonte: desenvolvido pelo autor.

Ao observar as amostras embutidas, é possível visualizar, de maneira clara, o substrato e a região em que ocorreu a fusão dos pós, a zona fundida. Essa área possui uma altura ligeiramente maior do que o restante da superfície. As amostras identificadas pelas letras de A a D correspondem a quatro variações do cordão em que a velocidade de varredura foi mantida constante, enquanto a potência foi variada. Já as amostras de E a H representam variações do cordão em que a potência foi mantida constante, enquanto a velocidade de varredura foi alterada. A tabela abaixo descreve os parâmetros em que cada amostra foi submetida durante o processo de laser cladding.

Tabela 8 - Parâmetros utilizado no ensaio definitivo

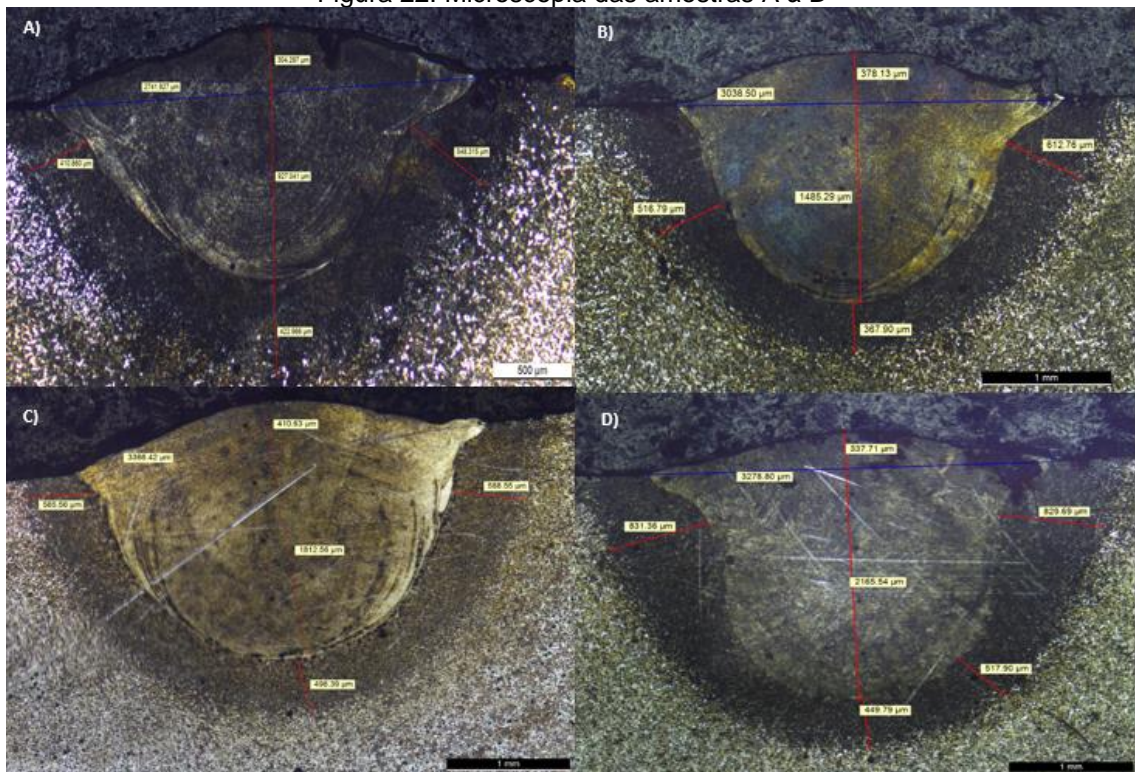
Amostras	Potência (W)	Velocidade de Varredura (mm/min)
A	1000	300
B	1500	300
C	2000	300
D	2500	300
E	1500	450
F	1500	300
G	1500	225
H	1500	180

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

4.2 TAXA DE DILUIÇÃO

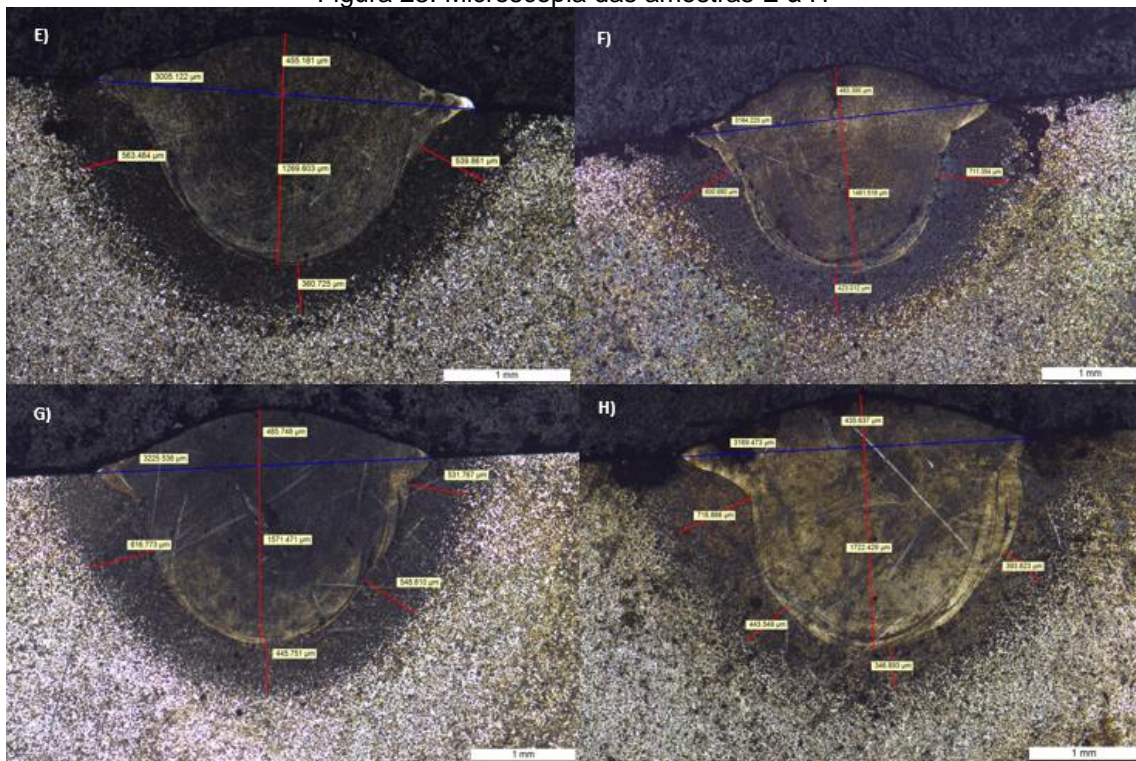
Nesta seção, serão apresentados e discutidos os resultados obtidos para o percentual de diluição nas diferentes amostras analisadas. A figuras 22 e 23 apresentam as microscopias das amostras que foram utilizadas para fazer as medidas de profundidade e altura, e a tabela 9 os valores obtidos para cada amostra analisada.

Figura 22: Microscopia das amostras A à D



Fonte: desenvolvido pelo autor.

Figura 23: Microscopia das amostras E à H



Fonte: desenvolvido pelo autor.

Tabela 9 – Profundidade, altura e percentual de diluição das amostras

Amostra	Profundidade (µm)	Altura (µm)	Percentual de Diluição
A	927,04	304,29	75%
B	1485,29	378,13	80%
C	1812,56	410,63	82%
D	2165,54	337,71	87%
E	1269,60	455,18	74%
F	1461,52	483,39	75%
G	1571,47	485,75	76%
H	1722,43	435,64	80%

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

Observa-se que as amostras A, B, C e D apresentaram um aumento progressivo no percentual de diluição à medida que a profundidade da gota aumentou. Isso indica uma maior incorporação de material do substrato no revestimento à medida que a distância da gota aumentou durante o processo de fusão a laser. Esse resultado pode ser atribuído à interação entre a potência do laser e a fusão do material durante o processo.

Ao aumentar a potência do laser durante o processo de laser cladding, ocorre um incremento significativo na energia transferida para a superfície da amostra. Isso resulta em uma fusão mais intensa do material de revestimento, o que, por sua vez, leva a um maior derretimento e mistura com o substrato. Esse aumento na diluição pode ser atribuído ao fato de que uma potência mais alta do laser proporciona uma maior absorção de energia pelo material, aumentando a taxa de fusão e a profundidade de penetração do laser. Conseqüentemente, ocorre uma maior interação entre o material de revestimento e o substrato, resultando em uma diluição mais intensa (ION, 2005).

Por outro lado, da Amostra E à Amostra H onde foi observada uma redução na velocidade de varredura durante o processo de laser cladding, os percentuais de diluição não apresentaram variações significativas entre essas amostras. Essas observações sugerem que a potência do laser tem um papel mais proeminente na determinação do percentual de diluição durante o laser cladding em comparação com a velocidade de varredura.

As amostras B e F foram submetidas ao processo de laser cladding utilizando exatamente os mesmos parâmetros de processamento. Ao analisar os resultados, observou-se que a profundidade atingida nas amostras B e F foi bastante similar. No entanto, vale ressaltar que houve uma diferença na altura da gota entre as amostras B e F. Isso sugere uma variação na forma como o material de revestimento foi depositado sobre o substrato. É possível que a diferença na altura da gota entre as amostras B e F durante o processo de laser cladding seja resultado da deposição manual do material. Visto que a deposição manual pode levar a variações na quantidade de material depositado em diferentes regiões da superfície, o que pode afetar a altura da gota.

4.3 TESTE DE MICRODUREZA:

Os resultados obtidos por meio do teste de microdureza forneceram informações importantes sobre a dureza das amostras de revestimento de alta entropia. A dureza é uma propriedade mecânica que reflete a resistência de um

material à deformação plástica e desgaste. Os valores de microdureza foram expressos em HV (Vickers Hardness) e as medições foram realizadas em diferentes distâncias da superfície do revestimento e são mostrados na tabela abaixo.

Tabela 10 - Valores de microdureza (HV) nas amostras

Distância	Amostra A	Amostra B	Amostra C	Amostra D	Amostra E	Amostra F	Amostra G	Amostra H
0	496,15	449	373,6	347,7	388,5	444,2	388,4	407,1
0,5	490,3	486,8	395,4	401,7	388,3	453,1	376,3	415
1	436,15	448,7	395,1	370,3	398,2	418,4	407,3	398,9
1,5	263,3 (ZTA)	452,5	404,3	406,9	437,9	544,7	391,6	376
2	191,2	313,1 (ZTA)	380 (ZTA)	409,2	250,8 (ZTA)	357,7 (ZTA)	323,1 (ZTA)	406,6 (ZTA)
2,5	-	186,2	249,6	371,3 (ZTA)	152,4	188,9	218,5	221,3
3	-	-	169,1	196,6	-	-	-	-

Fonte: Desenvolvido pelo autor.

Observando os resultados obtidos, podemos notar diferenças significativas entre a microdureza das amostras e a do substrato de aço 1020. O substrato de aço 1020 apresentou uma microdureza média de 190 HV, enquanto as amostras revestidas exibiram valores de microdureza variados. No geral, as amostras revestidas demonstraram uma tendência de apresentar valores de microdureza mais elevados em comparação com o substrato de aço 1020. Isso pode ser atribuído ao processo de laser cladding, que resulta em uma microestrutura mais densa e refinada devido ao rápido resfriamento e solidificação durante a fusão a laser. Além disso, a incorporação dos elementos da mistura de pós-metálicos nas amostras pode ter contribuído para o aumento da dureza.

Na amostra A, que foi fundida com uma potência de 1000W, observamos valores relativamente altos de microdureza em todas as distâncias analisadas. Observamos que a microdureza diminuiu gradualmente à medida que nos afastamos da interface revestimento/substrato. A uma distância de 0mm, a amostra apresentou uma microdureza de 496,2 HV, indicando uma alta resistência. No entanto, à medida que nos aproximamos do substrato, a microdureza diminuiu para 191,2 HV a 2mm de

distância. Além disso, na região da Zona Termicamente Afetada (ZTA), a microdureza foi ainda mais reduzida, atingindo 263,3 HV a 1,5mm de distância.

A amostra B, fundida a 1500W, exibiu uma tendência semelhante, com valores de microdureza mais elevados na região do revestimento (0mm) e valores mais baixos no substrato (2,5mm). A microdureza máxima foi registrada a uma distância de 0,5mm, com 486,8 HV. Já na ZTA, a microdureza foi de 313,1 HV a 2mm de distância.

Nas amostras C e D, fundidas com potências de 2000W e 2500W, respectivamente, notamos que a microdureza varia de acordo com a distância em relação ao revestimento. Essa variação pode ser explicada pelas diferentes taxas de resfriamento e solidificação nas regiões próximas ao revestimento, na Zona Termicamente Afetada (ZTA) e no substrato. Essas mudanças podem resultar em diferentes microestruturas e, conseqüentemente, em variações na microdureza.

Na amostra C, a microdureza variou de 169,1 HV no substrato (3mm) a 404,3 HV a 1,5mm de distância. Observou-se uma diminuição na microdureza à medida que nos afastamos da região do revestimento. A amostra D apresentou valores de microdureza semelhantes aos das amostras anteriores, com a máxima dureza de 406,9 HV a 1,5mm de distância. Novamente, a microdureza diminuiu no substrato, atingindo 196,6 HV a 3mm de distância.

Na amostra E, que foi fundida com uma velocidade de varredura de 450 mm/min, observamos valores relativamente altos de microdureza em todas as distâncias analisadas. A microdureza variou de 152,4 HV no substrato (2,5mm) a 437,9 HV a 1,5mm de distância. Assim como nas outras amostras, a dureza foi reduzida na região da ZTA, registrando-se 250,8 HV a 2mm de distância.

A amostra F, fundida a 300 mm/min, exibiu uma maior heterogeneidade na microdureza, com valores variando de 418,4 HV a 544,7 HV em diferentes distâncias. A maior dureza foi registrada a 1,5mm de distância, enquanto a menor foi observada no substrato (2,5mm).

Nas amostras G e H, fundidas com velocidades de varredura de 225 mm/min e 180 mm/min, respectivamente, podemos observar uma tendência de diminuição na microdureza em relação às amostras anteriores. Isso pode ser explicado pelo aumento do tempo de resfriamento e, possivelmente, pela formação de uma microestrutura mais grosseira ou com maior presença de fases menos duras.

Na amostra G, observamos uma tendência geral de queda na microdureza à medida que nos afastamos do revestimento. A microdureza variou de 218,5 HV no substrato (2,5mm) a 407,3 HV a 1mm de distância. Na amostra H, a microdureza variou de 376,0 HV a 415,0 HV em diferentes distâncias. A maior dureza foi registrada a 0,5mm de distância da superfície.

Comparando os resultados das amostras, pode-se observar que as amostras A, B, e F apresentaram as maiores microdurezas em diferentes distâncias da superfície. Isso sugere uma maior resistência dessas amostras à deformação plástica e desgaste em comparação com as outras amostras.

5 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos neste estudo, foi possível realizar uma análise abrangente das propriedades da liga multicomponentes obtida pelo processo de laser cladding. Através da avaliação da profundidade de penetração, percentual de diluição e microdureza das amostras, foram obtidas informações valiosas sobre a influência dos parâmetros de processamento no desempenho das ligas

A elevação da potência do laser no primeiro grupo de amostras resultou aumento progressivo do percentual de diluição nas amostras. Esse aumento pode ser atribuído ao aumento da energia transferida para a superfície da amostra, resultando em uma fusão mais intensa, facilitando a difusão e miscibilidade entre os componentes da liga e o substrato.

Para o segundo grupo, onde houve variação do parâmetro de velocidade, observou-se que ocorre aumento no percentual de diluição à medida que a velocidade

de varredura durante o processo de laser cladding diminuía. Menores velocidades, promovem maiores penetrações e teores de diluição. Porém, esse aumento não foi tão expressivo quando comparado com o aumento provocado pelo aumento da potência, indicando que a velocidade de varredura pode ter um efeito relativamente menor no processo de diluição quando comparada à influência da potência do laser.

Quanto aos resultados de microdureza, verificou-se uma correlação direta entre o percentual de diluição e a microdureza das amostras. De forma geral, nas amostras com maior percentual de diluição, houve uma redução na microdureza, indicando uma menor resistência do material. Por outro lado, nas amostras com menor percentual de diluição, observou-se valores de microdureza maiores, refletindo uma maior resistência do material. Essa relação ocorre devido à diluição do material de revestimento com o substrato durante o processo de fusão. A diluição pode resultar na incorporação de elementos do substrato no revestimento, o que pode alterar sua composição química e microestrutura. Além disso, o aumento do percentual de diluição também pode levar a mudanças na estrutura do revestimento, como a formação de ligas menos duras ou a presença de fases indesejáveis. A diluição excessiva pode comprometer a formação de fases endurecedoras, resultando em uma redução na dureza do revestimento.

Com base nos resultados obtidos, foi identificado que o melhor conjunto de parâmetros de processamento foi utilizado para as amostras B/F. Nesses casos, a potência do laser foi fixada em 1500 W, enquanto a velocidade de varredura foi estabelecida em 300 mm/min, resultando em uma densidade de energia de 250 J/mm². Esses parâmetros apresentaram uma das maiores microdurezas, ao mesmo tempo em que exibiram um aumento significativo na profundidade de penetração.

A definição desse parâmetro é importante porque indica a combinação adequada de potência do laser e velocidade de varredura para alcançar resultados otimizados no processo de laser cladding. A escolha desses parâmetros influencia diretamente tanto a qualidade da liga fundida, expressa pela microdureza, quanto a eficiência do processo, refletida na profundidade de penetração e teor de diluição. Portanto, a seleção cuidadosa dos parâmetros de processamento é fundamental para atingir um equilíbrio entre resistência e aderência do revestimento.

Ainda são necessárias mais análises para caracterizar e desenvolver essa liga multicomponentes, assim como identificar se o sistema forma uma liga de alta entropia. Para dar continuidade a esse trabalho alguns ensaios ainda podem ser executados para uma compreensão ainda mais aprofundada dentre eles podemos listar:

- A aplicação de DRX (difração de raios X) para confirmar a presença de fases específicas, identificar possíveis fases secundárias formadas durante o processo e obter informações detalhadas sobre a estrutura cristalina do revestimento.
- A utilização do MEV (microscopia eletrônica de varredura) que permitiria uma análise mais minuciosa da microestrutura das amostras, possibilitando a visualização da morfologia e distribuição dos grãos, bem como a detecção de defeitos potenciais, como trincas, porosidades e inclusões, assim como a composição da liga formada.

Essas técnicas complementares forneceria uma compreensão mais abrangente das características estruturais e morfológicas das amostras, contribuindo para a otimização dos processos de laser cladding e o desenvolvimento de ligas, técnicas e processos com propriedades aprimoradas.

6 REFERÊNCIAS

ANDRÉ, Felipe Martina. **Síntese e Caracterização da Liga de Alta Entropia CrMnFeCoNi Obtida Através de Moagem Mecânica de Alta Energia**. 2022.

Arif, Z. U., Khalid, M. Y., ur Rehman, E., Ullah, S., Atif, M., & Tariq, A.. **A review on laser cladding of high-entropy alloys, their recent trends and potential applications**. Journal of Manufacturing Processes, 68, 225-273. 2021

BAREKAT, M.; RAZAVI, R. S.; GHASEMI, A. **Nd: YAG laser cladding of Co–Cr–Mo alloy on γ -TiAl substrate**. Opt Laser Technol, v. 80, pp. 145-152, 2016.

CANTOR, B.; CHANG, I. T. H.; KNIGHT, P.; et al. **Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys**. Materials Science and Engineering A, v. 375–377, n. 1–2, pp. 213–218, 2004.

CANTOR, B. **Stable and metastable multicomponent alloys**. Annales de chimie Science des Matériaux, v. 32, n. 3, pp. 245–256, 2007.

CHEN, H. L., MAO, H., CHEN, Q. **Database development and Calphad calculations for high entropy alloys: Challenges, strategies, and tips**. Materials Chemistry and Physics, v. 210, pp. 279–290, 2018.

CHEN, Y. et al. **Enhanced strength and ductility in a high-entropy alloy via ordered oxygen complexes**. Nature, v. 563, n. 7731, pp. 546-550, 2019.

GAO, M. C., YEH, J., LIAW, P. K., et al. **High-Entropy Alloys**. Springer, 2011.

Gao, M. C., Zhang, B., Guo, S. M., Qiao, J. W., & Hawk, J. A.. **High-entropy alloys in hexagonal close-packed structure**. Metallurgical and Materials Transactions A, 47, 3322-3332, 2016.

George, E. P., Curtin, W. A., & Tasan, C. C. **High entropy alloys: A focused review of mechanical properties and deformation mechanisms**. *Acta Materialia*, 188, 435-474, 2020.

GLUDOVATZ, B. et al. **A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications**. *Science*, v. 345, n. 6201, pp. 1153-1158, 2014.

LAPLANCHE, G. et al. **CrMnFeCoNi, a new complex concentrated alloy with high resistivity and oxidation resistance**. *Scripta Materialia*, v. 55, n. 7, pp. 549-552, 2016.

SANTOS, T. R. et al. **On the mechanical behavior of refractory high-entropy alloys**. *Journal of Materials Research and Technology*, v. 11, n. 5, pp. 1086-1104, 2021.

SILVA, Isabela Carlini. **Estado da arte em ligas multicomponente biocompatíveis contendo Ti, Nb e Zr**. 2021.

STEEN, W. M., MAZUNDER, J. **Laser Material Processing**. Vol. 4. Arrington: Springer, 2010.

NOWOTNY, Steffen et al. **Laser beam build-up welding: precision in repair, surface cladding, and direct 3D metal deposition**. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2007.

YEH, J. W., CHEN, S. K., LIN, S. J. et al. **Nanostructured High-Entropy Alloys with Multiple Principal Elements: Novel Alloy Design Concepts and Outcomes**. *Advanced Engineering Materials*, v. 6, n. 5, pp. 299-303, 2004.

INOUE, A.; KIMURA, H., AMIYA, K. **Bulk amorphous, nanocrystalline and nanoquasicrystalline alloys. IV. Developments of Aluminium and Magnesium-Based Nanophase High-Strength Alloys by Use of Melt Quenching-Induced Metastable Phase**. *Materials Transactions*. v. 43, n.8, pp. 150– 169, 2006.

LI, Z.; PRADEEP, K. G.; DENG, Y.; RAABE, D.; TASAN, C. C. **Metastable high-entropy dual-phase alloys overcome the strength–ductility trade-off**. *Nature*, v. 534, n. 7606, pp. 227-230, 2016.

MIRACLE, D. B.; SENKOV, O. N. **A critical review of high entropy alloys and related concepts**. *Acta Materialia*, v. 122, pp. 448-511, 2017.

OTTO, F. et al. **The influences of temperature and microstructure on the tensile properties of a CoCrFeMnNi high-entropy alloy**. *Acta Materialia*, v. 61, n. 15, pp. 5743-5755, 2013.

YEH, J. W. **Recent progress in high-entropy alloys**. *Annales de Chimie: Science des Matériaux*, v. 31, n. 6, pp. 633-648, 2006.

YEH, J. W. **Alloy design strategies and future trends in high-entropy alloys**. *JOM*, v. 65, n. 12, pp. 1759–1771, 2013.

ZHANG, Weiran et al. **Science and technology in high-entropy alloys**. *Sci. China Mater*, v. 61, n. 1, p. 2-22, 2018.

MIRACLE, D. B. **High-Entropy Alloys: A Critical Review**. *Materials Research Letters*, v. 5, n. 10, pp. 1-12, 2017.

Laschkow, A. **Laser Cladding of Inconel® 625 by Powder Feeding for Pipeline Construction– Process Parametrization**. (Mestrado Thesis). 2017

SHAHMIR, Hamed et al. **Effect of annealing on mechanical properties of a nanocrystalline CoCrFeNiMn high-entropy alloy processed by high-pressure torsion**. *Materials Science and Engineering: A*, v. 676, p. 294-303, 2016.

OVER, C. **Rapid Prototyping and Rapid Tooling**. In: *TAILORED LIGHT 2*. Springer, Berlin. 2011.

SUN, Jiayu et al. **Effect of shielding gas flow rate on cladding quality of direct laser fabrication AISI 316L stainless steel**. Journal of Manufacturing Processes, v. 48, p. 51-65, 2019.

TOYSERKANI, E., KHAJEPOUR, A., CORBIN, S. **Laser cladding**. CRC Press, 2004.

TORIMS, T. **The application of laser cladding to mechanical component repair, renovation and regeneration**. Daaam international scientific book, v. 12, p. 587-608, 2013.

POPRAWA, Reinhart. **Tailored light**. Berlin: Springer, 2011.

REIS, M., et al. **Revestimentos de cobre em aço inoxidável 304l por laser cladding**. Revista de metalurgia. 1998.

SOUTO, Helena Isabel Moreira. **Laser Cladding: sua aplicação à deposição de revestimentos em lâminas de destroçadores de madeira**. 2013.

ZHENG, M. et al. **Interfacial microstructure and strengthening mechanism of dissimilar laser al/steel joint via a porous high entropy alloy coating**. Journal of Materials Research and Technology, v. 23, p. 3997-4011, 2023.

ION, John. **Laser processing of engineering materials: principles, procedure and industrial application**. Elsevier, 2005.

GAO, Michael C. et al. **High-entropy alloys in hexagonal close-packed structure**. Metallurgical and Materials Transactions A. v. 47, p. 3322-3332, 2016.

GOPINATH, M., THOTA, P., NATH, A. K. **Role of molten pool thermo cycle in laser surface alloying of AISI 1020 steel with in-situ synthesized TiN**. Surface and Coatings Technology, v. 362, pp. 150-166, 2019.