



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Iara Terra Holtz

**CARACTERIZAÇÃO DE DIFERENTES ACABAMENTOS DE SUPERFÍCIE DE
CHAPAS DE AÇO INOXIDÁVEL 316L E SUA INFLUÊNCIA NA UNIÃO POR
DIFUSÃO**

Florianópolis

2023

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Iara Terra Holtz

**CARACTERIZAÇÃO DE DIFERENTES ACABAMENTOS DE SUPERFÍCIE DE
CHAPAS DE AÇO INOXIDÁVEL 316L E SUA INFLUÊNCIA NA UNIÃO POR
DIFUSÃO**

Projeto de Dissertação submetido ao Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina, como requisito para a obtenção do Grau de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Marcia Barbosa Henriques Mantelli.

Coorientador: Prof. Dr. Fábio Antônio Xavier

Florianópolis

2023

Holtz, Iara Terra

CARACTERIZAÇÃO DE DIFERENTES ACABAMENTOS DE SUPERFÍCIE DE CHAPAS DE AÇO INOXIDÁVEL 316L E SUA INFLUÊNCIA NA UNIÃO POR DIFUSÃO / Iara Terra Holtz ; orientadora, Marcia Barbosa Henriques Mantelli, coorientador, Fábio Antônio Xavier, 2023.
119 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2023.

Inclui referências.

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Aços Inoxidáveis. 3. União por Difusão. 4. Caracterização de Superfície. I. Mantelli, Marcia Barbosa Henriques. II. Xavier, Fábio Antônio. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. IV. Título.

Iara Terra Holtz

**CARACTERIZAÇÃO DE DIFERENTES ACABAMENTOS DE SUPERFÍCIE DE
CHAPAS DE AÇO INOXIDÁVEL 316L E SUA INFLUÊNCIA NA UNIÃO POR
DIFUSÃO**

Este trabalho de Dissertação foi julgado adequado como requisito parcial para obtenção do Título de “Mestre”, e aprovado em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PGMAT) em 18 de agosto de 2023 pelos membros:

Prof., Dr. Antonio Eduardo Martinelli

Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN

Prof., Dr. Celso Fernandes Peres

Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC

Prof.^a, Dr.^a Marcia Barbosa Henriques Mantelli

Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC

Certificamos que esta é a versão original e final do trabalho

Prof. Dr. João Batista Rodrigues Neto

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Prof. Prof.^a Dr.^a Marcia Barbosa Henriques Mantelli

Orientadora

AGRADECIMENTOS

Meus sinceros agradecimentos à Universidade Federal de Santa Catarina - Departamento de Engenharia Mecânica e aos professores do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, por todo o aprendizado, pelas oportunidades oferecidas e por proporcionarem uma formação diferenciada aos alunos e o desenvolvimento da ciência nacional. À CAPES e a PETROBRAS, expresso minha gratidão por acreditar em meu potencial acadêmico e me conceder esta oportunidade de aprimorar meus conhecimentos e habilidades. O apoio financeiro oferecido foi essencial para que eu pudesse me dedicar integralmente à pesquisa e desenvolvimento deste trabalho, permitindo que me concentrasse nos estudos de forma dedicada e focada.

Primeiramente, gostaria de agradecer à minha professora orientadora e coordenadora do laboratório, Prof.^a Marcia Barbosa Henriques Mantelli, pela sua orientação assertiva ao longo de todo o processo. Sua orientação foi essencial para a definição dos objetivos da pesquisa, a delimitação do escopo do estudo e a identificação das melhores abordagens metodológicas.

Também é imprescindível expressar minha gratidão ao meu professor coorientador, prof. Fabio Antonio Xavier. Sua contribuição crítica e construtiva permitiu que este trabalho obtivesse os melhores resultados dentro das possibilidades disponíveis no momento difícil que passamos nos últimos anos.

Gostaria ainda de estender meus agradecimentos ao LabMat que generosamente disponibilizou suas instalações e equipamentos para a realização das análises presentes nesta dissertação, em especial pelo uso do Microscópio Óptico. A infraestrutura e recursos fornecidos foram cruciais para a obtenção de dados confiáveis e fundamentados, permitindo que os resultados fossem embasados em experimentos sólidos e rigorosos.

Além disso, agradeço também a todos os professores que acompanharam o desenvolvimento deste trabalho de outras formas, seja por meio de discussões enriquecedoras, compartilhamento de conhecimentos ou sugestões valiosas. Em especial à Prof.^a Patrícia Ortega, pelo acompanhamento das atividades de aquisição de imagens e pelas contribuições a respeito desse tema.

A todos os colegas do LABTUCAL pela convivência harmoniosa e anos de companheirismo, em especial aos amigos, Gabriel Serafin e Gian Gatti, Lucas Caldas, pela cooperação na realização das atividades e momentos de descontração, mas em especial às minhas amigas Bianca Müller, Dijane Ferreira e Maria Cristina Amaral pelos conselhos e incentivo nessas etapas finais. E também aos meus amigos do coração pelo apoio no dia a dia, pela companhia e todas as histórias que compartilhamos nos últimos anos: Francisco Vicente e José Alves. Vocês tornaram essa jornada muito mais fácil.

À minha família por todo incentivo e carinho, especialmente à minha mãe, Caela por sempre me encorajar a seguir meus sonhos e à minha avó Elisa, pelo amor imensurável e por acreditar sempre na minha capacidade de atingir meus objetivos

Finalmente, ao meu namorado e companheiro Pedro Jaeger por todo o incentivo, compreensão, apoio e companhia para que eu pudesse finalizar esse trabalho mesmo nos momentos que pensei que não conseguiria. Sua confiança em mim fez toda a diferença.

RESUMO

O processo de união de materiais denominado união por difusão é baseado na difusão atômica no estado sólido, que por meio do contato atômico entre duas superfícies e a aplicação de pressão a altas temperaturas, torna possível a junção de dois materiais. Quando esta técnica é otimizada, forma juntas microestruturalmente indistinguíveis e com as mesmas propriedades mecânicas do material de base. Além disso, utilizando a soldagem por difusão é possível fabricar dispositivos por manufatura aditiva por meio do empilhamento de chapas, o que permite obter geometrias complexas com canais internos. Por isso, esta técnica de fabricação é utilizada na manufatura de dispositivos compactos e que necessitem apresentar elevada integridade microestrutural, como os trocadores de calor compactos desenvolvidos pelo LABTUCAL utilizados em plataformas *offshore* que exigem altas solicitações térmicas e mecânicas. Por essa razão, torna-se importante compreender todos os aspectos relacionados com a fabricação destes trocadores que podem interferir na qualidade final da união e, portanto, no desempenho mecânico final destes dispositivos. Assim, para estudar parâmetros que afetam a qualidade final de união, foram produzidos blocos multicamadas formados de chapas de aço inoxidável 316L em três configurações distintas, variando-se a espessura e o acabamento de superfície das chapas. Todos os blocos passaram pelo processo de fabricação já padronizado, de modo a evidenciar apenas as diferentes configurações de espessura e acabamento de superfície na variação experimental. Para compreender as variações de acabamento de superfície, as chapas utilizadas na montagem dos blocos foram caracterizadas por interferometria de luz branca, obtendo-se resultados quantitativos dos parâmetros topográficos e as projeções axonométricas para avaliação qualitativa. Após a fabricação destes blocos, amostras foram retiradas perpendicularmente às linhas de união para caracterizações mecânicas e microestruturais. Os corpos de prova, devidamente preparados, foram submetidos a ensaios de tração uniaxial para avaliar as diferenças de ductilidade e resistência entre os blocos, bem como as respectivas superfícies de fratura. As amostras de caracterização microestrutural passaram por procedimentos padronizados de preparação metalográfica para a aquisição de imagens com microscópio óptico, sendo submetidas posteriormente a tratamentos de imagem para descrição e quantificação das descontinuidades presentes nas interfaces de união. A partir das caracterizações mecânicas e microestruturais, correlacionou-se as diferentes espessuras, combinadas com diferentes acabamentos de superfície, com os resultados resistência mecânica e ductilidade obtidos nos ensaios de tração e a quantificação dos vazios presentes na interface. A caracterização das chapas mostrou um acabamento mais grosseiro para a chapa apenas laminada de 3 mm, e acabamentos mais refinados para das chapas de 1 mm, laminadas e

polidas. Dessa maneira, foi possível observar que as chapas de 3 mm com acabamento de superfície mais grosseiro, apresentaram propriedades mecânicas menos reprodutíveis, com menor ductilidade, com uma média de alongamento de 30%, além da superfície de fratura com diversos pontos sem evidência de união com alvéolos heterogêneos e de maior tamanho. Por outro lado, os blocos fabricados com chapas com espessura de 1 mm e com acabamento de superfície laminado e polido apresentaram resultados de propriedades mecânicas mais elevados, apresentando alongamento médio 95% superior ao do bloco anterior, de 58,6%, e com melhor reprodutibilidade. Além disso, o bloco de 1 mm com acabamento polido, apresentou as superfícies de fratura com características semelhantes às fraturas dúcteis, com planos de cisalhamento, e alvéolos bastante homogêneos e bem distribuídos e um alongamento médio de 67,4%. Dessa forma, os blocos fabricados com as chapas de 1 mm, que demonstraram características de superfície mais refinadas, tiveram resultados superiores tanto nas propriedades mecânicas e superfícies de fratura, quanto na quantificação dos vazios da linha de união, especialmente o bloco de chapas de 1 mm polidas.

Palavras-chave: Soldagem por difusão. Propriedades Mecânicas. Análise de Imagens. Superfície de Fratura.

ABSTRACT

The process of materials joining called diffusion bonding is based on atomic diffusion in the solid state, which, through the atomic contact between two surfaces and the application of temperature and pressure, it is possible the bonding of two materials. When this technique is optimized, it forms microstructurally indistinguishable joints with the same mechanical properties as the base material. In addition, using diffusion welding, it is possible to manufacture devices by additive manufacturing by stacking sheets, which allows obtaining complex geometries with internal channels. Therefore, this fabrication technique is used in the manufacture of compact devices that need to present high microstructural integrity, such as the compact heat exchangers developed by LABTUCAL, that are used in offshore platforms, subjected to high thermal and mechanical requests. For this reason, it is important to understand all aspects related to the manufacture of these heat exchangers that can interfere on the joint final quality and the final mechanical performance of these devices. Thus, in order to study parameters that affect the final quality of the joint, multilayer block test samples made of 316L stainless steel plates are produced in three different configurations, varying the sheets thickness and finishing surface. All sample blocks were manufactured by the already standardized fabrication process, in order to evidence only the different configurations of thickness and surface finish in the designed experiment. To understand surface finish differences, the plates used in the stacking sample blocks were characterized by white light interferometry, obtaining quantitative results of topographic parameters and axonometric projections for qualitative evaluation. After fabrication, test samples were removed in the perpendicular to the joining lines direction, for mechanical and microstructural characterizations. The specimens for mechanical characterization were machining to carry out uniaxial tensile tests, to evaluate the differences in ductility and resistance between the block samples, also evaluating the fracture surfaces after the tests, relating them to the initial characteristics of the finishing of the sheets. The microstructural characterization samples underwent standardized metallographic preparation procedures for the images acquisition, using an optical microscope. The resulting images were subjected to treatments, to allow for the description and quantification of the discontinuities observed at the bonding interfaces. From the mechanical and microstructural characterizations, the different thicknesses, combined with different surface finishes, were correlated with the mechanical strength and ductility results, obtained in the tensile tests and the quantification of voids present at the bond

interface. A rough finish for the rolled 3 mm plate and a more refined finishing s for the 1 mm rolled and polished plates were observed. Thus, the union resulted from 3 mm sheets, with coarse surface finish, presented mechanical properties less reproducible, with lower ductility, with an average elongation of 30%, beyond a fracture surface showing several points without evidence of diffusion bonding, with heterogeneous and larger dimples. Meanwhile, the sample blocks manufactured with sheets of 1 mm with laminated and polished surfaces finishes, presented better mechanical properties, with a elongation 95% higher of the previous block, of 58,6%, and better reproducibility. In addition, block samples with the 1 mm polished finish plates, presented fracture surfaces with characteristics similar to ductile fractures, with shear planes and an average elongation of 67,4%. The dimples were also homogeneous and well distributed. The same result was observed in the image analysis of the three sample blocks: the one with a coarser surface finish showed a higher number and more elongated voids, with larger dimensions. Sample blocks of refined finish plates showed interface voids with rounder shape, smaller dimensions and in less number, in general. Therefore, the influence of the initial characteristics of the topography of the stainless steel sheets is quite evident for the diffusion bonding quality, as the presence of punctual defects and coarser characteristics on the surface led to worse mechanical properties and worse characteristics of the voids, in the join interface. Thus, sample blocks manufactured with 1 mm plates, showed more refined surface characteristics, with superior results both in terms of mechanical properties and fracture surfaces. The number of voids in the joint line is also smaller, especially the sample block made of 1 mm polished plate.

Key words: Diffusion welding. Mechanical Properties. Image Analysis. Fracture Surfaces.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Sequência metalúrgica na união por difusão.	21
Figura 2: Mecanismo da soldagem por difusão.	22
Figura 3: Esquema simplificado da cadeia de processamento de imagens.	26
Figura 4: Fator de Forma Circular: todas as formas possuem a mesma área, mas à medida que o perímetro aumenta, o FFC é alterado.	30
Figura 5: Aparência da fratura dúctil por alvéolos - (a) Transgranular e (b) Intergranular.	32
Figura 6: Exemplos de ligação interfacial entre superfícies de partículas adjacentes com (a) contaminação elevada de óxidos e (b) pureza satisfatória.	33
Figura 7: Esquema apresentando a metodologia geral empregada no trabalho, em sequência.	34
Figura 8: Representação esquemática das chapas de 210 mm x 210 mm empilhadas, para a fabricação do bloco unido por difusão.	36
Figura 9: Fluxograma com as fases da etapa de fabricação dos blocos unidos por difusão.	37
Figura 10: Corte, por jato d'água, das chapas, resultando em chapas menores de 210 mm por 210 mm.	39
Figura 11: Etapas de preparação das chapas para o ciclo de união após o corte. Remoção de rebarbas relativas ao corte via jato d'água (a), retirada da película protetora de PVC (b) e banho ultrassônico de limpeza em água e detergente desengraxante (c).	39
Figura 12: Etapas de preparação das chapas para o ciclo de união. Lavagem das chapas com água e detergente (a), limpeza ultrassônica em álcool etílico (b) e secagem com ar quente (c).	40
Figura 13: Detalhe do empilhamento de chapas na confecção dos blocos unidos por difusão com chapas de diferentes espessuras. Bloco de 37 chapas de 3 mm com acabamento 2B (a), Bloco B de 111 chapas de 1 mm com acabamento 2B, exemplificando os dois tipos de empilhamento.	41
Figura 14: Montagem do ciclo de união. Chapas empilhadas e posicionadas na matriz de grafite para o ciclo de união (a), matriz posicionada no interior do forno (b) e forno de ciclagem termomecânica já fechado preparado para o ciclo (c).	42
Figura 15: Gráfico que descreve a evolução da temperatura (°C) no decorrer do ciclo de união em minutos.	43
Figura 16: Representação esquemática da posição de corte dos 4 quadrantes do bloco unido por difusão.	44
Figura 17: Esquema com a posição de retirada das novas amostras para os ensaios mecânicos (cilíndrico) e para a análise de imagens (prismático) em laranja e as posições já retiradas anteriormente, em cinza.	45
Figura 18: Corpos de prova retirados dos blocos unidos por difusão. Corpo de prova para ensaio mecânico de tração (a) e corpo de prova para caracterização microestrutural (b).	46
Figura 19: Esquema com as etapas principais no processo de caracterização de vazios por análise de imagens.	47
Figura 20: Fluxograma com as etapas envolvidas na preparação metalográfica das amostras para análise de imagens.	49
Figura 21: Representação esquemática das amostras antes de passar pela preparação metalográfica.	49
Figura 22: Equipamento usado no ataque eletrolítico. Cuba e haste utilizadas para posicionamento das amostras e contato elétrico (a), fonte de corrente elétrica (b) e amostra dentro da solução ácida durante o processo de ataque (c).	50

Figura 23: Micrografias da mesma amostra (Bloco A) em 200x, (a) após o ataque eletrolítico e (b) após o segundo polimento mecânico.	51
Figura 24: Amostras prontas para a aquisição de imagens após a preparação metalográfica, referentes a cada bloco.....	52
Figura 25: Esquema da sequência de aquisição de imagens sugerido pela norma ASTM E45.....	55
Figura 26: Sequência de aquisição de imagens no campo analisado de uma metade de amostra. Distribuição das linhas analisadas em cada amostra no bloco de chapas de 3 mm (a) e nos blocos de chapas de 1 mm (b).	56
Figura 27: Fluxograma das etapas de tratamento de imagens.	57
Figura 28: Exemplo de uma interface de união de cada bloco para exemplificar a diferença de contraste entre os defeitos de cada uma. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).	57
Figura 29: Sequência de filtros aplicados para o ajuste de contraste e nitidez das imagens.....	58
Figura 30: Exemplo de duas imagens passando por todas as etapas de tratamento de imagens. Imagens já seccionadas em 8-bit (a), após as mudanças de contraste e aplicação de filtros (b), imagens depois da segmentação automática (c), após a limpeza e conferência da imagem (d) e resultado de análise de partículas (e).	59
Figura 31: Distribuição do diâmetro de Feret relativo ao bloco A. Sem a aplicação do filtro de dados (a) e com a aplicação do filtro de 3,88 μm (b).	63
Figura 32: Distribuição do diâmetro de Feret relativo ao bloco A. Sem a aplicação do filtro de dados (a) e com a aplicação do filtro de 2,2 μm (b).	65
Figura 33: Especificações dimensionais dos corpos de prova para ensaio mecânico de tração. ...	68
Figura 34: Projeções axonométricas de cada lado das chapas de matéria-prima utilizadas na fabricação dos blocos unidos por difusão. Chapa de 3 mm 2B, lado 1 (a), Chapa de 3 mm 2B, lado 2 (b), Chapa de 1 mm 2B, lado 1 (c), Chapa de 1 mm 2B, lado 2, Chapa de 1 mm PM, lado 1 e Chapa de 1 mm PM, lado 2.....	70
Figura 35: Gráficos de caixa apresentando a dispersão de resultados dos lados 1 e 2 para os Blocos A, B e C, dos parâmetros de superfície Sa (a) e Sq (b).....	74
Figura 36: Gráficos de caixa apresentando a dispersão de resultados para os Blocos A, B e C, dos parâmetros de superfície Sz (a), Sv (b) e Sp (c).	76
Figura 37: Distribuição de vazios em relação ao diâmetro de Feret apresentando a frequência de vazios em porcentagem e a distribuição acumulada para os três blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).	81
Figura 38: Distribuição de vazios em relação ao diâmetro de Feret a partir de 10 μm , apresentando a frequência de vazios em porcentagem, a distribuição acumulada e a frequência absoluta para os três blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).	84
Figura 39: Distribuição de vazios em relação à Área, apresentando a frequência de vazios em porcentagem e a distribuição acumulada para os três blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).	86
Figura 40: Distribuição de frequência do parâmetro Fator de Forma Circular (FFC) para os vazios das três condições analisadas. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).	88
Figura 41: Frequência do parâmetro de forma Circularidade para cada um dos blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).	89
Figura 42: Reação entre o diâmetro de Feret e o FFC dos vazios para cada um dos blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).	90
Figura 43: Reação entre o diâmetro de Feret e a Circularidade dos vazios para cada um dos blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).	91

Figura 44: Reação entre a Área e o FFC dos vazios para cada um dos blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).....	93
Figura 45: Reação entre a Área e a Circularidade dos vazios para cada um dos blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).....	94
Figura 46: Corpos de Prova típicos para cada bloco unido por difusão após o ensaio de tração uniaxial. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).	95
Figura 47: Gráficos de caixa da Tensão Máxima dos Blocos A, B e C com a tensão máxima mínima de 485 MPa estabelecida na norma ASTM A240 indicada.	96
Figura 48: Gráficos de caixa da Tensão de Escoamento dos Blocos A, B e C com a tensão de escoamento mínima de 170 MPa estabelecida na norma ASTM A240 indicada.	97
Figura 49: Gráficos de caixa da Tensão de Ruptura dos Blocos A, B e C.	98
Figura 50: Gráficos de caixa do Alongamento dos Blocos A, B e C.....	99
Figura 51: Gráficos de caixa da Tensão Máxima dos Blocos A, B e C.....	100
Figura 52: Imagens em 35x das amostras do Q2, focalizando toda a superfície de fratura.....	102
Figura 53: Imagens em 35x das amostras do Q4, focalizando toda a superfície de fratura:.....	103
Figura 54: Imagens de MEV do centro das amostras do segundo quadrante (Q2) do lado 1 dos corpos de prova, nos aumentos de 300x, 1000x e 2000x, dos blocos A, B e C.....	104
Figura 55: Imagens de MEV do centro das amostras do segundo quadrante (Q4) do lado 1 dos corpos de prova, nos aumentos de 300x, 1000x e 2000x, dos blocos A, B e C.....	106
Figura 56: Imagens de MEV do região de borda das amostras do segundo quadrante (Q4) do lado 1 dos corpos de prova, nos aumentos de 300x, 1000x e 2000x, dos blocos A, B e C.	107
Figura 57: Imagens em MEV da superfície de fratura do lado 1 da amostra Q2 do Bloco A com aumento de 2000x em duas regiões.	109
Figura 58: Imagens em MEV da superfície de fratura do lado 1 da amostra Q2 do Bloco A com aumento de 2000x em duas regiões.	110
Figura 59: Imagens em MEV da superfície de fratura do lado 1 da amostra Q2 do Bloco B com aumento de 2000x em duas regiões.	111
Figura 60: Imagens em MEV da superfície de fratura do lado 2 da amostra Q2 do Bloco C com aumento de 2000x e 5000x.	113

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: elementos de liga do aço inoxidável austenítico 316L.	24
Tabela 2: Definições dos parâmetros topográficos medidos para a caracterização topográfica das superfícies das chapas usadas na união por difusão.....	35
Tabela 3: Características dos três blocos utilizados neste estudo.	40
Tabela 4: Parâmetros de processamento utilizados para o processo de união por difusão.	42
Tabela 5: Lista de corpos de prova removidos dos blocos unidos por difusão para as análises microestruturais e ensaios mecânicos dos três quadrantes estudados com as suas respectivas nomenclaturas.	46
Tabela 6: Cálculos de área analisada e número de imagens baseados na norma ASTM E45.	54
Tabela 7: Número de pontos analisados e média na contagem original e após excluir todos os pontos menores que 3,88 μm de diâmetro de Feret.	62
Tabela 8: Relação entre tamanho de pixel e o tamanho de partícula.	64
Tabela 9: Relação entre tamanho médio de partícula (diâmetro de Feret) e tamanho de pixel para a distribuição de dados do Bloco A filtrando-se todos os pontos com diâmetro de Feret menor que 2,2 μm	64
Tabela 10: Relação entre tamanho médio de partícula (diâmetro de Feret) e tamanho de pixel para a distribuição de dados dos Blocos B e C filtrando-se todos os pontos com diâmetro de Feret menor que 2,2 μm	66
Tabela 11: Número de pontos analisados na contagem original e após excluir todos os pontos menores que 2,2 μm	66
Tabela 12: Medidas descritivas do diâmetro de Feret dos blocos A, B e C.....	78
Tabela 13: Medidas descritivas da Área dos blocos A, B e C.	79
Tabela 14: Resultados de porosidade calculada a partir da soma dos vazios totais e da área efetiva de análise total, para cada um dos blocos, Bloco A Bloco B e Bloco C.....	80

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	16
2.	OBJETIVOS	19
2.1.	OBJETIVO GERAL	19
2.2.	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
3.	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	20
3.1.	UNIÃO POR DIFUSÃO	20
3.2.	MATÉRIA PRIMA – AÇO AISI 316L.....	23
3.3.	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR ANÁLISE DE IMAGENS.....	25
3.3.1.	QUANTIFICAÇÃO POR ANÁLISE DE IMAGENS	26
3.3.2.	SOFTWARE IMAGEJ	27
3.3.2.1.	BRIGHTNESS/CONTRAST.....	27
3.3.2.2.	UNSHARP MASK	28
3.3.2.3.	DESPEACKLE NOISE	28
3.3.2.4.	SMOOTH.....	28
3.3.2.5.	SHARPEN	29
3.3.3.	PARÂMETROS DE FORMA	29
3.4.	ANÁLISE DE FRATURA DE MATERIAIS POROSOS	30
4.	MATERIAIS E MÉTODOS	34
4.1.	CARACTERIZAÇÃO DAS CHAPAS	35
4.2.	FABRICAÇÃO.....	36
4.2.1.	FABRICAÇÃO DOS BLOCOS UNIDOS POR DIFUSÃO	37
4.2.2.	REMOÇÃO DAS AMOSTRAS.....	44
4.3.	CARACTERIZAÇÃO POR ANÁLISE DE IMAGENS.....	47
4.3.1.	PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA	48
4.3.2.	AQUISIÇÃO DE IMAGENS	52
4.3.3.	TRATAMENTO E SEGMENTAÇÃO DE IMAGENS	56
4.4.	TRATAMENTO DE DADOS	60
4.4.	CARACTERIZAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	67
4.4.1.	ENSAIO MECÂNICO DE TRAÇÃO	67
4.4.2.	FRACTOGRAFIA	69
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	70
5.1.	TOPOGRAFIA DAS CHAPAS DE MATÉRIA-PRIMA	70
5.1.1.	PROJEÇÕES AXONOMÉTRICAS	70
5.1.2.	PARÂMETROS TOPOGRÁFICOS	73

5.2.	DIMENSÕES DOS VAZIOS DE UNIÃO POR DIFUSÃO.....	77
5.3.	DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE DEFEITOS	81
5.3.1.	DISTRIBUIÇÃO EM RELAÇÃO AO DIÂMETRO DE FERET	81
5.3.2.	DISTRIBUIÇÃO EM RELAÇÃO À ÁREA.....	86
5.4.	PARÂMETROS DE FORMA.....	87
5.5.	ENSAIOS MECÂNICOS	95
5.6.	FRACTOGRAFIA.....	102
6.	CONCLUSÕES	115
	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	117
	REFERÊNCIAS	118

1. INTRODUÇÃO

O processo de união por difusão, ou soldagem por difusão, é uma técnica de solda não convencional, que ocorre no estado sólido, sem formação de fase líquida. Este processo de fabricação ocorre por meio da difusão atômica entre as superfícies a serem unidas a partir da aplicação de pressão à temperatura específica, formando juntas microestruturalmente indistinguíveis e com as mesmas propriedades mecânicas do material de base (RUSNALDY, 2001).

A união por difusão pode ser dividida em três estágios metalúrgicos fundamentais. O primeiro é o contato inicial, que pela aplicação de pressão gera pontos localizados de deformação plástica, limitados às asperidades da superfície, originando vazios separados por áreas de contato íntimo. Já o segundo estágio é definido pela densificação das descontinuidades da interface, que é atribuída a redução da área de superfície por meio de processos difusivos, que alteram a forma e o tamanho dos vazios presentes na interface de união. Assim, ao final da segunda etapa, os vazios se tornam muito menores, e muitos deles são eliminados. O terceiro estágio é caracterizado pela migração de contornos de grão na interface para uma configuração de equilíbrio, tornando a interface de união microestruturalmente indistinguível. À medida que os contornos se movimentam, os vazios remanescentes fecham-se e o processo difusivo continua até que estas descontinuidades sejam eliminadas por meio da difusão volumétrica, o que promove a densificação dos vazios na interface (MAHONEY; BAMPTON, 1993).

Dentre as vantagens desta técnica de processamento está a possibilidade de unir materiais que não podem ser facilmente soldados pelas técnicas convencionais, especialmente combinações dissimilares, ou ainda aqueles que formam fases intermetálicas frágeis, bem como componentes com geometrias distintas de superfície, uma vez que a área de solda é independente do tempo de processo (DUNKERTON, 1993).

Portanto, pode-se destacar que a união por difusão é a única técnica de soldagem que possibilita a união de uma seção transversal completa, inclusive permitindo a obtenção de estruturas internas. Assim, quando comparada a outros processos de união convencionais, a união por difusão é considerada uma técnica de alta complexidade. O processo deve ser otimizado para cada material (incluindo diferentes composições) e geometria a ser unida, e, portanto, sua aplicação é bastante restrita à indústria aeroespacial e outras aplicações especiais, nas quais não seria possível empregar técnicas de soldagem convencionais (GIETZELT; TOTH; HUELL, 2016).

Por esta razão, este é o processo utilizado na fabricação de trocadores de calor compactos, um dos dispositivos de gerenciamento térmico desenvolvidos pelo Laboratório de Tubos de Calor em parceria com a Petrobras desde 2012, uma vez que são dispositivos especializados e com geometrias complexas internas. Os trocadores de calor compactos unidos por difusão são uma alternativa robusta aos trocadores de calor convencionais, como os trocadores de calor casco-tubos, para aplicações de processamento de gás a altas pressões, especialmente em alto mar (HESSELGREAVES; LAW; REAY, 2016).

Utilizando o processo de união por difusão entre camadas de chapas 316L, busca-se obter juntas com as mesmas propriedades do material de base, as quais, após a união, formam os canais nestes trocadores. Sabe-se, porém, que os vazios remanescentes nas interfaces afetam as propriedades finais destes dispositivos. Assim, a caracterização das interfaces unidas, quanto à quantidade, tamanho, forma e organização espacial destas descontinuidades é essencial para correlacionar as propriedades mecânicas obtidas com a microestrutura destas interfaces (GONÇALVES, 2019).

Neste contexto, o presente trabalho investigou as propriedades de blocos formados de múltiplas chapas de 316L unidos por difusão, os quais foram fabricados com chapas de características distintas, tanto em relação à espessura quanto ao acabamento de superfície das chapas. Estas chapas passaram por análise pela técnica de caracterização por interferometria de luz branca, de modo a caracterizar quali e quantitativamente a superfície e a topografia da matéria-prima dos três blocos. Assim, a partir destes blocos, foram retiradas amostras para caracterização microestrutural, utilizando a técnica de análise de imagens digitais em micrografias adquiridas em Microscópio Óptico com procedimentos padronizados de aquisição e preparação metalográfica. A partir das imagens digitais foram realizadas as etapas de processamento por meio do software ImageJ para quantificação dos vazios de interface de união. Da mesma maneira, também foram realizados ensaios mecânicos de tração uniaxial para avaliar a efetividade da união por difusão por meio da comparação das três condições ensaiadas em relação à resistência mecânica e ductilidade. Para finalizar a análise, as superfícies de fratura dos ensaios mecânicos também foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura, permitindo correlacionar as características iniciais das chapas, os vazios quantificados na interface, as propriedades mecânicas com as características de deformação e fratura apresentadas pela superfície.

A partir desta série de caracterizações busca-se encontrar a relação entre as características topográficas iniciais das chapas de aço inoxidável 316L e as propriedades mecânicas e microestruturais finais dos blocos unidos por difusão. Uma vez que as

asperidades presentes nas chapas usadas na fabricação dos blocos foram adquiridas com diferentes acabamentos de superfície, a condição inicial irá impactar diretamente no contato das asperidades das chapas durante o processo de soldagem por difusão, alterando a região de contato metal-metal e impactando nos resultados da união. Portanto, para cada condição de chapa utilizada para a fabricação dos blocos unidos por difusão é esperado que os resultados de suas propriedades sejam diferentes entre si, mesmo que tenham sido fabricadas com a mesma liga metálica.

2. OBJETIVOS

2.1.OBJETIVO GERAL

Este trabalho tem como objetivo avaliar e comparar as propriedades mecânicas e características microestruturais das interfaces de união em blocos fabricados pela técnica de união por difusão a partir de chapas de aço inoxidável AISI 316L com diferentes espessuras e acabamentos de superfície.

2.2.OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Desenvolver uma metodologia para quantificar eventuais defeitos presentes nas interfaces de união por meio do processamento de imagens de micrografias;
- Avaliar a qualidade da consolidação da solda em função das características de qualidade das chapas utilizadas na fabricação de cada bloco;
- Avaliar as diferenças de ductilidade e resistência à tração entre os blocos em função das características de qualidade das chapas utilizadas;
- Avaliar as respectivas superfícies de fratura e correlacioná-las com as características de qualidade das chapas utilizadas;
- Correlacionar as propriedades mecânicas da união com a qualidade/defeitos presentes na interface da união.

3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1.UNIÃO POR DIFUSÃO

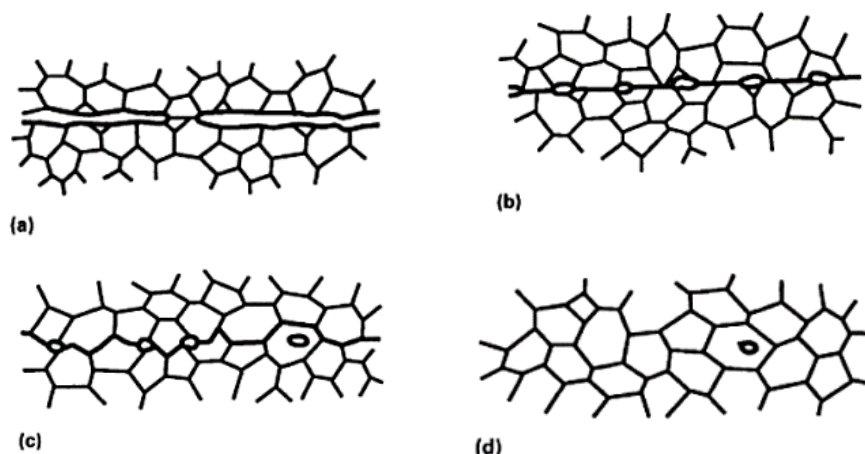
A união por difusão no estado sólido é utilizada para produzir peças totalmente contínuas, com propriedades mecânicas comparáveis às daquelas do material de base.

Para tal, é necessário que ocorra a difusão dos átomos através das superfícies em contato sob altas temperaturas, de modo que os contornos de grão cresçam entre essas superfícies. Esta técnica de soldagem normalmente é realizada sob alto vácuo ou sob atmosfera de gás inerte, em temperaturas de cerca de 80% da temperatura de fusão do material utilizado, em condições termodinâmicas que propiciem elevados coeficientes de difusão, permitindo assim que a união ocorra em um período de tempo economicamente viável (GIETZELT; TOTH; HUELL, 2018).

Os mecanismos do processo de união por difusão acontecem, basicamente, por meio do coalescimento de duas superfícies sólidas atômica e molecularmente em contato. Assim, o coalescimento completo ocorre ao final de três etapas metalúrgicas progressivas, cada qual associada a um mecanismo particular, que contribui para a união. Portanto, estas etapas são graduais e não são definidas categoricamente.

A Figura 1 demonstra a evolução da interface de união no decorrer destas etapas. Na Figura 1 (a), o processo ainda não teve início pois há apenas o contato inicial entre as superfícies, limitado a algumas asperidades, e a temperatura é ambiente. Na etapa representada na Figura 1 (b), em função do aumento da temperatura e pressão, pode-se observar a deformação das asperidades da superfície por escoamento plástico e fluência. No estágio mostrado na Figura 1 (c), com o aumento da área de contato e o aumento da temperatura a aproximadamente $0,8T_F$, inicia-se a difusão dos átomos nos contornos de grão para os vazios e migração de contornos de grão, sendo este mecanismo o processo principal. Finalmente, na Figura 1 (d), o terceiro estágio, no qual a difusão volumétrica dos átomos para os vazios acontece e estes terminam o processo isolados na interface de união (MAHONEY; BAMPTON, 1993).

Figura 1: Sequência metalúrgica na união por difusão.



Fonte: MAHONEY; BAMPTON, 1993.

Um requisito importante para que sejam obtidos bons resultados na união por difusão, é a integridade e a rugosidade das superfícies em contato durante a união. Superfícies com baixa rugosidade são mencionadas como requisitos, porém não especificados valores. As superfícies devem estar livres de danos, como riscos profundos, moissas, rebarbas e de possíveis impurezas restantes dos processos de usinagem que precedem a união. Outro requisito que é importante é a planicidade das superfícies utilizadas, as quais devem ter baixa ondulação.

As peças para união devem ser limpas cuidadosamente utilizando surfactantes, seguidas de lavagens com álcool etílico ou acetona. Também é recomendado que o manuseio seja feito com luvas sem pó (GIETZELT; TOTH; HUELL, 2016, 2018).

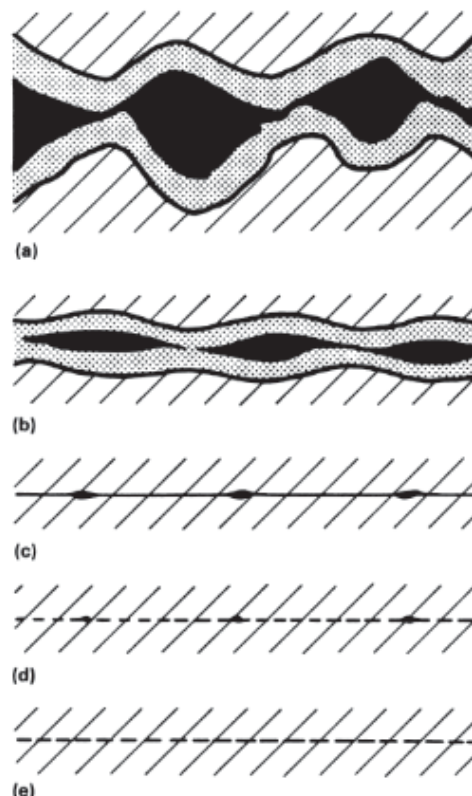
A rugosidade influencia na formação de uma junta microestruturalmente contínua, pois, de acordo com a distância e forma das asperidades, ocorre a formação de poros na interface que devem ser preenchidos posteriormente. Assim, superfícies idealmente lisas e planas, podem prevenir deformações pontuais devido a lacunas de asperidades. Portanto, a forma e tamanho das asperidades, conjuntamente com a aplicação de pressão definem o comportamento das deformações pontuais na superfície (GIETZELT; TOTH; HUELL, 2016).

Lienert et al., (2011) enfatizam a importância do acabamento de superfície na soldagem por difusão e destacam que, para que ocorra a união, é necessário o contato atômico entre as superfícies metálicas, conforme apresentado na Figura 2. Conseqüentemente, as microasperidades e contaminantes presentes nas superfícies de trabalho devem ser eliminados antes da realização da soldagem por difusão. Assim, ao iniciar a aplicação de pressão no processo de união por difusão, ocorre a deformação

plástica nas asperidades da superfície devido ao seu contato direto, reduzindo os vazios interfaciais provenientes do espaço existente entre elas. O desenvolvimento da união continua por meio de consecutivos mecanismos de difusão nas regiões de contato direto, incluindo a difusão por contorno de grão e fluência.

O autor também descreve os estágios metalúrgicos que ocorrem durante a união entre duas superfícies com uma camada óxida em mais detalhes, como exposto na Figura 2. Inicialmente, tem-se o contato entre as camadas óxidas, observado na Figura 2 (a). Em seguida, os pontos de contato sofrem deformação e fluência, resultando em uma camada óxida mais fina e com vazios entre as superfícies, como mostrado na Figura 2 (b). Após a finalização da deformação e fluência, restam alguns vazios na interface e resquícios de uma camada muito fina de óxido, apresentado na Figura 2 (c). Seguindo o processo, a difusão volumétrica continua ocorrendo e acaba por eliminar a camada óxida remanescente e ainda deixando pequenos vazios na interface, como apontado na Figura 2 (d). Finalmente, conforme a Figura 2 (e), o processo de união se completa.

Figura 2: Mecanismo da soldagem por difusão.



Fonte: LIENERT et al., 2011.

Portanto, no caso da união por difusão de aços inoxidáveis, no qual sabe-se que a superfície é recoberta por uma camada óxida aderente (óxido de cromo), durante o processo

de união esta camada deve ser quebrada e/ou dissolvida, o que é possível ao utilizar temperaturas e pressões mais elevadas (DUNKERTON, 1993). Para a união por difusão de aços inoxidáveis austeníticos, especificamente, ainda maiores temperaturas são requeridas devido ao baixo coeficiente de difusão da estrutura CFC, o que acarreta um crescimento de grão excessivo (GIETZELT; TOTH; HUELL, 2018).

Lienert et al. (2011) ainda afirma que, embora existam poucos dados disponíveis a respeito da soldagem por difusão de aços inoxidáveis, sabe-se que a tensão de escoamento dos componentes unidos é facilmente alcançada, sendo a tenacidade o maior desafio. Caso se empregue maiores temperaturas para atingir esta propriedade, tratamentos térmicos posteriores para readequar as propriedades devem ser necessários.

3.2.MATÉRIA PRIMA – AÇO AISI 316L

O aço inoxidável austenítico 316L é uma liga com densidade 799 kg/m^3 , amplamente utilizada pelas suas características de resistência à corrosão e resistência mecânica à elevadas temperaturas. Por norma, as propriedades mecânicas mínimas a serem atingidas por este aço são: 170 MPa de tensão de escoamento, 485 MPa de tensão máxima, 40% de alongamento e dureza de 95 HRBW (ASTM, 2004).

Esta liga apresenta uma considerável melhora na sua resistência à corrosão quando comparada com o aço inoxidável 304, principalmente na corrosão por pites, devido à adição de molibdênio como elemento de liga no aço. Além disso, devido ao baixo percentual de carbono da matriz, a possibilidade de ocorrer corrosão intergranular por precipitação de carboneto de cromo, a chamada sensitização, é bastante diminuída.

Estas características do aço inoxidável 316L lhe garantem uma resistência química adequada para atuar nas mais diversas áreas, desde a indústria petroquímica até a alimentícia. As propriedades mecânicas desta liga também trazem vantagens para estas aplicações, devido à capacidade de resistir a temperaturas elevadas (AK STEEL, 2016). A Tabela 1 a seguir mostra as porcentagens típicas dos elementos de liga do aço inoxidável 316L.

Tabela 1: elementos de liga do aço inoxidável austenítico 316L.

Elemento de liga	Teor (%)
Carbono	< 0,03
Manganês	< 2,00
Fósforo	< 0,045
Enxofre	< 0,03
Silício	< 0,75
Cromo	16,00 - 18,00
Níquel	10,00 - 14,00
Molibdênio	2,00 - 3,00
Nitrogênio	< 0,10
Ferro	Balanço

Fonte: adaptado de ASTM, 2004.

A qualidade da matéria-prima utilizada no processo de união por difusão (microestrutura e superfície das chapas, resultantes do processamento e acabamento do fornecedor) tem influência direta nos resultados finais dos blocos unidos por difusão, de forma que a aquisição deste material não é uma tarefa simples e, portanto, todas as características devem estar corretamente definidas.

As especificações requeridas para as chapas de 316L usadas na fabricação dos blocos unidos por difusão seguem um padrão estabelecido pelo grupo de pesquisa, que se baseou nas normas ASTM A240 - *Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications* e ASTM 480 M - *Standard Specification for Free-Machining Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip 1*, para especificá-las (ASTM, 2004, 2014a). Assim, especifica-se o acabamento de superfície, recomendando-se o acabamento denominado 2B, correspondente à chapas laminadas a frio, decapadas, recozidas e laminação final por um rolo laminador polido. O outro acabamento de superfície empregado no presente estudo corresponde ao polimento mecânico, no qual as chapas, ainda na usina metalúrgica, passam por processos de polimento mecânico, deixando a superfície mais suave e brilhante.

Outro fator a ser considerado na especificação da matéria prima a ser requisitada ao fornecedor, é o tamanho de grão das chapas de aço inoxidável. Este precisa ser controlado, uma vez que o crescimento de grão é um fator resultante do processo de união por difusão e tem grande interferência nas propriedades mecânicas finais. Assim, é solicitado que a matéria-prima tenha de grãos equiaxiais no padrão de 07 a 09 ASTM. Esta combinação de especificações garante menor variabilidade microestrutural, portanto melhor controle das

propriedades mecânicas das chapas, resultando em menor variabilidade posterior nos blocos unidos por difusão (GONÇALVES, 2019).

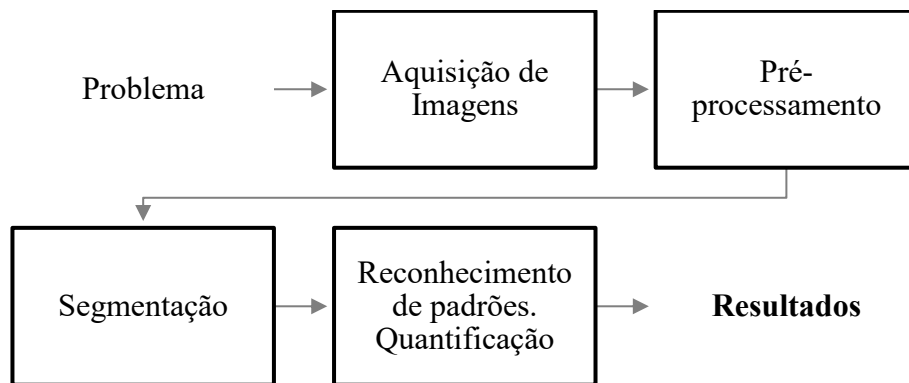
3.3.CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR ANÁLISE DE IMAGENS

A análise e processamento de imagens é de grande interesse devido a sua aplicação em duas áreas principais: ao aprimoramento de informações pictóricas que permitem a interpretação humana e a análise automática de informações extraídas de uma cena por um computador (FILHO; NETO, 1999).

Ainda que os primeiros desenvolvimentos de técnicas de processamento de imagem sejam datados do início do século XX, quando se iniciou a codificação de imagens em níveis de cinza, o grande impulso na área ocorreu apenas na década de 60, com o advento dos primeiros computadores digitais. A partir daí, o uso de técnicas envolvendo o processamento de imagens vem sendo aplicadas nos mais diversos setores, desde a medicina e biologia até a geografia e geologia (FILHO; NETO, 1999).

Portanto, como a microestrutura de um material permite a correlação entre a matéria prima inicial e as características físicas finais da peça depois de seus respectivos processos de fabricação, procedimentos de caracterização destas microestruturas se fazem fundamentais para a compreensão da relação entre processamento e propriedades. Assim, técnicas de análise e processamento de imagens se apresentam como uma ferramenta que permite a descrição da geometria microestrutural e ainda a quantificação de parâmetros morfológicos e topológicos. Esta análise é realizada a partir de imagens obtidas pelas técnicas de microscopia óptica e/ou eletrônica de varredura, permitindo assim a descrição quantitativa da microestrutura de materiais (FERNANDES, 1994). Na Figura 3 são apresentadas as etapas fundamentais na cadeia de processamento de imagens:

Figura 3: Esquema simplificado da cadeia de processamento de imagens.



Fonte: Adaptado de FERNANDES, 1994.

Técnicas de análise de imagens podem ser utilizadas na supervisão de um processo de produção, por meio do acompanhamento da evolução microestrutural de um componente específico (POPA; CHAIX, 2002). Um exemplo deste tipo de acompanhamento, descrito por (LEE; KAYSSER; PETZOW, 1985) foi realizado executando-se uma série de medidas consecutivas por análise de imagens em uma determinada parte da microestrutura de um material sinterizado de W-Cu (tungstênio-cobre), em que, por meio das distribuições de tamanho geradas nas análises, foi possível identificar o aumento das partículas de W-Cu na microestrutura (apud POPA; CHAIX, 2002).

Assim, é possível empregar a análise de imagens visando a obtenção de diferentes parâmetros e funcionalidades dependendo do *software* utilizado, desde o processamento e caracterização quantitativa de imagens 2-D, até reconstrução de estruturas 3-D e simulação de processos físicos para a determinação de propriedades macroscópicas (FERNANDES, 1994).

3.3.1. QUANTIFICAÇÃO POR ANÁLISE DE IMAGENS

O processamento e a quantificação de imagens se diferem principalmente na finalidade em que são utilizados. O processamento de imagens é basicamente a conversão de uma imagem em outra, ou seja, seu resultado é uma imagem. Em contraponto, o objetivo da quantificação por análise de imagens é a conversão de uma imagem em um resultado numérico, ou seja, ao final obtém-se uma série de números ou ainda um gráfico (HEILBRONNER; BARRETT, 2014).

É comum que a quantificação de imagens seja considerada uma etapa do processamento de imagens, uma vez que, para que os resultados sejam atingidos, é

necessário utilizar uma combinação de algoritmos de processamento para preparar a imagem, como a conversão em escala de cinza e filtros, para finalmente realizar cálculos, como a medição de microconstituintes e outras ferramentas. Desta maneira, é importante que se utilize um *software* que suporte estas operações e possa tratar os dados obtidos além do simples processamento de imagens, plotando gráficos, apresentando resultados e calculando histogramas (HEILBRONNER; BARRETT, 2014).

Para a realização da caracterização morfológica de partículas, Barber (1996) lista alguns aspectos técnicos que devem ser levados em conta. Um sistema de análise de imagens, deve conter pelo menos os seguintes componentes: algum tipo de microscópio acoplado a uma câmera, que conectado a um sistema de processamento de um computador converte o sinal analógico para digital e pode aplicar os algoritmos necessários para caracterizar a dimensão e forma dos objetos de interesse (também denominados como partículas) na imagem. Neste, o perímetro e o diâmetro máximo podem ser determinados por meio de diversos procedimentos, que variam de acordo com o *software* utilizado. Já a área dos objetos é estimada pela contagem dos pixels presentes em cada partícula. Estes fatores geométricos serão utilizados para calcular os parâmetros morfológicos que caracterizam a partícula, os quais normalmente baseiam-se na comparação das métricas do objeto com uma esfera perfeita.

3.3.2. SOFTWARE IMAGEJ

ImageJ é um *software* de domínio público pioneiro como ferramenta para análises de imagens de cunho científico. Este programa já é utilizado há mais de 25 anos no meio técnico-científico para a realização de análises para as mais diversas áreas, especialmente por ser um *software* de desenvolvimento aberto, o que permite a colaboração dos usuários para seu aprimoramento (SCHNEIDER; RASBAND; ELICEIRI, 2012). Assim, este *software* é capaz de exibir, editar, analisar, processar, salvar e imprimir imagens de 8 bits, 16 bits e 32 bits e diversas outras funcionalidades, permitindo seu uso para todas as fases da análise de imagens (FERREIRA; RASBAND, 2012).

3.3.2.1. BRIGHTNESS/CONTRAST

A ferramenta *Brightness/Contrast* é usada para alterar interativamente o brilho e o contraste de uma imagem ativa. Quando aplicado em imagens de 8-bit, as alterações no brilho e no contraste são executadas sem alterações nos valores dos pixels. No caso de imagens em 16 ou 32-bit há uma atualização de valores dos pixels para uma exibição em

8-bit, mas ainda sim sem alterar o valor dos pixels. Já para as imagens em RGB, ao modificar o brilho e o contraste das imagens os valores dos pixels são alterados (FERREIRA; RASBAND, 2012).

3.3.2.2. UNSHARP MASK

O filtro *Unsharp Mask* aumenta a nitidez e realça as bordas dos objetos na imagem, subtraindo uma versão sem nitidez da imagem original. A máscara de nitidez *Unsharp Mask* subtrai uma cópia desfocada da imagem e faz um redimensionamento da mesma para obter os níveis de contraste das estruturas maiores da imagem. Considera-se que aplicar este filtro seja equivalente a adicionar uma imagem filtrada de maior frequência sobre a imagem original, gerando uma imagem mais nítida. O aumento do raio gaussiano deste filtro aumenta o contraste gerado na imagem e o peso do filtro interfere na intensidade em que ele será aplicado (FERREIRA; RASBAND, 2012).

3.3.2.3. DESPEACKLE NOISE

O filtro *Despeackle Noise* é um filtro de mediana, que substitui cada pixel pelo valor da mediana de uma vizinhança de 3x3 pixels. Assim, para cada grade de 3x3 pixels, todos os 9 pixels são modificados de acordo com o valor da mediana do pixel central. Este filtro é indicado para a remoção de ruídos nas imagens, devido a homogeneização que ele promove (FERREIRA; RASBAND, 2012).

Filtros de mediana são considerados bons para a redução de determinados tipos de ruídos, especialmente quando há pixels de valores muito discrepantes de sua vizinhança, pois ele faz a substituição por um valor mais plausível, de acordo com a vizinhança (RUSS; NEAL, 2015a).

3.3.2.4. SMOOTH

A ferramenta *Smooth* é usada para suavizar, ou desfocar, a imagem, por meio da aplicação de um filtro de média na região de vizinhança de 3x3 pixels. Assim, ele faz a substituição dos valores dos pixels na grade de 3x3 pela média da vizinhança. (FERREIRA; RASBAND, 2012)

Filtros de suavização, como o *Smooth*, são utilizados para reduzir o ruído aleatório da imagem, por utilizar a suposição de que todos os pixels da vizinhança representam amostras do mesmo valor e que pertencem à mesma estrutura ou objeto (RUSS; NEAL, 2015a)

3.3.2.5. SHARPEN

A ferramenta do *ImageJ*, *Sharpen* é usada para aumentar o contraste e acentuar os detalhes da imagem, porém utilizá-lo também pode acarretar o aumento do ruído da imagem. Este filtro substitui os valores de uma vizinhança de 3x3 pixels por uma média ponderada (FERREIRA; RASBAND, 2012).

3.3.3. PARÂMETROS DE FORMA

São parâmetros dimensionais que utilizam medidas geométricas básicas como área, perímetro, diâmetro, dimensões, entre outros. Uma vez que existem muitos parâmetros dimensionais, são muitas as maneiras que estes podem ser combinados para obter-se uma expressão que possa ser usada como um parâmetro morfológico e, apesar de existirem alguns parâmetros mais utilizados, há uma inconsistência a respeito das convenções de nomenclatura. Geralmente estes parâmetros variam entre 0 e 1, sendo o valor máximo correspondendo a uma geometria de formas perfeitas e o mínimo a formatos irregulares (GOMES; PACIORNIK, 2005; RUSS; NEAL, 2015a, 2015b) .

a. Diâmetro de Feret

De acordo com o guia de uso do *ImageJ*, o diâmetro de Feret é a maior distância entre dois pontos da borda do objeto medido, que também é conhecido como calibre máximo (FERREIRA; RASBAND, 2012).

b. Área

A área é definida como a seleção, em pixels quadrados, ou em outras unidades quadradas calibradas, usadas para calibrar espacialmente a imagem (FERREIRA; RASBAND, 2012).

c. Perímetro

Perímetro é definido como o limite externo de um objeto na seleção. O *software ImageJ* calcula o perímetro dos objetos fazendo a decomposição em seções individuais. É possível haver diferenças no perímetro de acordo com o método de cálculo usado em diferentes ferramentas (FERREIRA; RASBAND, 2012).

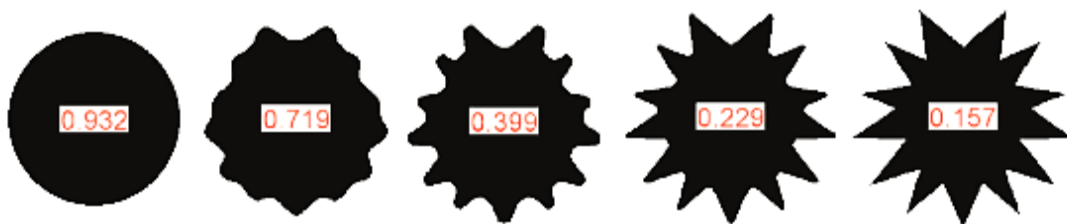
d. Fator de Forma Circular - FCC

O parâmetro morfológico Fator de Forma Circular, apresentado na Equação 1, tem como 1 o valor para uma partícula igual a um círculo perfeito e vai diminuindo à medida que o perímetro aumenta em relação à área. Por esta razão, é bastante sensível às irregularidades do contorno, já que o cálculo é dependente do perímetro, e o perímetro da partícula pode aumentar mesmo que a sua forma geral continue próxima a um círculo (GOMES; PACIORNIK, 2005; GOMES; MINERAL, 2019; RUSS; NEAL, 2015c). Neste trabalho, o Fator de Forma Circular será abreviado como FFC.

$$FFC = \frac{4\pi * \text{Área}}{(\text{Perímetro})^2} \quad \text{Equação 1: (RUSS; NEAL, 2015c).}$$

A Figura 4 exemplifica como o aumento do perímetro influencia no FFC para formas com a mesma área.

Figura 4: Fator de Forma Circular: todas as formas possuem a mesma área, mas à medida que o perímetro aumenta, o FFC é alterado.



Fonte: RUSS; NEAL, 2015.

e. Circularidade

A circularidade depende do diâmetro máximo medido no objeto, conforme apresentado na Equação 2, e por isso é sensível ao alongamento da partícula. Desta forma, assume o valor de 1 como um círculo perfeito, que diminui à medida que o diâmetro máximo aumenta em detrimento da área (GOMES; PACIORNIK, 2005; GOMES; MINERAL, 2019; RUSS; NEAL, 2015c).

$$\text{Circ.} = \frac{4 * \text{Área}}{\pi * (\text{Diâmetro máximo}^2)} \quad \text{Equação 2: (RUSS; NEAL, 2015c)}$$

3.4. ANÁLISE DE FRATURA DE MATERIAIS POROSOS

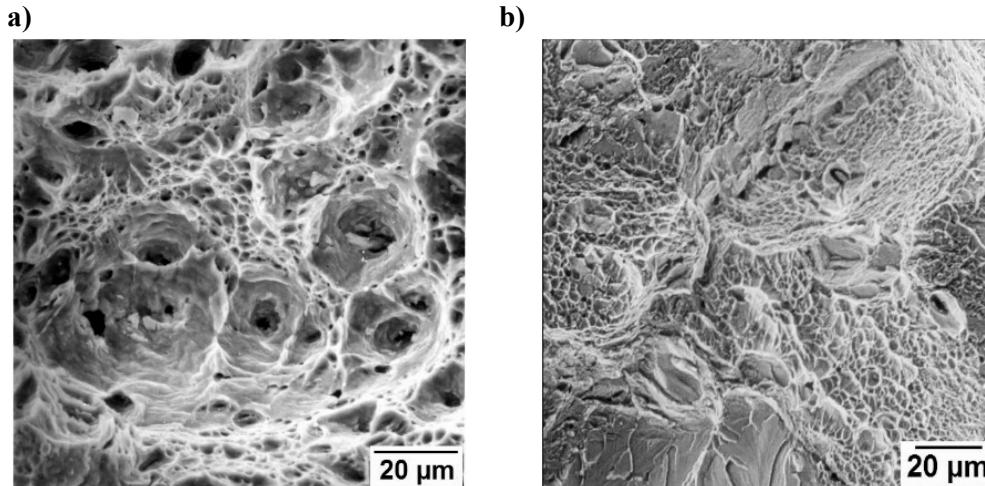
O comportamento do modo de falha dos aços depende de uma série de fatores de sua estrutura, como porosidade, partículas dispersas e a microestrutura como um todo. Todos estes elementos influenciam diretamente na iniciação, crescimento e propagação das

microtrincas no processo de tração de um material poroso. Dessa maneira, é possível identificar como o processo de fratura ocorreu de acordo com os detalhes indicados na microestrutura do material. As diferentes fases presentes no material lhe concedem diferentes características de resistência à fratura, resultando em combinações de micromecanismos distintos, como alvéolos, clivagem, falha intergranular e outros. No processo de aplicação de tensão estático as microfissuras nucleiam, crescem e coalescem de maneira gradual, até atingir um tamanho catastrófico - para o qual a mecânica convencional da fratura se aplica (DUDROVA; KABÁTOVA, 2016).

Convencionalmente, os materiais de engenharia são classificados em dúcteis e frágeis, sendo possível identificar o modo de fratura por meio da análise macroscópica para análise das características da região fraturada. A fratura dúctil é caracterizada pelo desenvolvimento de deformação plástica antes da falha, com o surgimento do empescoamento da região e alto consumo energético neste processo. Já a fratura frágil se diferencia por ser uma fratura de rápida propagação de trinca, com pouco consumo de energia e nenhuma deformação plástica na região (DUDROVÁ; KABÁTOVÁ, 2008).

No caso de ligas estruturais o modo de falha mais comum é o de ruptura pela formação e coalescência de alvéolos, causada pela sobrecarga de tensões. Os microvazios nucleiam em discontinuidades presentes na microestrutura, como poros, microtrincas, partículas de segunda fase, contornos de grão ou empilhamentos de discordâncias. À medida que a tensão aplicada aumenta, os microvazios crescem, levando ao coalescimento destes o que eventualmente gera uma superfície de fratura contínua. Este processo de nucleação de vazios pode ocorrer de duas formas em relação aos grãos da estrutura do material, de maneira transgranular e intergranular (DUDROVÁ; KABÁTOVÁ, 2008), que são apresentadas na Figura 5:

Figura 5: Aparência da fratura dúctil por alvéolos - (a) Transgranular e (b) Intergranular.



Fonte: DUDROVÁ; KABÁTOVÁ, 2008.

Conforme as macrografias das fraturas indicadas na Figura 5, a fratura transgranular ocorre quando os microvazios se formam dentro dos grãos do material, Figura 5 (a), e a intergranular se dá quando a nucleação ocorre nos contornos de grão Figura 5 (b).

No caso de materiais porosos, o comportamento de fratura é similar ao de materiais forjados, com o agravante de possuírem poros e resquícios da superfície original das partículas, além de apresentarem microestruturas mais complexas e heterogêneas. Durante o processo de tensão destes materiais, os *necks* de ligação entre as partículas deformam muito mais que o volume total da partícula, gerando deformações plásticas excessivas concentradas nestas regiões e uma deformação macroscópica geral do corpo de prova bastante baixa. Este processo resulta em uma fratura macroscópica frágil, enquanto microscopicamente ela é dúctil, devido à formação de *dimples* localmente (DUDROVÁ; KABÁTOVÁ, 2008).

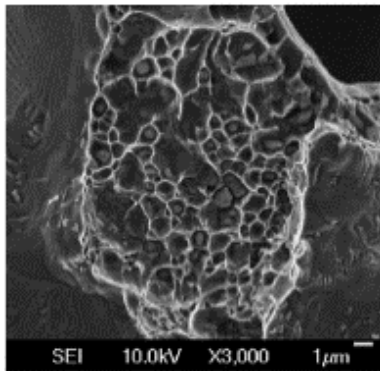
No caso de materiais sinterizados de alta densidade, os poros são na maior parte isolados na microestrutura e agem como concentradores de tensão, e podendo influenciar em maior ou menor grau na deformação local do material de acordo com a geometria destes poros, a distância entre eles e a interação destes com a matriz (DUDROVÁ; KABÁTOVÁ, 2008).

Para condições de processamento padrão, os espaços entre as ramificações das partículas não são completamente preenchidos, podendo existir pontes de poros dentro os *necks* das ligações formadas entre as partículas sinterizadas. O desenvolvimento dos *necks* entre as partículas também depende da pureza dos pós-metálicos, especialmente devido a presença de óxidos não redutíveis, que agem como iniciadores de alvéolos. Outro fator de extrema importância é a ligação interfacial entre as superfícies adjacentes das partículas,

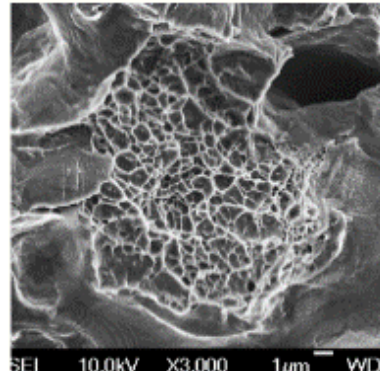
conforme a Figura 6. Ainda em relação à presença de óxidos e outras impurezas na estrutura sinterizada, além de inibirem a formação de uma ligação forte, também iniciam a nucleação de microvazios e facilitam o caminho para crescimento e propagação de trincas (DUDROVA; KABÁTOVA, 2016).

Figura 6: Exemplos de ligação interfacial entre superfícies de partículas adjacentes com (a) contaminação elevada de óxidos e (b) pureza satisfatória.

a)



b)

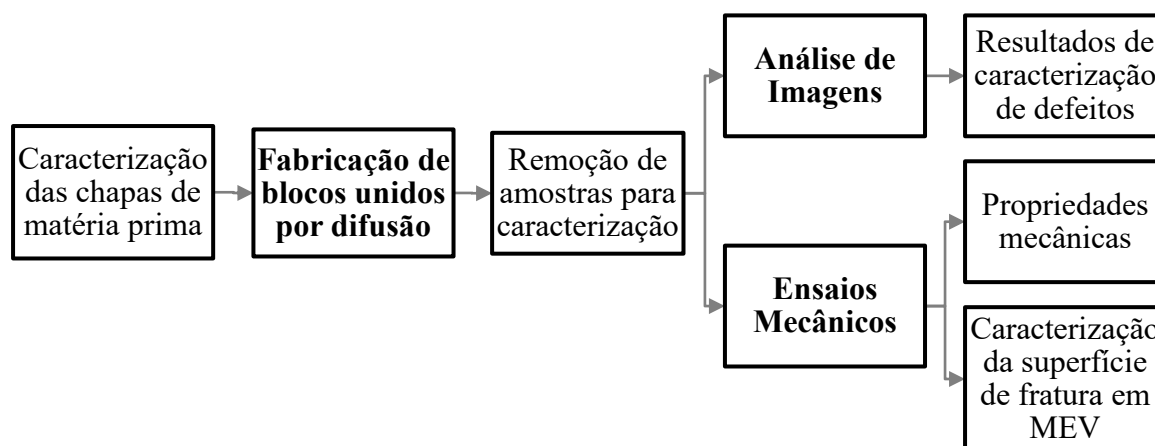


Fonte: DUDROVA; KABÁTOVA, 2016.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta seção é apresentada a metodologia a ser adotada no trabalho, a qual pode ser dividida em três grandes etapas, a fabricação dos blocos unidos por difusão, a caracterização por análise de imagens e os ensaios mecânicos. Na Figura 7 é apresentado um fluxograma com a sequência geral dos processos que foram desenvolvidos para realizar todo o estudo e os resultados esperados de cada uma das caracterizações.

Figura 7: Esquema apresentando a metodologia geral empregada no trabalho, em sequência.



Fonte: Autora.

Portanto, conforme pode-se verificar no esquema da Figura 7, o trabalho é iniciado com a caracterização das chapas de matéria-prima que serão usadas na fabricação dos objetos de análise. Posteriormente, os blocos unidos por difusão são fabricados, utilizando a metodologia desenvolvida no laboratório, com a devida ordem de corte, limpeza da superfície das chapas, montagem do bloco e ciclo termomecânico de união por difusão. Na sequência, as amostras são removidas para a realização das caracterizações da união, sendo realizados ensaios de caracterização mecânica e a caracterização por análise de imagens. A última é feita por meio da preparação metalográfica de amostras prismáticas retiradas dos blocos, seguido de procedimentos de processamento e quantificação das imagens de micrografias, caracterizando assim a região da interface de união. Por outro lado, a caracterização mecânica é realizada por meio de ensaios de tração uniaxial de corpos de prova removidas dos blocos de união por difusão. Resultados quantitativos dos ensaios de tração-deformação são obtidos assim como avaliadas as superfícies de fratura das amostras.

4.1. CARACTERIZAÇÃO DAS CHAPAS

Para melhor avaliar as diferenças entre as condições dos três blocos analisados neste trabalho, as chapas de matéria prima dos blocos A, B e C foram caracterizadas por meio do uso de um Interferômetro Óptico, de modo a quantificar alguns dos principais parâmetros topográficos de rugosidade, como Sa, Sq, Sz, Sv e Sp. As definições de cada parâmetro medido nas análises são apresentadas na

Tabela 2. Os parâmetros são utilizados para descrever diferentes aspectos dessas superfícies, o que possibilita compreender a influência das características das superfícies no contato entre as asperidades durante o processo de união por difusão.

Tabela 2: Definições dos parâmetros topográficos medidos para a caracterização topográfica das superfícies das chapas usadas na união por difusão.

Parâmetro	Definição
Sa	Média aritmética dos valores absolutos das alturas, representa a diferença média de altura dos picos e vales em relação ao plano médio da superfície (OLYMPUS, 2017; THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 2009)
Sq	É equivalente ao desvio padrão da distribuição de alturas, calculado pela raiz quadrada da medida dos desvios em altura de toda a superfície (OLYMPUS, 2017; THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 2009)
Sz	Representa a amplitude medida entre a profundidade máxima e a altura máxima (THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 2009), calculada de acordo com a diferença de altura entre os 5 maiores picos e os 5 vales mais profundos em relação à média de superfície (GADELMAWLA et al., 2002).
Sv	Indica o vale de profundidade máxima relativo à média na área avaliada (GADELMAWLA ET AL., 2002; THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 2009).
Sp	É a altura máxima dos picos em relação à média da superfície na área analisada (THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 2009).

Fonte: GADELMAWLA et al., 2002, OLYMPUS, 2017; THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 2009.

Para a caracterização, todas as superfícies das chapas de 3 mm e 1 mm 2B e 1 mm no PM foram analisadas no Interferômetro Óptico de luz branca (*Zygo Newview 7300*), localizado no LabMat da UFSC. Dados foram adquiridos em 3 pontos de cada face, totalizando 6 pontos por chapa. Apesar de se saber que é possível haver uma diferença nos parâmetros medidos para cada um dos lados das chapas, a análise comparativa entre os

valores dos parâmetros de superfície considerou os pontos medidos relativos às chapas sem diferenciação de lado, como uma amostra única. Isso porque ambos os lados passam pelo processo de união simultaneamente e, além disso, nenhum tipo de controle, sobre as faces das chapas no processo de fabricação nem de caracterizações subsequentes, é realizado.

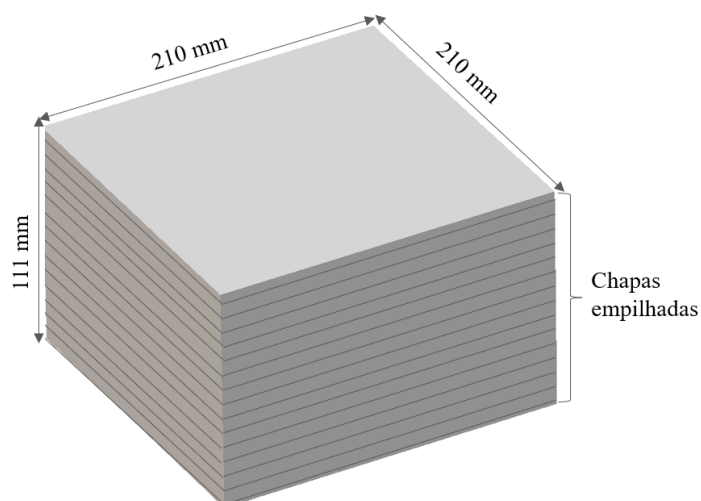
A partir destas informações, e de um maior conhecimento das asperidades da superfície das chapas usadas na fabricação dos blocos, espera-se compreender melhor os resultados obtidos relativos às propriedades mecânicas, assim como do tamanho, forma e distribuição dos defeitos decorrentes do processo de união por difusão.

4.2. FABRICAÇÃO

No presente trabalho, as características de blocos unidos por difusão são avaliadas. Blocos multicamadas unidos por difusão são formados pelo empilhamento de chapas, que podem ter diferentes espessuras e acabamentos de superfícies. Os parâmetros termomecânicos do ciclo de união por difusão são mantidos constantes, a fim de que as diferenças experimentais possam ser atribuídas às características da matéria-prima apenas.

A Figura 8 apresenta um esquema dos blocos unidos por difusão, dos quais todas as amostras para caracterização, tanto por análise de imagens quanto para ensaios mecânicos, serão retiradas.

Figura 8: Representação esquemática das chapas de 210 mm x 210 mm empilhadas, para a fabricação do bloco unido por difusão.



Fonte: Autora.

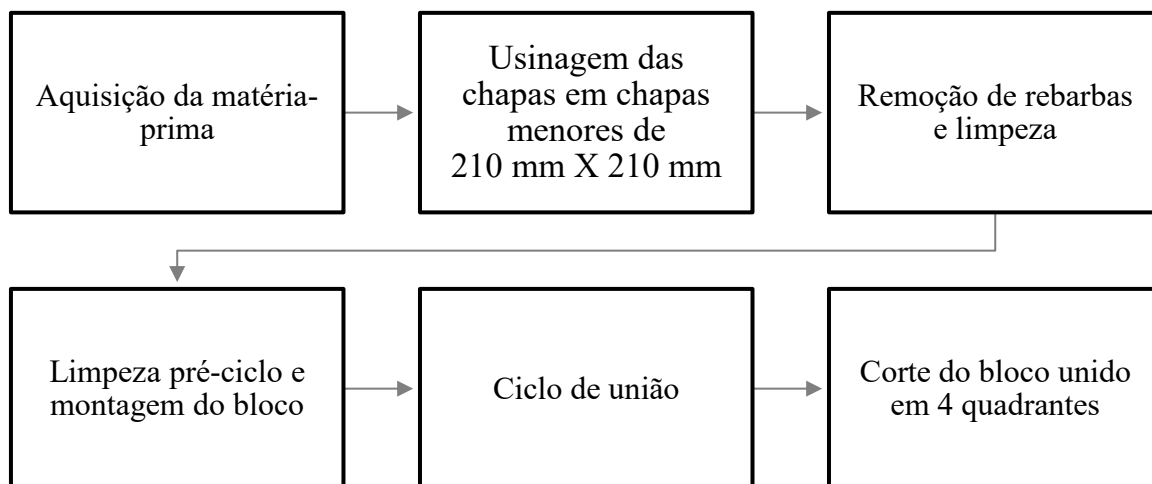
Três configurações de blocos unidos por difusão foram fabricadas, com diferentes características, conforme descrito a seguir. Detalhes das características da matéria-prima e sua especificação de compra são apresentados, bem como os procedimentos empregados

na averiguação de qualidade e outras propriedades das chapas adquiridas. Da mesma forma, são descritas todas as fases envolvidas no processo de união por difusão usado na fabricação dos blocos, assim como são apresentados detalhes de como é feita a retirada das amostras para as caracterizações.

4.2.1. FABRICAÇÃO DOS BLOCOS UNIDOS POR DIFUSÃO

O controle do processo de fabricação dos blocos é de grande importância para estudos envolvendo a união por difusão, uma vez que erros podem acarretar variações significativas, que alteram o processo difusivo e assim os resultados finais das amostras. Portanto, as etapas de fabricação de blocos devem ser cuidadosamente definidas e normalizadas por meio de procedimentos operacionais padronizados, para garantir reprodutibilidade, de forma a garantir que diferenças nos resultados sejam atribuídas apenas às variações de parâmetros experimentais pré-selecionados. Assim, o procedimento operacional previamente estabelecido pela equipe do laboratório será seguido neste trabalho, o qual inclui a operação correta de equipamentos, manuseio do material e de reagentes. O fluxograma, apresentado na Figura 9, evidencia as fases que compõem o processo de fabricação dos blocos unidos por difusão.

Figura 9: Fluxograma com as fases da etapa de fabricação dos blocos unidos por difusão.



Fonte: Autora.

A fabricação dos blocos inicia-se pela aquisição da matéria-prima, ou seja, placas de aço inoxidável AISI 316L, onde o fornecedor deve fornecer material cujas características químicas e mecânicas atendem à na norma (ASTM, 2004). Gonçalves, em 2019 descreveu as características ideais do material a ser empregado, de forma que o

processo de fabricação por união por difusão fosse bem sucedido. Estas características têm sido usadas como padrão pelo grupo de pesquisa do LABTUCAL. Assim, as chapas devem ser laminadas a frio, decapadas e recozidas, visando um melhor acabamento de superfície e uma menor variabilidade de microestrutura em relação ao material laminado a quente, além de apresentarem tamanho de grão menor, devido à nucleação de novos grãos durante o processo de recozimento. A etapa de decapagem é importante para controlar e reproduzir a camada óxida presente na superfície do aço inoxidável destas chapas. Também é indicado que o tamanho de grão das chapas esteja entre a categorização ASTM 07 e 08, pois o ciclo térmico da união por difusão promove grande crescimento de grão e, para que se possa garantir que as propriedades mecânicas finais sejam minimamente alteradas, o tamanho inicial dos grãos deve ser controlado. Na realidade, o acabamento de superfície que atende a norma ASTM 480 deve ser N° 2B, aplicado em ambas as faces, que prescreve chapas laminadas a frio, decapadas e recozidas, cujo último passe de laminação ocorre em um rolo polido, para garantir o acabamento levemente reflexivo, correspondendo assim ao processo descrito anteriormente. No presente trabalho um segundo acabamento de superfície especificado foi aplicado: as chapas, ainda na usina metalúrgica, passam por processos de polimento mecânico, deixando a superfície mais suave e brilhante.

Outrossim, também é apontado que, para o transporte, as chapas devem ser protegidas por uma película de PVC em ambas as faces, para que não ocorra nenhum dano nas superfícies durante o seu manuseio, incluindo os processamentos prévios à união. Adicionalmente, é especificado ao fornecedor que as chapas tenham até 0,8 mm de tolerância de planicidade, pois desvios de forma são altamente sensíveis na precisão do corte por jato d'água, equipamento utilizado para corte das chapas que compõem o bloco unido por difusão. Finalmente, deve constar, no certificado de qualidade, a resistência à corrosão intergranular, obtida em um ensaio normatizado realizado por lote adquirido e que visa, de maneira indireta, garantir a ausência de microconstituintes deletérios para a resistência mecânica e a corrosão do aço 316L.

Assim, após o recebimento e averiguação de todos estes requisitos da matéria prima, as chapas, de 1200 mm x 2000 mm, são cortadas em chapas menores, de 210 mm x 210 mm, usando o corte via jato d'água (*Flow Waterjet*, M2c 2030). A Figura 10 exibe a usinagem por jato d'água durante o processo de corte das chapas.

Figura 10: Corte, por jato d'água, das chapas, resultando em chapas menores de 210 mm por 210 mm.

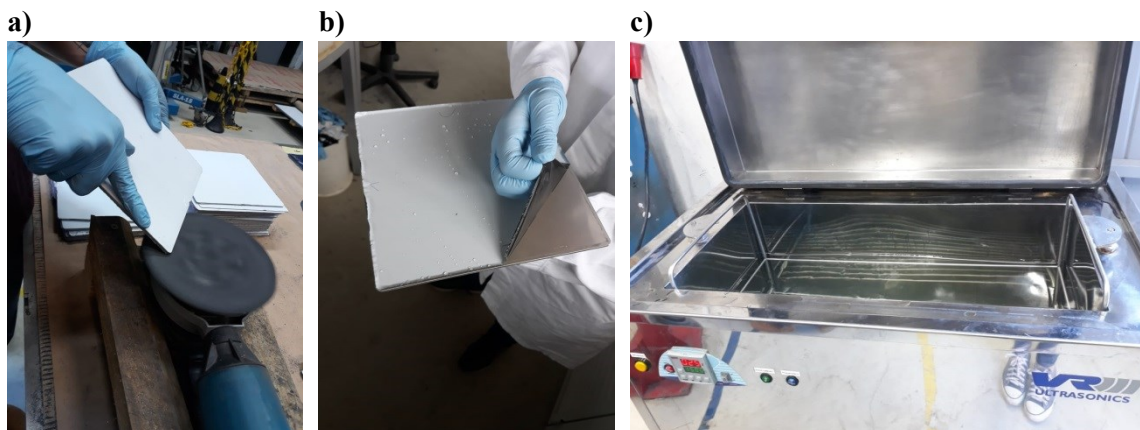


Fonte: Autora.

As chapas cortadas passam pela remoção manual das rebarbas no corte, usando uma lixadeira manual roto orbital (BOSCH, GEX 125-150 AVE *Professional*) com lixas de carbeto de silício (SiC) na granulometria de 100 mesh. Este processo é realizado com objetivo de eliminar as barreiras físicas presentes nas chapas, que podem prejudicar o contato inicial entre as superfícies que serão unidas. O processo de lixamento é demonstrado na Figura 11 (a).

Posteriormente, as películas protetoras de PVC são retiradas e as chapas passam pelo processo de limpeza em uma cuba de limpeza ultrassônica (VR *Ultrasonics*, VR-153TINHIS) por 15 minutos, em um banho contendo uma solução de água e detergente industrial desengraxante, conforme mostrado na Figura 11, em (b) e (c), respectivamente. Após estes processos, as chapas são secas com ar quente e armazenadas.

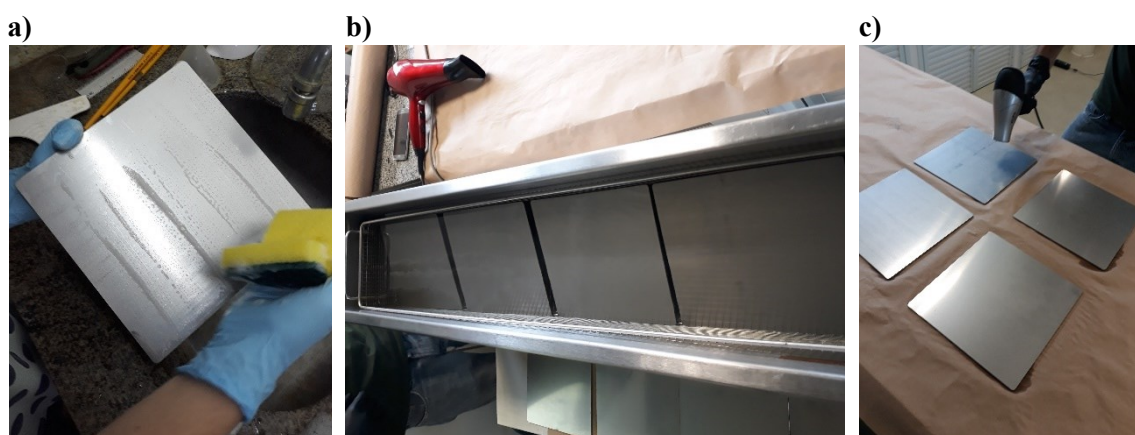
Figura 11: Etapas de preparação das chapas para o ciclo de união após o corte. Remoção de rebarbas relativas ao corte via jato d'água (a), retirada da película protetora de PVC (b) e banho ultrassônico de limpeza em água e detergente desengraxante (c).



Fonte: Autora.

Posteriormente a estas etapas iniciais, a preparação de um bloco a ser unido começa com a coleta das chapas de 210 mm x 210 mm já armazenadas, que passarão pela limpeza com água e detergente, seguido de ciclo na limpadora ultrassônica (Elma, *Transsonic* TP 1000H) em álcool etílico 96° GL por 10 minutos e secagem com ar quente.

Figura 12: Etapas de preparação das chapas para o ciclo de união. Lavagem das chapas com água e detergente (a), limpeza ultrassônica em álcool etílico (b) e secagem com ar quente (c).



Fonte: Autora.

Para o estudo do efeito da espessura e acabamento superficial nas características microestruturais e os seus respectivos comportamentos mecânicos, foram fabricados blocos unidos por difusão, conforme a combinações de parâmetros mostradas na Tabela 3. Desta maneira, o bloco nomeado como A é constituído por 37 lâminas usinadas de 3 mm de espessura, o bloco B é formado por 111 lâminas de 1 mm, ambos com acabamento de superfície 2B. O último bloco, o bloco C, foi fabricado com 111 lâminas de 1 mm e acabamento de superfície polido mecanicamente (PM).

Tabela 3: Características dos três blocos utilizados neste estudo.

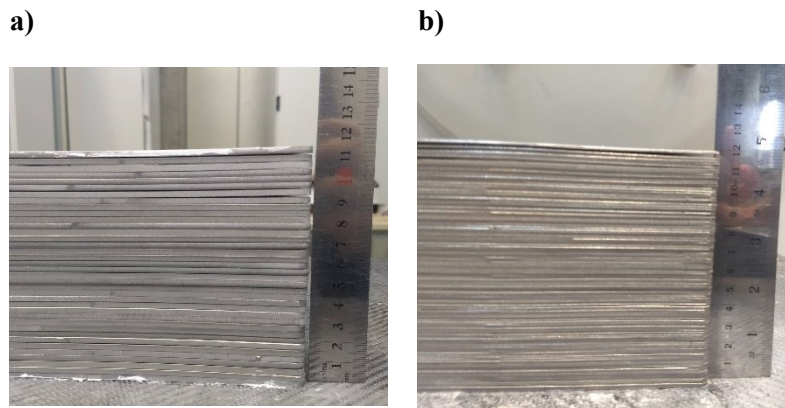
Bloco	Espessura	Acabamento	Nº de chapas
A	3 mm	2B	37
B	1 mm	2B	111
C	1 mm	PM	111

Fonte: Autora.

O número mínimo de chapas empilhadas utilizadas para compor um bloco foi escolhido de modo que os blocos possuíssem pelo menos 110 mm de altura, para que, após a união por difusão, fosse possível a remoção perpendicular de amostras a partir da superfície superior. As amostras foram empregadas em ensaios mecânicos de tração, devendo assim atender ao requisito do tamanho mínimo necessário para a usinagem adequada de corpos de prova de acordo com o padrão pré-estabelecido nos procedimentos

usados anteriormente, dentro deste projeto pelo LABTUCAL. A Figura 13 mostra o empilhamento de 37 chapas de 3 mm e de 111 chapas de 1 mm. Pode-se visualmente perceber as diferenças dos blocos formados por chapas com diferentes espessuras antes do ciclo de união.

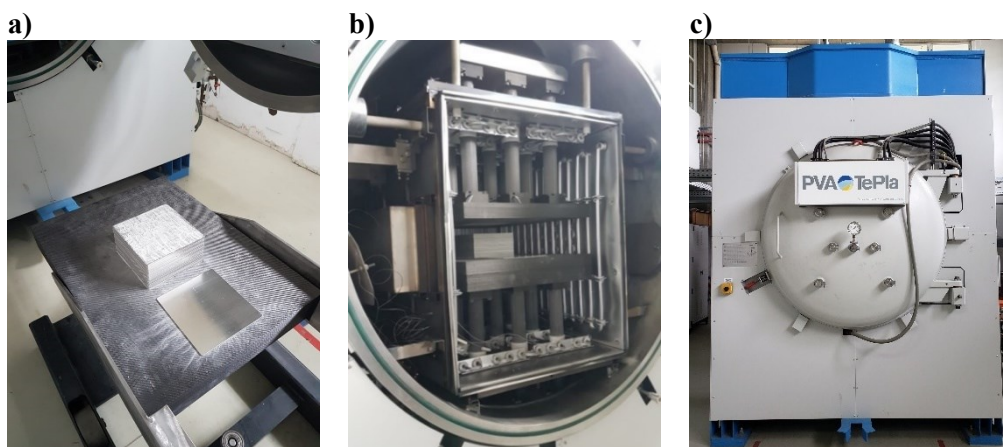
Figura 13: Detalhe do empilhamento de chapas na confecção dos blocos unidos por difusão com chapas de diferentes espessuras. Bloco de 37 chapas de 3 mm com acabamento 2B (a), Bloco B de 111 chapas de 1 mm com acabamento 2B, exemplificando os dois tipos de empilhamento.



Fonte: Autora.

Antes do empilhamento das chapas, estas foram limpas pela última vez com papel toalha e álcool isopropílico para remoção de qualquer poeira que possa ter contaminado a superfície durante o transporte das lâminas até a área próxima ao forno, onde a matriz gráfica está localizada. Finalmente o processo de montagem é realizado, com o empilhamento das placas de 210 mm x 210 mm diretamente na matriz do forno, centrando-se a primeira chapa do empilhamento na matriz. Cobre-se as superfícies das chapas que entram em contato direto com a matriz gráfica com uma suspensão de h-BN (nitreto de boro hexagonal) em aerossol (*Boron Nitride Extrusion*, 3M) para isolar a superfície da matriz de processos difusivos durante o ciclo térmico, evitando a contaminação por carbono. A Figura 14 (a) e (b) mostram as chapas empilhadas na matriz e já posicionadas no interior no forno antes do ciclo de união e em (c) o forno fechado pronto para o ciclo termomecânico.

Figura 14: Montagem do ciclo de união. Chapas empilhadas e posicionadas na matriz de grafite para o ciclo de união (a), matriz posicionada no interior do forno (b) e forno de ciclagem termomecânica já fechado preparado para o ciclo (c).



Fonte: Autora

O processo de união ocorre no forno-prensa (PVA Tepla, MOV 653HP) que atinge elevados níveis de vácuo durante a união, enquanto controla a temperatura e aplica a força de sujeição nas amostras por meio de uma prensa hidráulica. Os parâmetros de processamento utilizados em todos os ciclos são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4: Parâmetros de processamento utilizados para o processo de união por difusão.

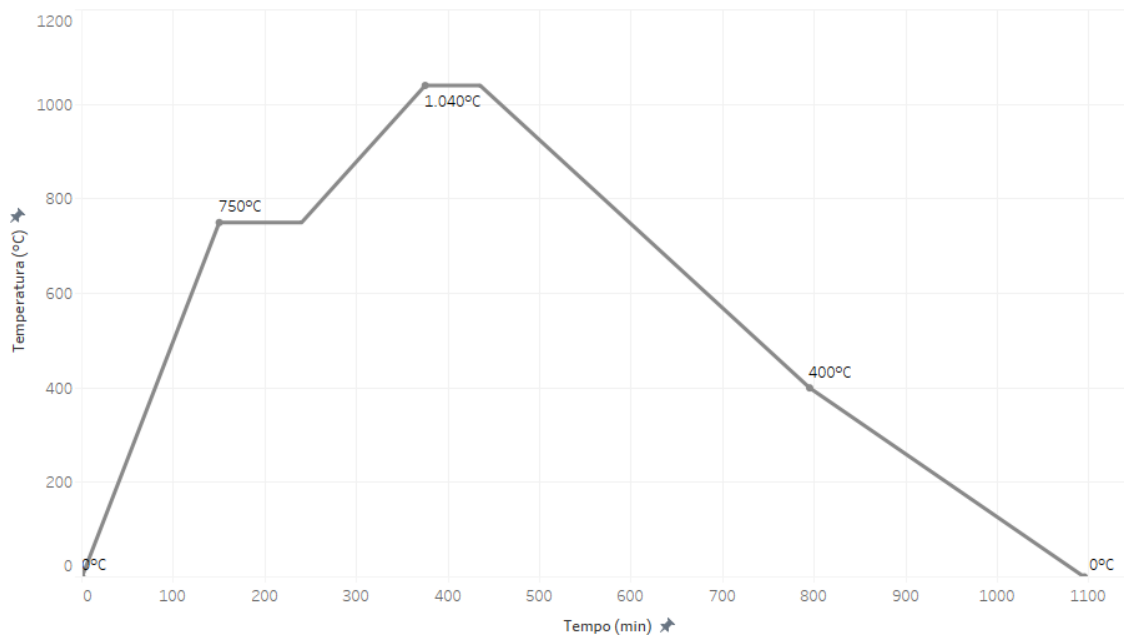
	Medida	Unidade
Tempo de patamar	60	minutos
Temperatura	1040	°C
Pressão aplicada	9,5	MPa
Pressão atmosférica	10^{-6}	mbar

Fonte: Autora.

O forno utilizado para este ciclo térmico baseia-se em dois termopares que controlam a temperatura durante o processo de união. O primeiro fica localizado livre dentro da câmara do forno, medindo a temperatura ambiente no seu interior e o segundo é inserido ao lado do bloco a ser unido, para controlar a sua temperatura, conforme procedimento já validado no laboratório. A Figura 15 mostra a curva do ciclo térmico, conforme inserido no software de controle do forno. Deste gráfico observa-se que a taxa de aquecimento, até atingir o primeiro patamar de temperatura, é de aproximadamente 4°C/min. Ao final deste patamar de 90 minutos de duração, espera-se a homogeneização da temperatura do bloco no nível de 750°C. Após esta etapa, a taxa de aquecimento é reduzida para cerca de 2°C/min, até atingir-se o patamar de união em 1040°C, que dura 60 minutos. O resfriamento ocorre em vácuo, a uma taxa calculada de cerca de 1,7°C/min até que o bloco atinja 400°C, momento em que o processo chamado *fastcooling* tem início, no

qual é injetado argônio na câmara do forno. Nesta etapa, a taxa de resfriamento é de $0,9^{\circ}\text{C}/\text{min}$, aproximadamente, gerando uma taxa de resfriamento geral de $1,2^{\circ}\text{C}/\text{min}$. O aquecimento e resfriamento do ciclo ocorre em taxas baixas porque que, na união por difusão, deve-se garantir a homogeneidade dos gradientes de temperatura em todas as etapas do ciclo térmico.

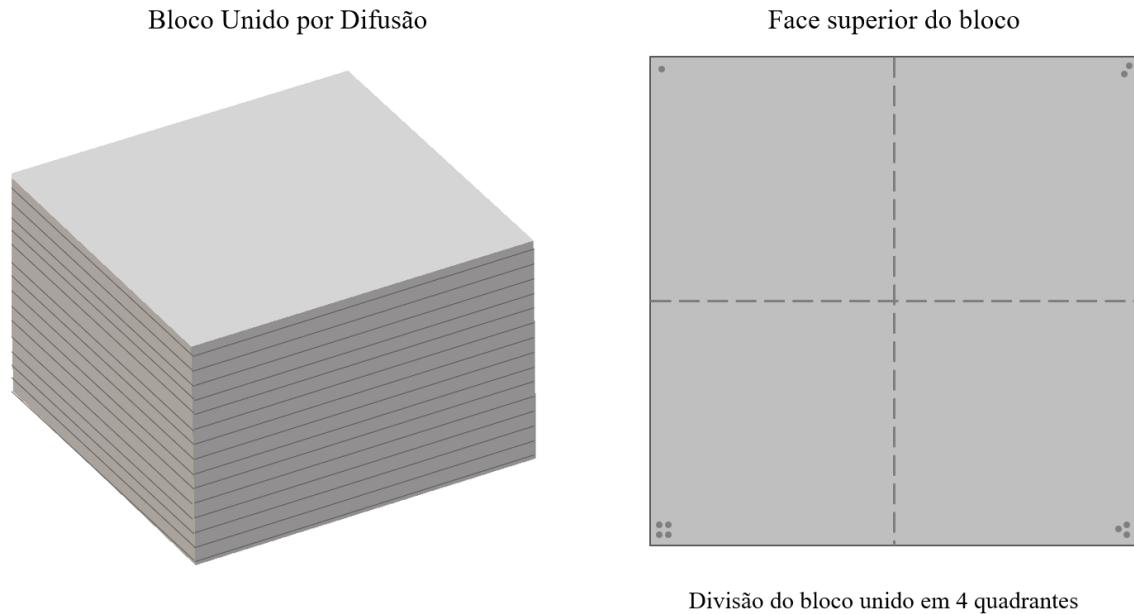
Figura 15: Gráfico que descreve a evolução da temperatura ($^{\circ}\text{C}$) no decorrer do ciclo de união em minutos.



Fonte: Autora.

Após o processo de união por difusão, o bloco produzido é segmentado em 4 quadrantes utilizando uma máquina de corte por serra fita (Franho, FM 500), para possibilitar um melhor manuseio do mesmo, devido ao tamanho e peso do bloco final. Além disso, o posicionamento na máquina de corte por jato d'água de peças menores é facilitada, Melhorando a qualidade geométrica das amostras a serem empregadas nas caracterizações mecânicas e microestruturais. A Figura 16 mostra um esquema do bloco partido em quadrantes.

Figura 16: Representação esquemática da posição de corte dos 4 quadrantes do bloco unido por difusão.



Fonte: Autora.

4.2.2. REMOÇÃO DAS AMOSTRAS

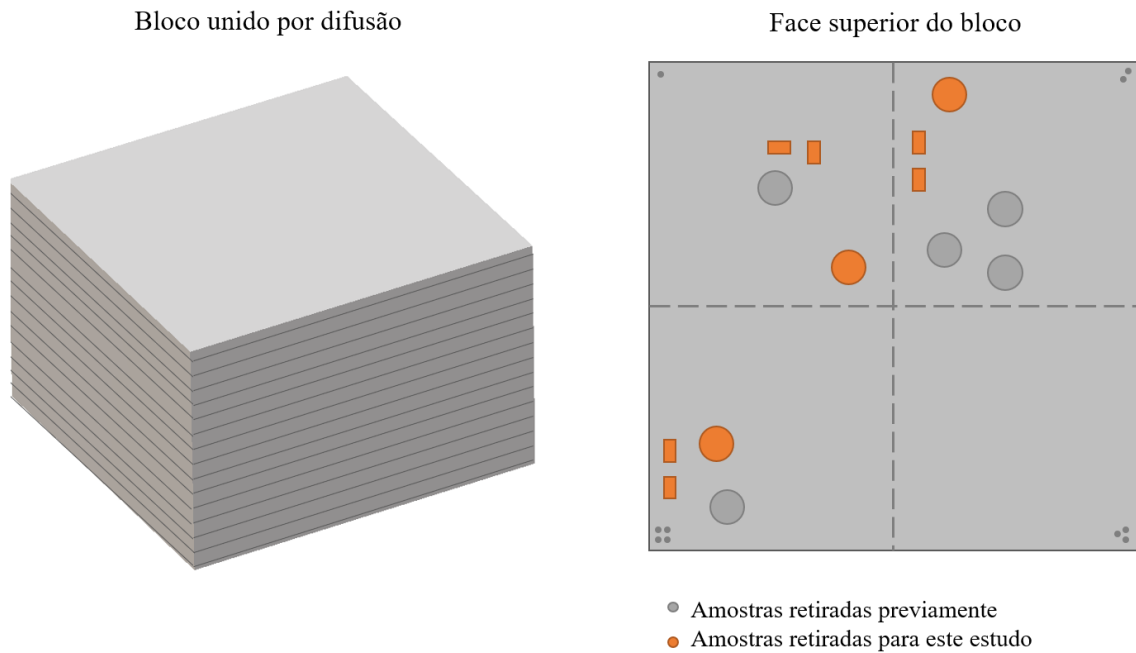
A remoção das amostras a partir dos blocos unidos por difusão é feita via jato d'água a partir da face superior dos blocos unidos, perpendicularmente às interfaces de união. Esta técnica permite que corpos de prova sejam retirados dos quadrantes do bloco sem destruir a sua estrutura.

Para a caracterização por análise de imagens foram retirados, de cada bloco, 6 corpos de prova de formato prismático e, para os ensaios mecânicos de tração, 3 corpos de prova cilíndricos, nas posições indicadas em laranja na Figura 17, usando-se os quadrantes 1, 2 e 4. As posições de retirada dos corpos de prova foram escolhidas em diferentes posições, sendo as amostras cilíndricas do quadrante 2 e 4 mais próximas a borda e a do quadrante 1 mais próximas ao centro do bloco. Da mesma maneira, as amostras para caracterização por imagens do quadrante 4 foram retiradas próximas à borda, e as do quadrante 1 e 2, na região intermediária entre o centro e a borda. Desta forma tem-se uma distribuição uniforme das amostras ao longo do bloco, aumentando a representatividade dos resultados.

A remoção das amostras para caracterização por ensaios mecânicos se deu em duas etapas: uma anterior ao desenvolvimento deste estudo e uma específica para as análises do presente trabalho. A primeira etapa ocorreu para o controle de qualidade das propriedades mecânicas, realizada no contexto do projeto Trocadif, em que cinco amostras foram

removidas do bloco, nas posições indicadas em cinza na imagem da Figura 17. A segunda foi realizada para complementar as análises anteriores e produzir superfícies de fratura que passariam por análise fractográfica, uma vez que o estudo anterior não contemplou este procedimento. As localizações das novas amostras são indicadas por círculos em laranja na Figura 17.

Figura 17: Esquema com a posição de retirada das novas amostras para os ensaios mecânicos (cilíndrico) e para a análise de imagens (prismático) em laranja e as posições já retiradas anteriormente, em cinza.



Fonte: Autora.

Os corpos de prova para análise de tração são cilíndricos, de aproximadamente 20 mm de diâmetro e 111 mm de altura, tamanho necessário para a usinagem para um diâmetro de 8,75 mm, tamanho padrão utilizado no laboratório segundo a norma ASTM A370. Já as amostras prismáticas para análise microestrutural têm 8 mm de comprimento por 5 mm de largura, também com 111 mm de altura, A Figura 18 (a) exibe um corpo de prova cilíndrico ensaio de tração e a Figura 18 (b) para caracterização microestrutural ambos após a remoção. A nomenclatura adotada para as amostras é apresentada na

Tabela 5.

Figura 18: Corpos de prova retirados dos blocos unidos por difusão. Corpo de prova para ensaio mecânico de tração (a) e corpo de prova para caracterização microestrutural (b).



Fonte: Autora.

Tabela 5: Lista de corpos de prova removidos dos blocos unidos por difusão para as análises microestruturais e ensaios mecânicos dos três quadrantes estudados com as suas respectivas nomenclaturas.

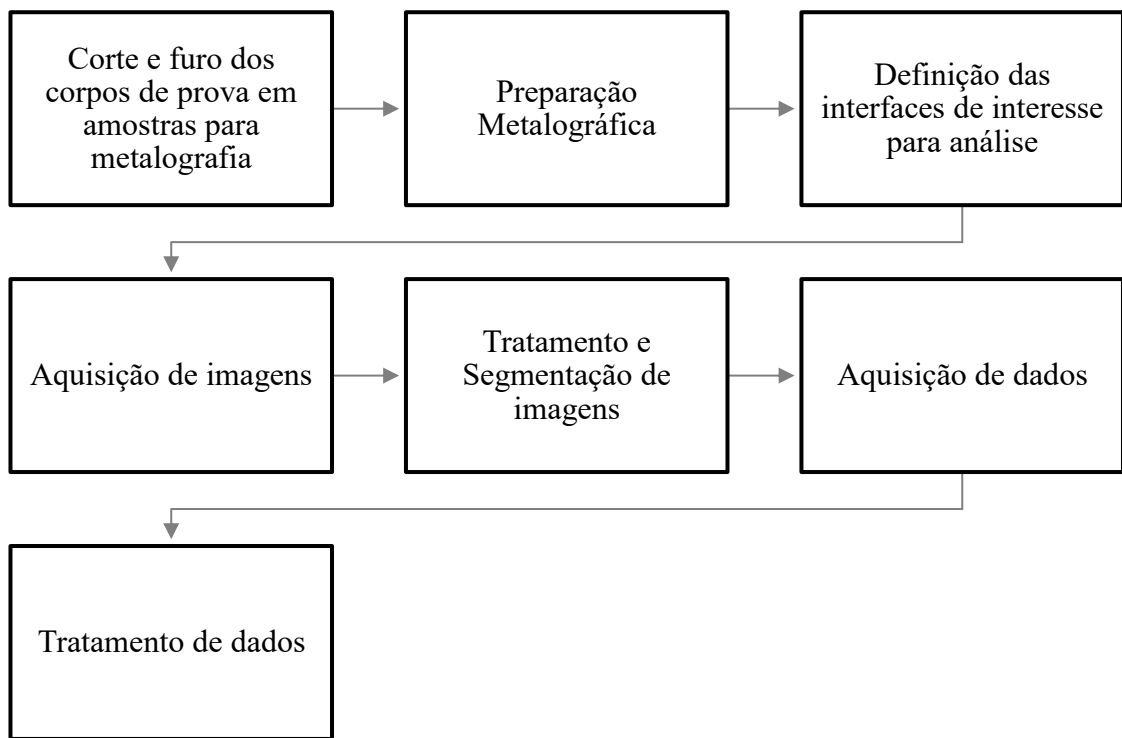
	Bloco A	Bloco B	Bloco C
Microestrutural	A1-a	B1-a	C1-a
	A1-b	B1-b	C1-b
	A2-a	B2-a	C2-a
	A2-b	B2-b	C2-b
	A4-a	B4-a	C4-a
	A4-b	B4-b	C4-b
Mecânico	A-Q1	B-Q1	C-Q1
	A-Q2	B-Q2	C-Q2
	A-Q4	B-Q4	C-Q4

Fonte: Autora.

4.3. CARACTERIZAÇÃO POR ANÁLISE DE IMAGENS

A caracterização por análise de imagens tem como objetivo medir os vazios provenientes da falta de contato entre as chapas durante o processo de união, por meio de micrografias da microestrutura resultante da união por difusão de cada bloco. A partir destas micrografias, as imagens adquiridas em Microscópio Óptico passam por um processo de tratamento e segmentação de modo a permitir que a *software* realize medições das características individuais dos vazios. O fluxograma da Figura 19 resume todas as etapas realizadas a partir dos corpos de prova prismáticos retirados dos blocos unidos por difusão para o processo de caracterização por análise de imagens.

Figura 19: Esquema com as etapas principais no processo de caracterização de vazios por análise de imagens.



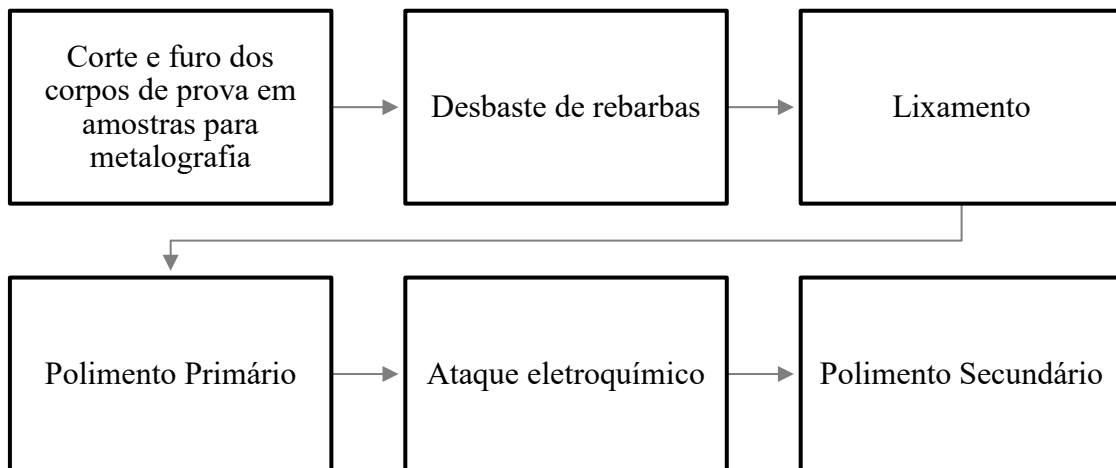
Fonte: Autora.

Todas as etapas mencionadas na Figura 19 foram padronizadas previamente, garantindo a reprodutibilidade e a precisão do processo.

4.3.1. PREPARAÇÃO METALGRÁFICA

A preparação metalográfica de amostras retiradas de blocos unidos por difusão seguiu a metodologia descrita no trabalho de HOLTZ, em 2020. Para verificar se esta metodologia atendia as melhores práticas, as seguintes normas técnicas sobre o tema foram consultadas: a ASTM E3 - *Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens*, a ASTM E7 - *Standard Terminology Relating to Metallography*, ASTM E768 - *Standard Guide for Preparing and Evaluating Specimens for Automatic Inclusion Assessment of Steel* e ASTM E407 - *Standard Practice for Microetching Metals and Alloys* (THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 1987, 2011, 2012, 2016). A ASTM E3 regulamenta os procedimentos na preparação metalográfica e a ASTM E7 a nomenclatura adequada destes processos. Também foi consultada a norma ASTM E768, que descreve a preparação metalográfica ideal a ser empregada em casos de análise de imagens de inclusões não metálicas utilizando uma politriz semiautomática. Devido à ausência desse tipo de equipamento no laboratório, os parâmetros descritos foram comparados aos utilizados na preparação metalográfica manual para verificar se todos eles seriam atendidos, mesmo que parcialmente. A norma ASTM E768 deixa claro que, para além de seguir os padrões pré-estabelecidos, cada laboratório deve definir seus procedimentos experimentalmente de acordo com o material em análise, a prática desenvolvida para esta análise no LABTUCAL atende a esta recomendação. Finalmente, a norma ASTM E407 também foi estudada para definir os procedimentos de ataque químico. Dessa maneira, pode-se afirmar que todo o processo empregado neste trabalho possui lastro em procedimentos descritos dentro de um padrão metodológico e que, por isso, poderiam ser padronizados na forma de uma metodologia específica para análise de imagens de aços inoxidáveis austeníticos unidos por difusão. A Figura 20 descreve o procedimento geral adotado na preparação metalográfica destas amostras na forma de fluxograma.

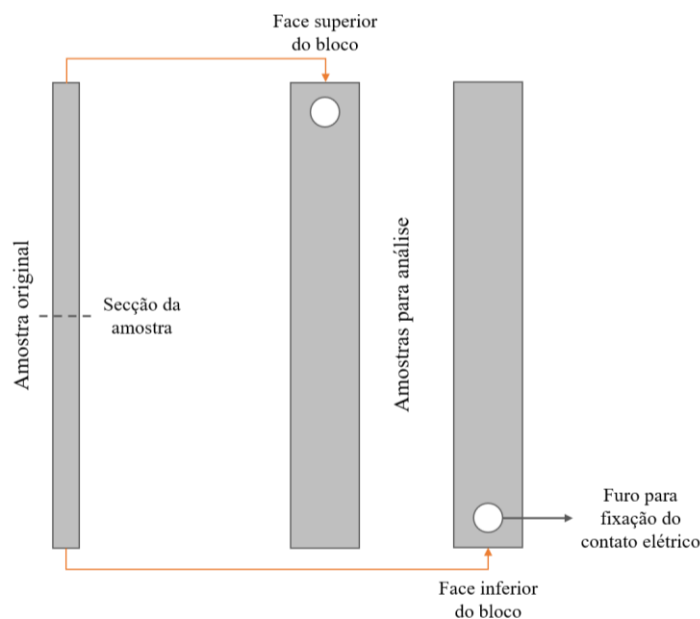
Figura 20: Fluxograma com as etapas envolvidas na preparação metalográfica das amostras para análise de imagens.



Fonte: Autora.

Assim, o processo de preparação tem início após a remoção das amostras a partir dos blocos. Estas são cortadas em duas partes no sentido vertical, a fim de facilitar o manuseio durante a preparação metalográfica. Em seguida são realizados furos nas extremidades correspondentes à parte superior e inferior das amostras, procedimento necessário para a fixação das amostras no contato elétrico do equipamento de ataque eletrolítico, o qual é realizado posteriormente. Os furos são executados utilizando uma furadeira de bancada com uma broca de parafuso de 3 mm de diâmetro, seguido pelo processo de rosqueamento interno, de modo a garantir a fixação do parafuso da bancada de ataque eletrolítico. O esquema de segmentação das amostras depois desta etapa é apresentado na Figura 21:

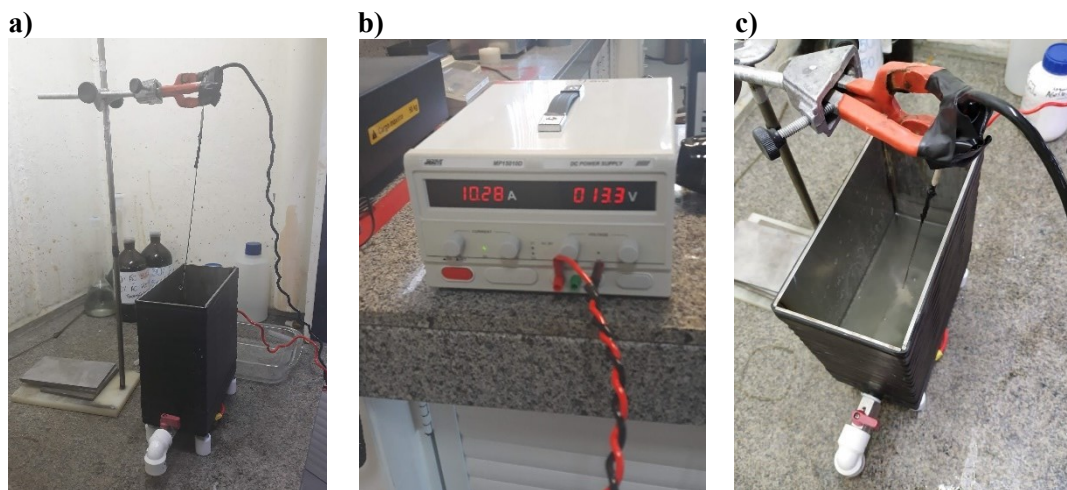
Figura 21: Representação esquemática das amostras antes de passar pela preparação metalográfica.



Fonte: Autora.

Depois das amostras devidamente usinadas, estas são desbastadas para facilitar o manuseio, uma vez que a preparação metalográfica é realizada sem embutimento. Inicia-se pelo processo de lixamento, empregando-se na sequência, lixas de carbetto de silício (SiC) de 80, 200, 400, 600, 1200, 1500 e 2000 meshes. Em seguida, é feito o polimento mecânico manual, utilizando pasta de diamante de 3 e 1 μm , por aproximadamente 3 e 1,5 min., respectivamente. Tanto as granulometrias de lixamento e polimento quanto os tempos de execução estão de acordo com o procedimento citado na norma ASTM E768. O ataque eletrolítico é realizado em um dispositivo fabricado no próprio laboratório, que consiste em uma cuba de inox, que atua como cátodo no sistema, ligado ao polo negativo da fonte de energia, e a amostra, que atua como o ânodo, ligada ao polo positivo, sendo fixada pelo furo rosqueado mencionado na Figura 21. A solução eletrolítica usada no ataque, é composta de 10% de ácido oxálico e água destilada, no qual as amostras foram submetidas a uma corrente de cerca de 10 A por 30 segundos. Este procedimento de ataque está conforme ao descrito na norma ASTM E407 de metodologia de ataque químico para ligas metálicas. A Figura 22 mostra o equipamento utilizado nesta etapa e a amostra posicionada no interior da solução.

Figura 22: Equipamento usado no ataque eletrolítico. Cuba e haste utilizadas para posicionamento das amostras e contato elétrico (a), fonte de corrente elétrica (b) e amostra dentro da solução ácida durante o processo de ataque (c).

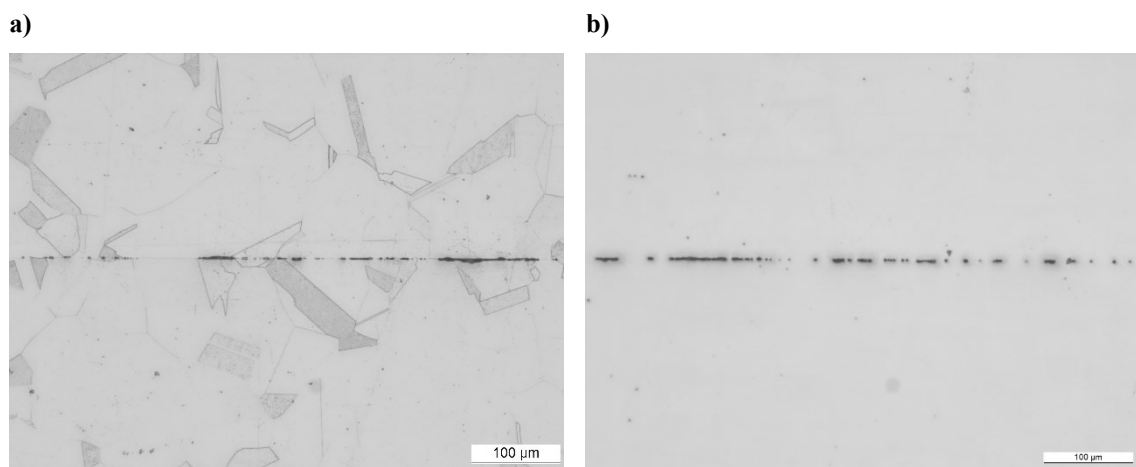


Fonte: Autora.

Em trabalhos anteriores, as imagens foram analisadas após esta etapa de ataque eletrolítico. Este ataque revela a microestrutura e os contornos de grão de maneira bem uniforme e com bastante nitidez. Porém, nas etapas posteriores, em que é feita a segmentação da imagem por *software*, estes elementos microestruturais podem atrapalhar a identificação dos vazios na interface. Por esta razão, acrescentou-se um procedimento de

polimento extra depois do ataque, identificado como polimento secundário, que atua de modo a eliminar microconstituintes como contornos de grão e maclas, e deixar apenas as descontinuidades resultantes do processo de união por difusão. Este processo foi executado da mesma forma que o primeiro: polimento manual com pasta de diamante de 3 e 1 μm , por aproximadamente 3 e 1,5 min, respectivamente. Na Figura 23 tem-se um exemplo de duas micrografias da mesma amostra, uma após o ataque eletrolítico e outra com a etapa de polimento posterior, demonstrando como os defeitos finais são o elemento mais evidente na imagem dessa maneira.

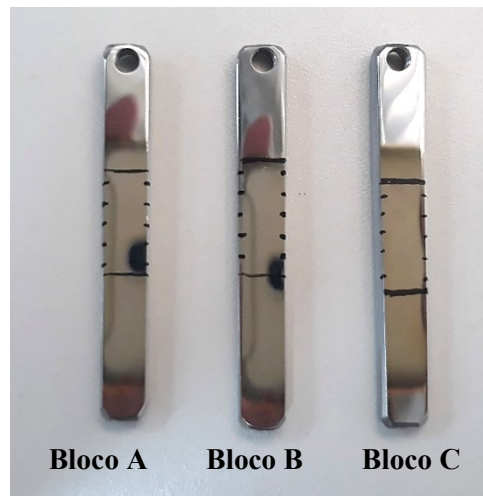
Figura 23: Micrografias da mesma amostra (Bloco A) em 200x, (a) após o ataque eletrolítico e (b) após o segundo polimento mecânico.



Fonte: Autora.

Após a preparação metalográfica foram marcadas com caneta permanente as cinco interfaces a serem analisadas em cada uma das amostras, de modo a garantir que todas as linhas de união estivessem na mesma região na amostra. No caso das amostras do bloco B e C, que são formadas de chapas de 1 mm, buscou-se analisar amostras em regiões equivalentes em termos de altura de empilhamento às do bloco A, de chapas de 3 mm. Na Figura 24 evidencia-se o resultado final das amostras preparadas e devidamente marcadas antes de serem levadas ao MO para a fase de aquisição de imagens.

Figura 24: Amostras prontas para a aquisição de imagens após a preparação metalográfica, referentes a cada bloco.



Fonte: Autora.

4.3.2. AQUISIÇÃO DE IMAGENS

Foi calculada a quantidade mínima de imagens necessárias para que a análise em cada um dos blocos fosse representativa. Em trabalhos anteriores em que este tipo de abordagem foi adotada (HOLTZ, 2020), utilizou-se 70 imagens de cada bloco em um aumento de 200x, concluindo-se que seria necessário um aumento maior para a caracterização de forma dos defeitos, assim como um grupo amostral com mais imagens, pela alta dispersão dos resultados observada. Por esta razão, buscou-se normas que abordassem técnicas de caracterização por análise de imagens, que pudessem ser aplicadas ao caso de defeitos remanescentes da união por difusão, de forma a dar suporte à escolha do número de imagens a serem utilizadas nesse estudo. As normas que regulamentam procedimentos de análise por imagens de partículas ou inclusões puderam ser utilizadas em parte, com um direcionamento, uma vez que visam a caracterização individual de partículas e inclusões na imagem, sendo aplicada no presente caso a caracterização dos defeitos.

Dessa forma, as normas principais consultadas nesta etapa foram a ASTM E45 - *Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel* e a ASTM E1245 - *Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis* (THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 1999, 2006).

A norma ASTM E45 descreve o método de análise para a caracterização e quantificação de inclusões não metálicas em aços, tanto por métodos macroscópicos quanto

por métodos microscópicos. Nela, são detalhados os requisitos para as análises microscópicas, que são usados para caracterizar o tamanho, distribuição, número e tipo de inclusões em amostras com a superfície polida, utilizando um microscópio óptico de luz refletida (THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 2006).

Já a norma ASTM E1245, descreve as melhores práticas e procedimentos para a identificação e quantificação de inclusões (ou outros tipos de segunda fase discreta) por análise de imagens, para descrição de suas características e morfologia (THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS, 1999). A norma também cita que vazios na microestrutura resultantes do processo de solidificação ou outros processos metalúrgicos possuem aspectos parecidos com óxidos dispersos na matriz e que também podem ser medidos segundo a ASTM E1245, o que se adequa bem as características das descontinuidades remanescentes do processo de união.

Para a determinação da quantidade de imagens necessárias para a quantificação adequada dos vazios na interface de união, utilizou-se o mínimo campo de análise de acordo com a norma ASTM E45 (ou seja, a área útil abrangida na aquisição de imagens) de 160 mm², contendo 30 imagens em 100x. Como já mencionado, no estudo anterior, foi concluído que imagens em 200x não apresentavam aumento suficiente para caracterização de forma e tamanho dos defeitos de união por difusão, pois os mesmos apresentavam-se muito pequenos, o que dificultava a identificação da forma e tamanho. Assim definiu-se para a presente análise de imagens, um aumento de 500x.

Para adaptar os valores de área apontados na norma (em 100x) para imagens em 500x, utilizou-se as imagens obtidas com ampliação de 100x do microscópio óptico com as mesmas configurações de parâmetros de luz e imagem usadas anteriormente e calculou-se a área de 1 imagem usando a conversão de pixels para milímetros. Posteriormente, foi calculado quanto seria a área total para 30 imagens, ou seja, a área mínima a ser analisada segundo a norma ASTM E45, resultando em 35,4 mm². Da mesma forma, utilizando a escala referente às imagens em 500x, e a área real de 1 imagem, obteve-se a quantidade de imagens em 500x necessárias para cobrir a mesma área efetiva, de 763 imagens. Estes cálculos e valores são apresentados na Tabela 6.

Tabela 6: Cálculos de área analisada e número de imagens baseados na norma ASTM E45.

Barra de Escala 100x		Escala em px
px	mm	px/mm
204	0.2	1020
E45 para 1 amostra em 100x		
Área de 1 imagem (mm²)		1.18
Campo de análise total (mm²)		160
Nº de imagens de análise		30
Área efetiva de imagens¹ (mm²)		35.4
Barra de Escala 500x		Escala em px
px	mm	px/mm
257.25	0.05	5145
Adaptação da E45 para 500x		
Área de 1 imagem (mm²)		0.05
Área efetiva de imagens (mm²)		35.4
Nº de imagens de análise²		763
Total de amostras³		12
Nº de imagens analisadas⁴		900
Imagens por interface⁵		15
Interfaces por bloco		60

Fonte: Autora.

A partir desta quantidade de imagens calculada e para a facilitar a distribuição destas imagens pelas 6 amostras retiradas dos blocos, arredondou-se o valor para 900 imagens por bloco. Levando-se em consideração a área útil de cada uma das amostras preparadas metalograficamente, seria possível utilizar menos amostras, porém optou-se por distribuir a aquisição de imagens em mais amostras para que o resultado abrangesse o bloco como um todo.

Dado o exposto acima, considerando o campo de análise de uma amostra como a área delimitada manualmente na Figura 24, coberta na largura de 15 imagens em 500x (4,18 mm) e o comprimento de 6 chapas de 3 mm ou 18 chapas de 1 mm, o campo de análise de uma amostra é de 75,3 mm². Uma vez que cada bloco tem 12 metades de amostras utilizadas, o campo de análise total de cada bloco seria de 903,3 mm², que atende ao campo mínimo de análise citado na norma ASTM E45. Finalmente, distribuiu-se a

¹ Cálculo para a área efetiva de imagens: Área de 1 imagem (mm²) x Nº de imagens de análise

² Cálculo do Nº de imagens de análise em 500x: Área de 1 imagem (mm²) / Área efetiva de imagens (mm²)

³ Cada metade das amostras prismáticas retiradas dos blocos unidos por difusão são consideradas uma amostra na aquisição, sendo assim 12 para cada um dos 3 blocos

⁴ Nº de imagens analisadas foi arredondado a partir do valor de 763 para 900 com objetivo de facilitar a divisão do número de imagens adquiridas por amostra

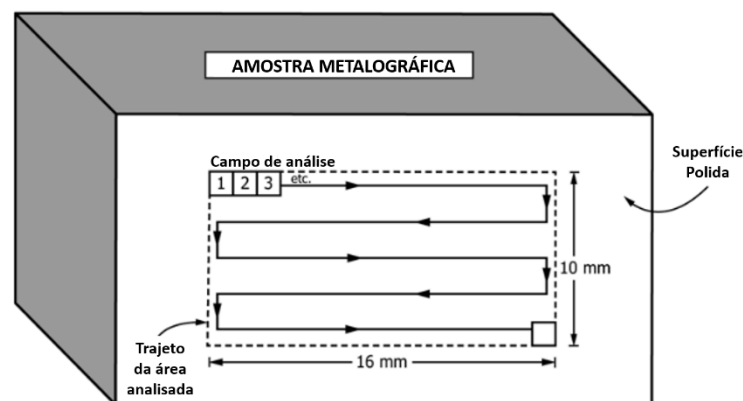
⁵ Quantidade de imagens foi estabelecida experimentalmente no aumento de 500x de acordo com o tamanho das amostras

aquisição em 5 linhas de união para cada amostra, sendo cada interface composta por 15 imagens, totalizando 60 interfaces analisadas por bloco (distribuindo-se 5 linhas por 12 amostras) e 75 imagens por amostra.

Sucessivamente, a aquisição de imagens foi realizada inteiramente em Microscópio Óptico, utilizando-se sempre as mesmas configurações do equipamento (Leica, DM4 P) mantendo-se desde a intensidade de luz, abertura da câmera, lentes até as definições de saturação e coloração disponíveis no aparelho. Dessa forma, assegurou-se a total reprodutibilidade das condições de luz e contraste para todas as amostras.

O método para a realização da aquisição das imagens também teve como base a norma ASTM E45 e é apresentado na Figura 25. Como é possível observar, ele descreve o campo de análise e a sequência com que as imagens devem ser adquiridas, de modo a aproveitar bem o campo analisado.

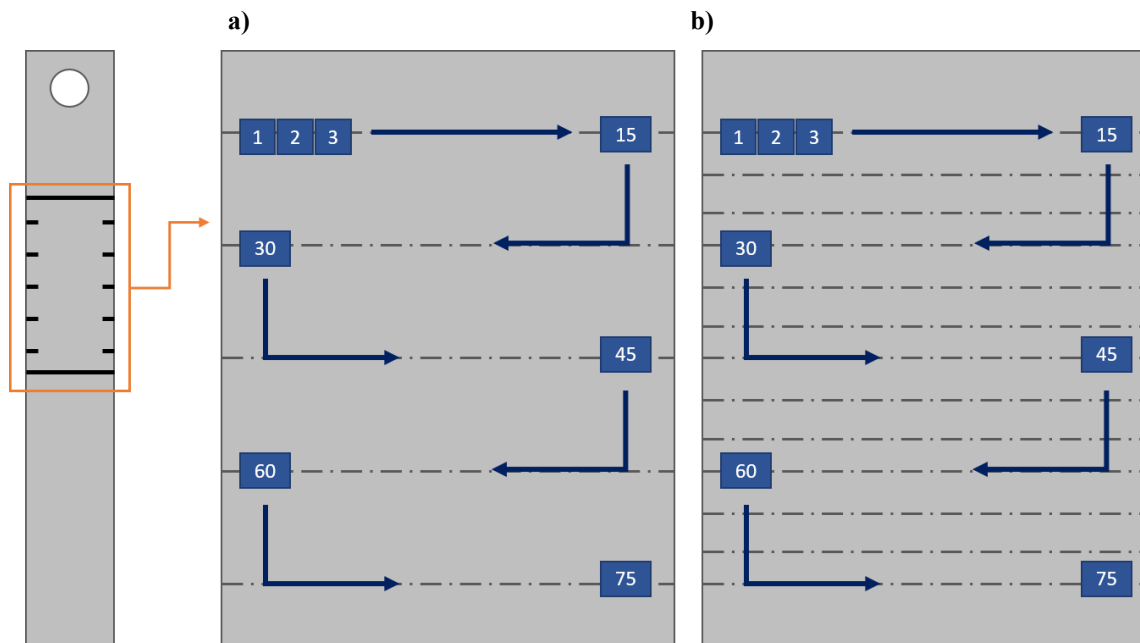
Figura 25: Esquema da sequência de aquisição de imagens sugerido pela norma ASTM E45.



Fonte: Adaptada de ASTM E45 , 2006.

Na Figura 26 é apresentada a adaptação da metodologia da norma ASTM E45 para as amostras unidas por difusão. Desta forma, buscou-se que a sequência de imagens adquiridas fosse a mesma que a citada em norma, porém sempre utilizando uma linha de união como base destas imagens. No caso das amostras retiradas do bloco composto de chapas de 3 mm 2B, o bloco A, o campo de análise utilizado já continha as 5 interfaces de união necessárias para a aquisição das 75 imagens, conforme a Figura 26 (a). Porém, no caso das amostras compostas de chapas de 1 mm, tanto com acabamento 2B, quanto PM (Bloco B e C), o mesmo campo selecionado continha mais interfaces. Para que a aquisição fosse o mais reprodutível possível, a sequência de aquisição foi realizada a cada duas 3 linhas, para que a distância entre cada linha fosse sempre a mesma, como o esquema da Figura 26 (b) apresenta.

Figura 26: Sequência de aquisição de imagens no campo analisado de uma metade de amostra. Distribuição das linhas analisadas em cada amostra no bloco de chapas de 3 mm (a) e nos blocos de chapas de 1 mm (b).



Fonte: Autora.

O procedimento apresentado na Figura 26 foi adotado para a obtenção de imagens de todas as 12 amostras em cada um dos 3 blocos unidos por difusão, totalizando 36 amostras analisadas e 2700 imagens adquiridas.

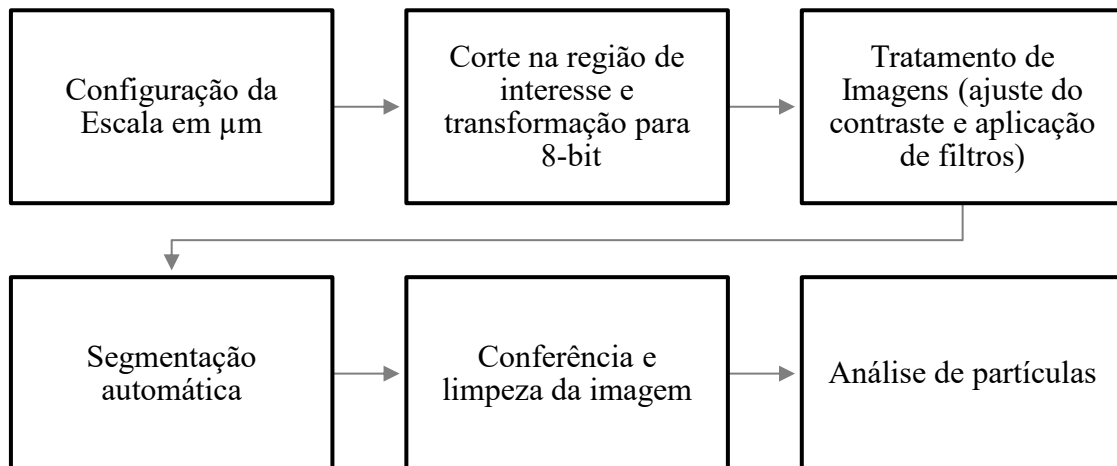
4.3.3. TRATAMENTO E SEGMENTAÇÃO DE IMAGENS

A partir das imagens obtidas em MO de acordo com os procedimentos, iniciou-se o tratamento de imagens para que estas estivessem adequadas para a extração das informações dos defeitos das interfaces de união. Todo o tratamento, segmentação e aquisição de dados foi realizado utilizando o *software* aberto FIJI, que é um pacote de processamento de imagens distribuído pela *ImageJ*, o qual possui uma série de *plugins* instalados, a fim de facilitar análises de imagens de cunho científico (SCHINDELIN et al., 2012). Dessa forma, o *software* possui todas as ferramentas adequadas para este tipo de análise e é amplamente usado para caracterizações de forma de partículas e poros (procedimentos que podem ser correlacionados na metodologia utilizada no caso dos defeitos de união por difusão neste trabalho).

As imagens foram tratadas em lotes e de forma automática pelo *software*, sendo que cada lote consistiu de uma linha de união contendo 15 imagens. Ademais, todas as imagens de cada lote foram tratadas por meio da ferramenta de visualização de sequência de imagens do *ImageJ*. Dessa forma, buscou-se mais agilidade no tratamento das imagens,

porém sem perder o controle individual das mesmas, sempre realizando-se a comparação entre as imagens originais e as tratadas. A sequência geral de passos empregados nesta etapa do tratamento de imagens é apresentada na Figura 27:

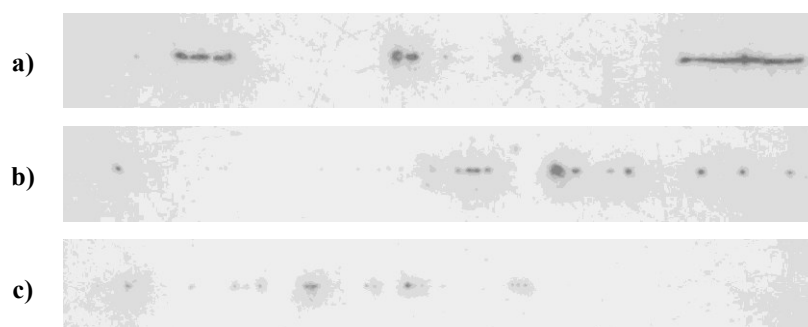
Figura 27: Fluxograma das etapas de tratamento de imagens.



Fonte: Autora.

O tratamento das imagens consiste na aplicação de filtros, já presentes no *software*, com objetivo de evidenciar e aumentar a definição das descontinuidades presentes nas interfaces de união. Devido à grande diferença de tamanho e contraste dos defeitos resultantes de cada um dos blocos analisados, a dificuldade desta etapa consistiu em obter uma equivalência dos resultados para as três condições analisadas. Um exemplo dessa diferença de tamanho e contraste dos vazios da interface entre os blocos A, B e C é demonstrado na Figura 28.

Figura 28: Exemplo de uma interface de união de cada bloco para exemplificar a diferença de contraste entre os defeitos de cada uma. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).



Fonte: Autora.

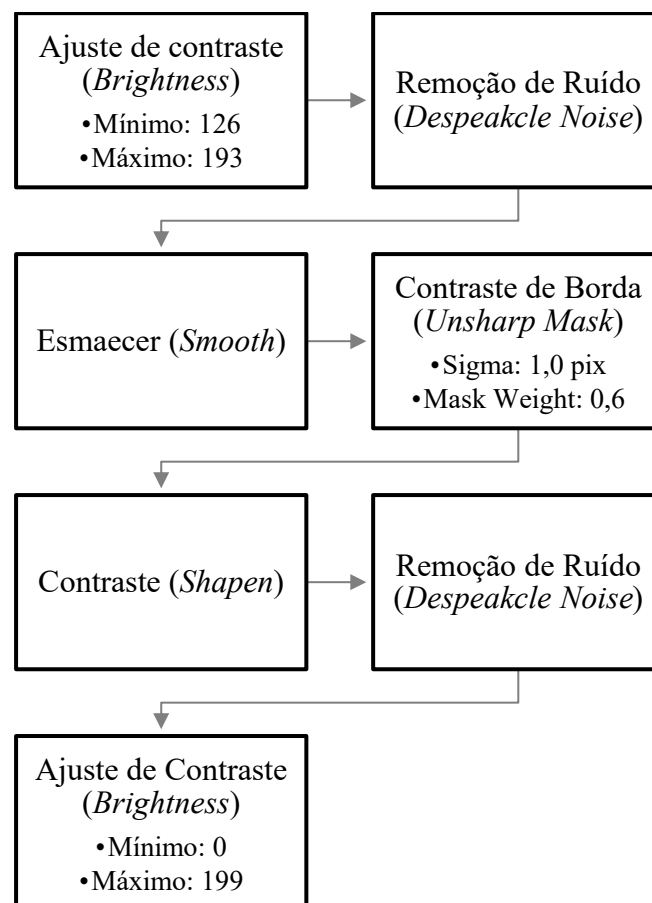
Como é possível observar na Figura 28 (a), o bloco A possui descontinuidades bem evidentes na interface ainda antes de passar pelo processo de tratamento das imagens, e já no caso dos blocos B e C, Figura 28 (b) e (c), estes defeitos são menores, mais arredondados

e aparecem menos em relação à matriz. Ademais, pode-se inferir que, com base nestas imagens-exemplo, que haverá dispersão de resultados, pois dentro de uma mesma linha de união analisada a quantidade e forma dos defeitos observados varia muito, o que também prejudica a uniformização das imagens geradas ao final do processo de tratamento.

Devido a esta dificuldade de homogeneização do tratamento das imagens, focou-se em manter a forma e tamanho nos defeitos maiores e naturalmente mais escuros em relação à matriz, uma vez que estes representam maior risco de prejudicar as propriedades mecânicas da união. Assim, sabe-se que os menores defeitos medidos pelo *software* não apresentam a qualidade adequada para identificação de forma e tamanho, sendo usados critérios de resolução no tratamento de dados para excluí-los das análises.

Após esta etapa, o tratamento pela aplicação de filtros é realizado na imagem seccionada na região de interesse, na sequência descrita na Figura 29.

Figura 29: Sequência de filtros aplicados para o ajuste de contraste e nitidez das imagens.



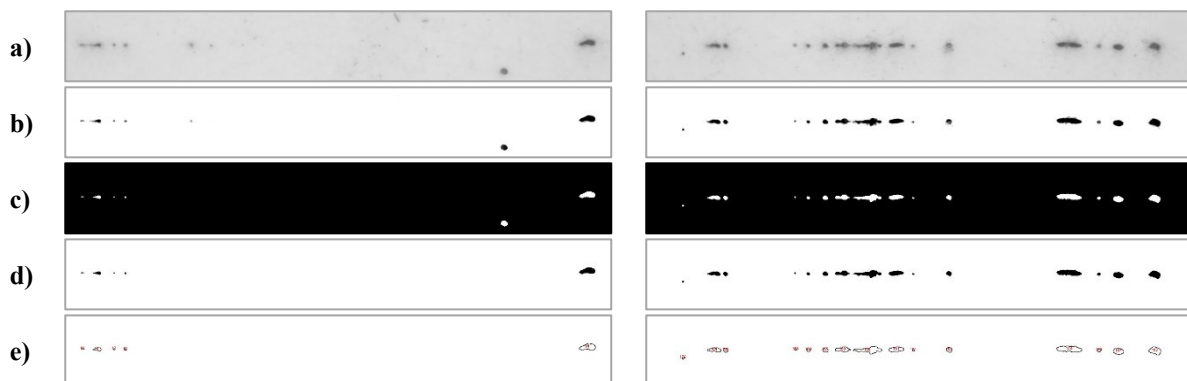
Fonte: Autora.

As imagens resultantes de cada etapa do tratamento podem ser observadas na Figura 30, tendo-se inicialmente a imagem seccionada e alterada para o padrão de 8-bit na Figura

30 (a). Após a aplicação da sequência de filtros e ajustes de imagens (ver Figura 29), a imagem final é mostrada na Figura 30 (b), na qual é realizada a segmentação, pelo processo de binarização das imagens, utilizando a função *Threshold* na opção *Default* do *ImageJ*. Esta função irá escolher o nível de cinza adequado para a segmentação das imagens sendo tratadas individualmente, de acordo com o nível de cinza geral de cada imagem. Dessa forma, após a segmentação, apenas duas fases existem na imagem: a matriz (em preto) e os vazios da interface (em branco), conforme a Figura 30 (c).

Dando continuidade, as imagens são comparadas uma a uma com as imagens originais, tendo como objetivo a remoção de possíveis inclusões ou outros microconstituintes que tenham sido identificados como defeitos após a segmentação. Nesta operação, as imagens são manipuladas manualmente e então a binarização é invertida, deixando a matriz em branco e as discontinuidades em preto, como é mostrado na Figura 30 (d). Finalmente, é aplicada a função *Analyze Particles*, que identifica cada defeito como um objeto e lista suas características individualmente, tais como área, diâmetro de Feret, circularidade e outros. Esta função necessita que a imagem esteja de acordo com a Figura 30 (d) para identificar corretamente estes objetos, por isso é feita a conversão da imagem binarizada original para esta com a matriz em branco e os defeitos em preto. Desta forma, é gerada uma lista enumerando cada defeito individual com todas as medidas relativas aos mesmos e ainda a sequência de imagens, evidenciando os contornos dos defeitos medidos com as suas respectivas numerações, como um tipo de gabarito dos objetos medidos, conforme mostrado na Figura 30 (e).

Figura 30: Exemplo de duas imagens passando por todas as etapas de tratamento de imagens. Imagens já seccionadas em 8-bit (a), após as mudanças de contraste e aplicação de filtros (b), imagens depois da segmentação automática (c), após a limpeza e conferência da imagem (d) e resultado de análise de partículas (e).



Fonte: Autora.

A partir das informações obtidas, é possível correlacionar a forma das discontinuidades encontradas nas interfaces de união com os estágios metalúrgicos de

união pelo qual passaram, já que o resultado final esperado do processo de união por difusão é que não existam vazios esféricos e dispersos pela interface. Assim, investigando a maneira de distribuição da presença de vazios pelo seu tamanho e forma, avalia-se os diferentes comportamentos da presença de defeitos entre os diferentes blocos e a sua influência no comportamento dos ensaios mecânicos. Dessa maneira, tem-se a hipótese que os blocos que apresentarem maior número de defeitos e de intensidade destes defeitos (vazios de maiores dimensões e com parâmetros de forma menos próximos a uma esfera) apresentem comportamentos menos dúcteis do que aqueles com vazios menores, com formas próximas a esfera e com uma quantidade menor de defeitos dispersos pela interface.

4.4.4 TRATAMENTO DE DADOS

O tratamento de dados foi realizado utilizando os dados extraídos das imagens a partir das tabelas de informações geradas no *plug-in Analyze Particles*, conforme citado anteriormente no tópico 4.3.3. O primeiro passo foi reunir todos os arquivos em formato *.txt* relativos a cada bloco para compor todo o volume de dados referente a cada condição analisada, uma vez que todas estas imagens compõem o grupo amostral de um bloco e não serão avaliadas individualmente.

Posteriormente, avaliou-se como contornar o problema de definição de pequenos defeitos observados principalmente nas amostras referentes ao bloco C, de chapas de 1 mm com acabamento PM, conforme exemplificado na Figura 28 (c). Para tal, buscou-se uma maneira já referenciada de se determinar uma relação entre tamanho de partícula (no caso vazios referentes à união por difusão) e a resolução da imagem em pixel, para que fosse possível excluir estes resultados de defeitos muito diminutos devido à baixa resolução, porém sem prejudicar os resultados. A primeira tentativa foi apurar em normas técnicas sobre análise de imagens resoluções mínimas para caracterização de poros ou partículas, ou ainda uma relação entre o tamanho do pixel e as partículas medidas.

A primeira norma consultada foi a ASTM E45, uma vez que esta descreve procedimentos que são empregados na aquisição e análise de imagens deste trabalho. Esta norma não descreve em muitos detalhes parâmetros de resolução que possam ser aplicados neste caso, a informação mais relevante encontrada sobre a resolução das imagens analisadas, é a necessidade de uma resolução mínima de 1 mm/pixel ou melhor. Assim, conforme já apresentado na Tabela 6, as imagens em 500x têm relação de 5145 pixels para cada milímetro, resultando numa resolução de 0,19 $\mu\text{m}/\text{pixel}$, resolução que atende ao

requisito estabelecido em norma, mas não soluciona o problema das partículas com resolução baixa.

Em seguida consultou-se a norma BS ISO 13322-1 - *Standards Publication Particle size analysis – Image analysis methods Part 1: Static image analysis methods*, que discorre sobre a necessidade de se avaliar a relação entre o número de pixels e o tamanho das partículas analisadas, uma vez que os resultados obtidos para cada partícula individualmente podem ser bastante afetado por este fator (THE BRITISH STANDARDS INSTITUTION, 2014). Entretanto, a norma não apresenta nenhuma relação entre o tamanho das partículas e a resolução da imagem em pixels. A norma menciona apenas que, ao adquirir as imagens com os parâmetros corretos de iluminação, aumento da lente e campo de visão, as partículas observadas devem ter pixels suficientes para sua caracterização.

Outra norma analisada foi a BS ISO 13322-2 - *Particle size analysis – Image analysis methods – Part 2: Dynamic image analysis methods*, em que é citado que a resolução teórica mínima de objetos utilizando análise de imagens é de 1 pixel. Além disso, a contagem das partículas deve ser individual, com resolução máxima de 1 pixel (THE BRITISH STANDARDS INSTITUTION, 2006). Também recomenda que as análises sejam realizadas convertendo os valores de pixel para uma unidade de medida quantitativa. Este procedimento já havia sido empregado, uma vez que, neste trabalho, adota-se a conversão de pixel para milímetro ou micrometro.

Portanto, ambas as normas BS ISO 13322 1 e 2 também não trouxeram uma indicação específica que solucionasse o problema dos vazios medidos com baixa resolução, pois o objetivo de se remover estes defeitos que não tinham contraste suficiente é justamente eliminar os defeitos pequenos de um intervalo ainda indeterminado até 1 pixel ou mais.

Com isso, buscou-se esta determinação em artigos publicados. O trabalho de Đuriš et al., 2016 analisa diferentes resoluções em dpi para análise de partículas de areia, comparando três *softwares* diferentes de análise de imagens, o *ImageJ*, o *SigmaScan* e o *Matlab*. Eles concluíram que uma resolução entre 300 e 600 dpi é ideal para a determinação de parâmetros de forma em partículas entre 1 e 3 mm, sendo o tamanho mínimo de 20,08 a 60,85 pixel, o que daria uma proporção de 49 μm /pixel. Estas determinações estariam de acordo com as imagens adquiridas neste trabalho, que foram obtidas em 300 dpi; sendo que o tamanho das descontinuidades é bem menor. Considerando este resultado e extrapolando para os resultados obtidos em micrometro nas imagens em 500x deste

trabalho, todos os defeitos com menos de 3,88 μm de diâmetro de Feret (20 pixels) seriam descartados por não apresentarem resolução suficiente. Para exemplificar a magnitude desta exclusão de pontos de análise nos resultados, na Tabela 7 é apresentado o número de pontos medidos inicialmente para cada bloco unido por difusão e a quantidade após o filtro de 3,88 μm , com a porcentagem de dados removidos e também as médias inicialmente e após a remoção dos dados.

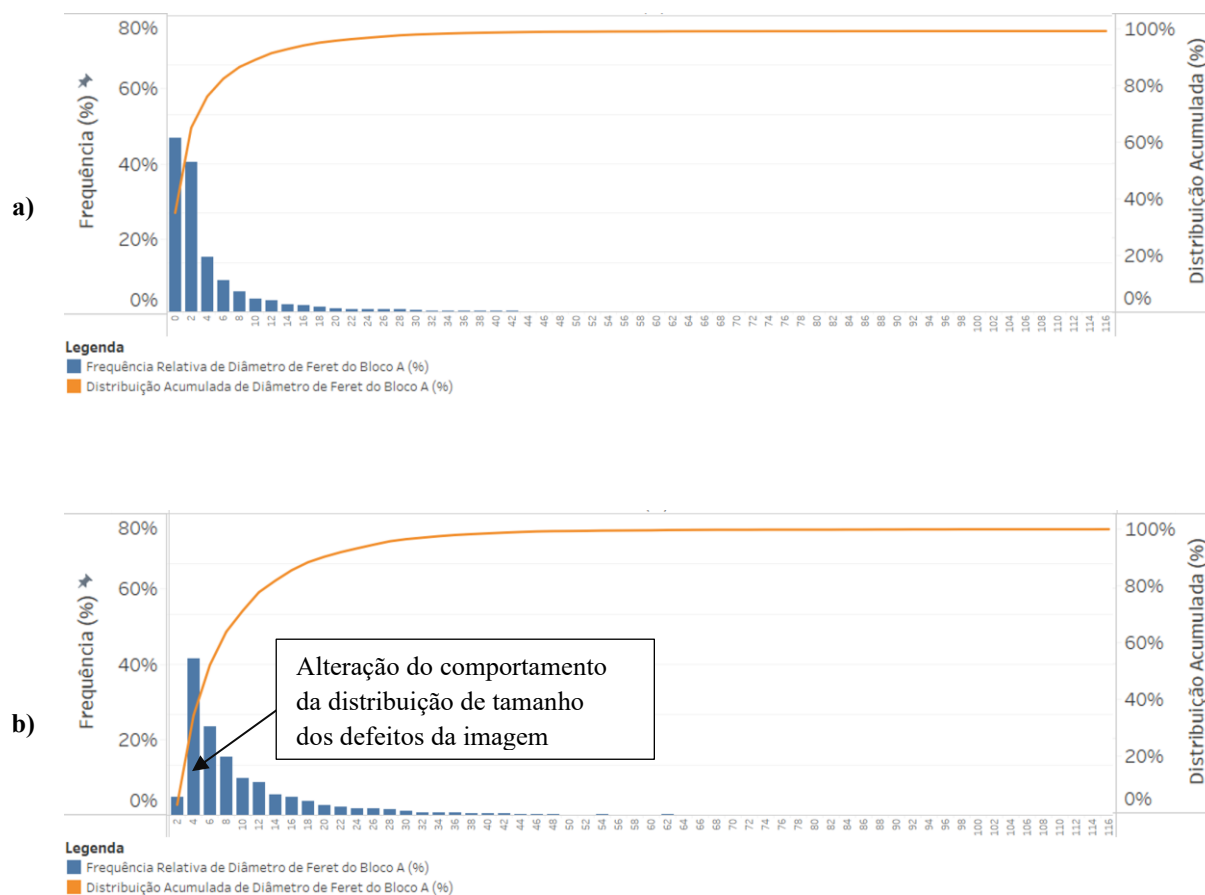
Tabela 7: Número de pontos analisados e média na contagem original e após excluir todos os pontos menores que 3,88 μm de diâmetro de Feret.

	Bloco A	Bloco B	Bloco C
Contagem de pontos original	8.596	5.408	1.954
Diâmetro de Feret Médio Original	5,13	2,85	1,72
Contagem de pontos após remoção de pontos menores que 3,88 μm	3.072	973	118
Diâmetro de Feret Médio após a remoção de pontos menores que 3,88 μm	10,91	7,52	7,67
Porcentagem de pontos restantes após a remoção de pontos menores que 3,88 μm	36%	18%	6%

Fonte: Autora.

Como é possível observar na Tabela 7, utilizando 3,88 μm como limite mínimo de resolução, um volume de informações muito grande é removido dos dados coletados a partir da análise de imagens. Além disso, observando-se as curvas de distribuição antes e depois da aplicação do filtro de dados para o bloco A, na Figura 31, é possível perceber que há uma variação muito grande no formato de distribuição destas, indicando que a tendência geral dos dados foi alterada. Dessa forma, apenas retirar defeitos muito pequenos que não apresentassem resolução suficiente para verificação dos parâmetros de forma não é uma alternativa viável.

Figura 31: Distribuição do diâmetro de Feret relativo ao bloco A. Sem a aplicação do filtro de dados (a) e com a aplicação do filtro de 3,88 μm (b).



Fonte: Autora.

Outro trabalho que aborda esta questão descreve qual a relação entre o tamanho médio de partícula e a resolução mínima em pixels, para que a partícula possa ser considerada com resolução suficiente para análise (PODCZECK; RAHMAN; NEWTON, 1999). Assim, o artigo descreve que, para uma distribuição de partículas com tamanho médio de 1,2 mm (1200 μm), o tamanho mínimo de 1 pixel seria de 30 μm . A Tabela 8 compila estas conclusões retiradas do artigo, calculando também a proporção entre o tamanho médio de partícula e o de pixel para verificar a relação entre estes dois fatores.

Tabela 8: Relação entre tamanho de pixel e o tamanho de partícula.

Podczek	
Resolução mínima	
pixel	µm
1	30
Tamanho médio de partícula	
Partícula (µm)	Partícula/pixel (µm)
1200	40

Fonte: Adaptado de PODCZEK; RAHMAN; NEWTON, 1999.

Na tentativa de se utilizar a mesma proporção citada no artigo para este estudo, utilizou-se, como base, a distribuição de pontos relativo ao bloco A, de chapas de 3 mm com acabamento 2B, devido ao maior número de pontos obtidos. Uma vez que a correlação estabelecida por Podczek é em relação ao tamanho médio das partículas, nos dados do Bloco A, filtrou-se do menor para o maior, até que o valor da média destes dados atendesse à proporção de aproximadamente 40 vezes o tamanho da partícula em relação ao do pixel (0,19 µm). Assim, eliminando-se os defeitos menores que 2,2 µm de diâmetro de Feret, foi encontrada a proporção apresentada na Tabela 9, em que a média do tamanho dos defeitos foi de 7,71 µm e a proporção em relação ao tamanho médio de defeito e o tamanho de pixel foi de 39,67 vezes.

Tabela 9: Relação entre tamanho médio de partícula (diâmetro de Feret) e tamanho de pixel para a distribuição de dados do Bloco A filtrando-se todos os pontos com diâmetro de Feret menor que 2,2 µm.

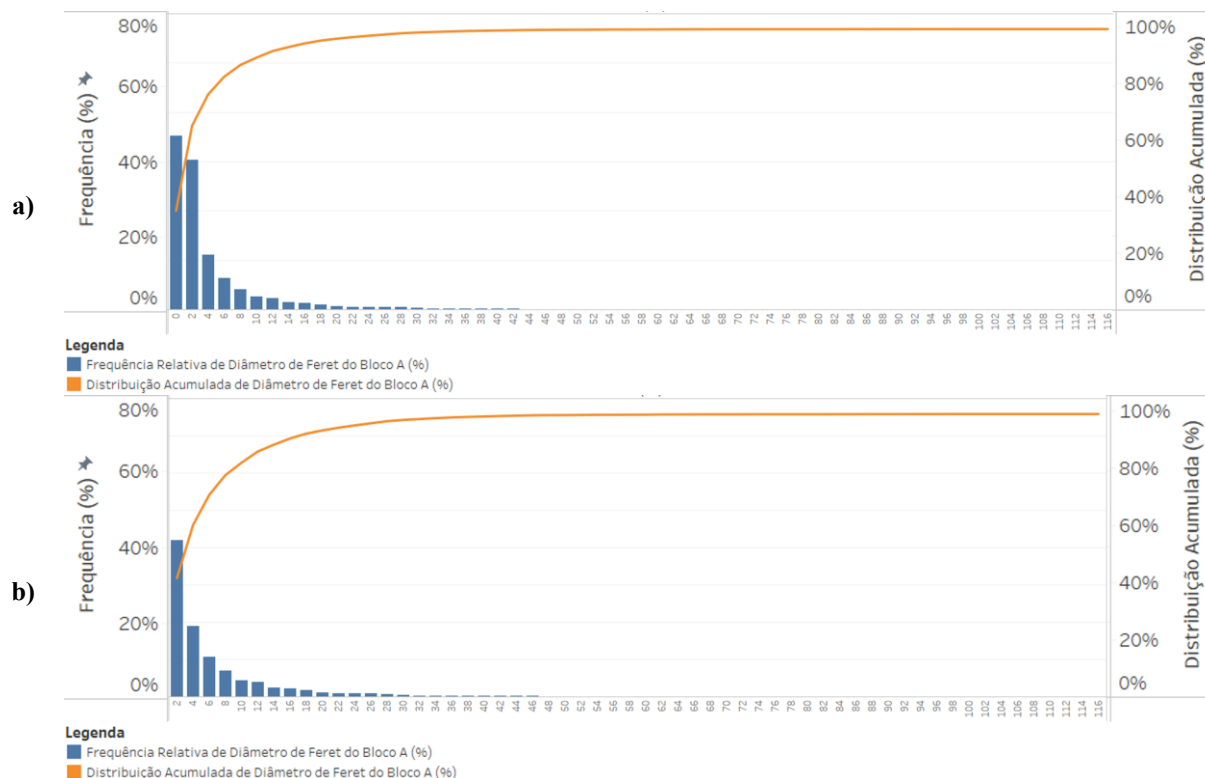
Bloco A	
Resolução mínima	
pixel	µm
1	0,194
Tamanho médio de partícula	
Partícula (µm)	Partícula/pixel (µm)
7,71	39,67

Fonte: Autora.

Da mesma forma que se executou no caso da filtragem dos dados em 3,88 µm de diâmetro de Feret, avaliou-se o comportamento da distribuição dos dados após a filtragem de 2,2 µm, a fim de observar o resultado da tendência geral na curva de distribuição destes

dados. Na Figura 32 é apresentada a distribuição sem e com a aplicação do filtro de 2,2 μm para o bloco A.

Figura 32: Distribuição do diâmetro de Feret relativo ao bloco A. Sem a aplicação do filtro de dados (a) e com a aplicação do filtro de 2,2 μm (b).



Fonte: Autora.

Na Figura 32 pode-se perceber que, apesar das medidas iniciarem na marca de 2 μm no gráfico, não há uma alteração geral tão significativa na tendência dos dados como ocorreu com o filtro de 3,88 μm . Assim, utilizando-se esta nova relação determinada na Tabela 9, extrapolou-se o mesmo valor de filtro para eliminar todos os dados menores que 2,2 μm de diâmetro de Feret para os demais blocos. Com isso, é sabido que a relação entre tamanho médio de partícula e o tamanho de pixel ficará diferente para cada uma das distribuições dos blocos B e C, pois os valores encontrados em cada uma delas são distintos. Porém, para fins de comparação, é necessário que o mesmo fator mínimo seja empregado nos três casos analisados, para que não haja uma discrepância entre eles. Na Tabela 10 é apresentado o resultado da relação entre o tamanho médio das partículas das distribuições dos blocos B e C utilizando o valor mínimo de 2,2 μm de diâmetro de Feret. Dessa forma, espera-se remover todos os defeitos com resolução insuficiente, utilizando a definição apresentada por Podczeczek como base para as três condições de fabricação analisadas neste estudo.

Tabela 10: Relação entre tamanho médio de partícula (diâmetro de Feret) e tamanho de pixel para a distribuição de dados dos Blocos B e C filtrando-se todos os pontos com diâmetro de Feret menor que 2,2 μm .

Bloco B		Bloco C	
Resolução mínima		Resolução mínima	
pixel	μm	pixel	μm
1	0,194	1	0,194
Tamanho médio de partícula		Tamanho médio de partícula	
Partícula (μm)	Partícula/pixel (μm)	Partícula (μm)	Partícula/pixel (μm)
4,73	24,314	4,30	22,146

Fonte: Autora.

Assim como feito anteriormente, na remoção de pontos menores que 3,88 μm , avaliou-se a quantidade de pontos eliminados em cada uma das distribuições dos blocos, conforme apresentado na Tabela 11 e também as médias resultantes em cada um dos três blocos. Com isso, pode-se perceber que a quantidade de dados eliminados não é tão grande como no caso do filtro de 3,88 μm , restando pelo menos 20% dos dados originais no caso do bloco C, o que é o mais impactado neste processo de limpeza de dados, uma vez que a maior parte dos defeitos medidos estão na faixa de diâmetro de Feret que está sendo eliminada.

Tabela 11: Número de pontos analisados na contagem original e após excluir todos os pontos menores que 2,2 μm .

	Bloco A	Bloco B	Bloco C
Contagem de pontos original	8.596	5.408	1.954
Diâmetro de Feret Médio Original	5,13	2,85	1,72
Contagem de pontos após remoção de pontos menores que 2,2 μm	5.098	2.385	377
Diâmetro de Feret Médio após a remoção de pontos menores que 2,2 μm	7,71	4,73	4,30
Porcentagem de pontos restantes após a remoção de pontos menores que 2,2 μm	59%	44%	19%

Fonte: Autora.

Ademais, ao se observar as médias após a aplicação do filtro, nota-se que, apesar da média do diâmetro de Feret dos blocos B e C estarem mais altas que a original, elas ainda apresentam o comportamento de que a média do bloco B é maior que a média do bloco C, que seria o comportamento esperado de acordo com as suas variações. No caso

da Tabela 7, com o filtro de 3,88 μm , esta relação não havia sido respeitada com a filtragem dos dados, além das médias resultantes apresentarem valores mais altos. A partir desta análise, espera-se não interferir na tendência natural do processo com a remoção de dados e sim apenas eliminar aqueles que não possuem a resolução suficiente e adequada para o tipo de caracterização por imagens que está sendo estudada neste trabalho. Dessa forma, optou-se por utilizar este parâmetro encontrado no trabalho de Podcezek, por não eliminar tantos pontos de análise e manter a tendência geral observada inicialmente nos dados.

4.4. CARACTERIZAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS

Para caracterizar as propriedades mecânicas dos blocos unidos por difusão nas três condições analisadas, foram executados ensaios mecânicos de tração em nove amostras retiradas de cada bloco, sendo oito perpendiculares às linhas de união e uma paralela às mesmas. Destas oito amostras, cinco haviam sido ensaiadas anteriormente para controle de propriedades mecânicas e três foram removidas especificamente para o desenvolvimento deste estudo. Duas destas tiveram sua superfície de fratura analisada em MEV após os ensaios de tração, tendo como objetivo verificar os mecanismos de fratura e identificar processos metalúrgicos da união por difusão devido ao modo de falha.

4.4.1. ENSAIO MECÂNICO DE TRAÇÃO

Um dos procedimentos de controle de qualidade adotados no contexto do projeto Trocadif para a verificação das propriedades dos blocos unidos por difusão foi a realização dos ensaios mecânicos de tração. Assim, todas as condições fabricadas tiveram amostras retiradas para análise dos resultados mecânicos de resistência à tração, a fim de possibilitar a comparação da qualidade da união entre diferentes condições de fabricação. Uma vez que os blocos analisados neste trabalho foram fabricados inicialmente para o projeto, alguns ensaios de tração já haviam sido realizados para a caracterização dos mesmos e estes resultados serão incorporados aos resultados de tração específicos deste estudo. Dessa forma, todas as amostras cilíndricas demarcadas em cinza na Figura 17 foram ensaiadas previamente para as análises do projeto, sendo cinco amostras perpendiculares às linhas de união e uma amostra paralela às mesmas. O objetivo desta análise foi verificar a qualidade da união entre as chapas e a propriedade mecânica da matéria prima, respectivamente.

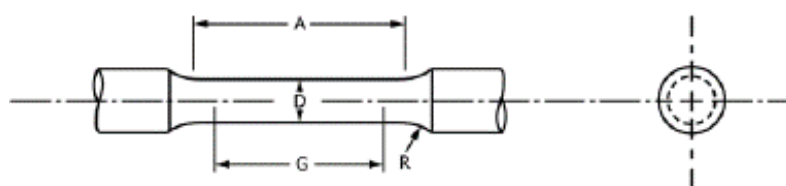
A fim de complementar os ensaios realizados anteriormente, mais três amostras cilíndricas perpendiculares às linhas de união foram retiradas de cada um dos três blocos

analisados, mostradas em laranja na Figura 17, possibilitando a comparação com os resultados prévios. Além disso, aumentou-se o número de amostras, melhorando estatisticamente o resultado obtido.

Ademais, a comparação entre os resultados das propriedades mecânicas de cada bloco com os resultados quantitativos obtidos pela análise de imagens possibilita avaliar a influência de descontinuidades observadas na microestrutura de amostras unidas por difusão nas suas propriedades mecânicas finais.

Para a execução dos ensaios mecânicos de tração, as amostras retiradas dos blocos, tanto aquelas retiradas previamente quanto as retiradas para a caracterização realizada neste trabalho, foram enviadas para a empresa METALAB, localizada em Joinville/SC, que foi escolhida como parceira para a realização dos ensaios de validação das uniões feitas durante o projeto Trocadif. O laboratório de ensaios da empresa é acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISSO/IEC 17025. Outrossim, a empresa utiliza a norma ASTM A370 – *Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products* – para a preparação e realização dos ensaios mecânicos de tração. A utilização de um procedimento normatizado garante a reprodutibilidade e confiabilidade dos resultados obtidos, permitindo a sua comparação entre amostras de diferentes lotes. A Figura 33 apresenta as especificações dimensionais aplicadas às amostras destes ensaios que, por não possuírem tamanho suficiente para usinagem em tamanho padrão, foram fabricadas como corpos de prova de tamanho reduzido proporcional, especificado na ASTM A370 (ASTM, 2014b).

Figura 33: Especificações dimensionais dos corpos de prova para ensaio mecânico de tração.



	Geometria 1	Geometria 2
D - Diâmetro nominal	8,75 mm	6,25 mm
G -Parte útil	35,0 ± 0,10 mm	25,0 ± 0,10 mm
R - Raio do filete (mínimo)	6 mm	5 mm
A - Comprimento da seção reduzida	45 mm	32 mm

Fonte: Adaptado de ASTM, 2014b.

Devido a um problema durante a remoção das amostras por corte via jato d'água, uma das nove amostras retiradas especificamente para este estudo ficou com o diâmetro

menor em relação às demais, o que impossibilitou a sua usinagem de acordo com os parâmetros especificados no “Geometria 1” da Figura 33, que é a geometria adotada como padrão em todas as análises realizadas no laboratório. Para contornar este imprevisto e não haver problemas na comparação de resultados, todas as amostras referentes à mesma posição de cada um dos três blocos foram usinadas nas dimensões especificadas como “Geometria 2”, fim de garantir condições equivalentes de comparação.

4.4.2. FRACTOGRAFIA

Com objetivo de avaliar as características das fraturas após os ensaios mecânicos de tração, as superfícies de fratura foram protegidas com plástico-bolha e fita adesiva após o ensaio e embaladas individualmente. Dessa forma, buscou-se garantir que não haveria nenhum choque entre as partes de cada amostra fraturada durante o transporte entre a empresa e a universidade.

Após o recebimento das amostras ensaiadas, os corpos de prova foram seccionados em 12 mm da região de fratura para que pudessem ser levadas analisadas no MEV. Em seguida, as amostras foram limpas em álcool etílico 96°GL em uma lavadora ultrassônica, por 10 min, para remover quaisquer sujidades provenientes do processo de corte.

Após devidamente seccionadas e limpas, as amostras foram levadas ao Microscópio Eletrônico de Varredura (*VeganTesca 3*) para a aquisição de imagens de suas superfícies fraturadas. Dessa maneira, foram adquiridas imagens de todas as três amostras ensaiadas para este trabalho, nos aumentos de 30x, 100x, 200x, 1000x e 2000x.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

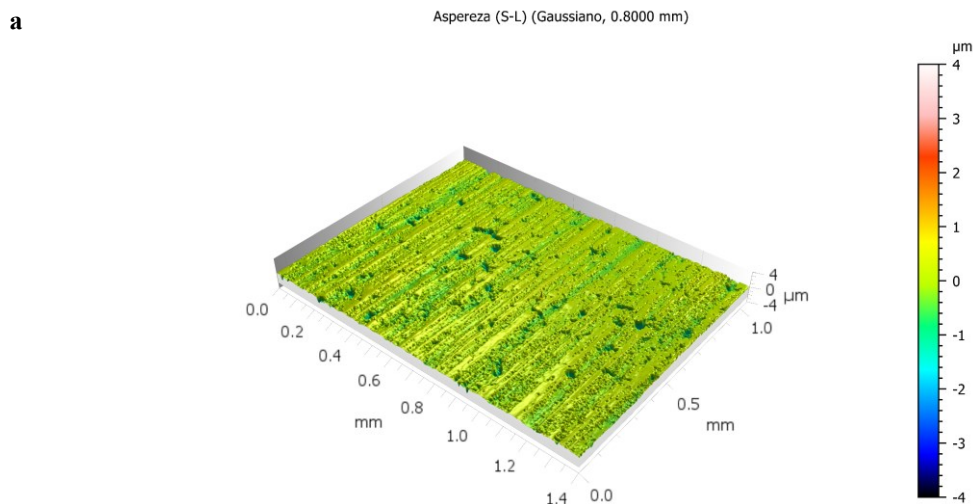
5.1. TOPOGRAFIA DAS CHAPAS DE MATÉRIA-PRIMA

Uma vez que a principal diferença entre os blocos unidos por difusão estudados neste trabalho é a condição de superfície das chapas usadas no processo de fabricação, foi realizado um estudo para avaliar as diferenças qualitativas e quantitativas entre as chapas de 3 mm com acabamento 2B, usadas no Bloco A, de 1 mm também de acabamento 2B, usadas no Bloco B e as de 1 mm com acabamento polido PM, usadas na fabricação do Bloco C. Para tal foram analisadas as projeções axonométricas de cada uma das chapas em ambas as faces e também os valores dos parâmetros de superfície S_a , S_q , S_z , S_p e S_v .

5.1.1. PROJEÇÕES AXONOMÉTRICAS

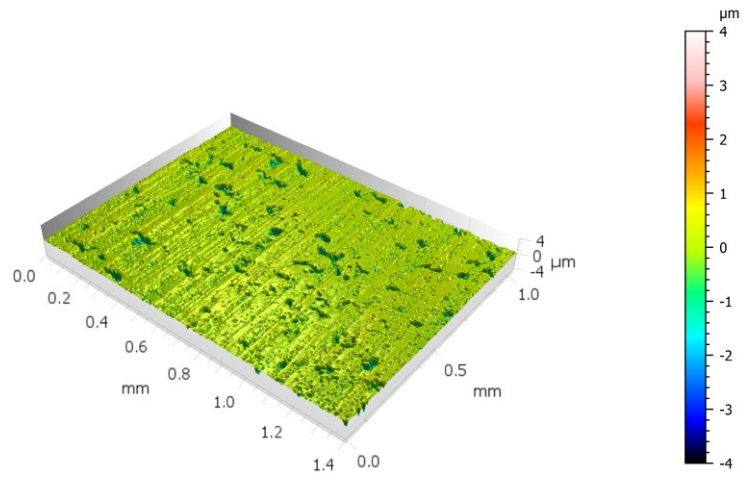
Para verificar as diferenças entre as características de topografia das chapas usadas na fabricação dos blocos A, B e C, avaliou-se qualitativamente as projeções axonométricas que são geradas nas análises por interferometria óptica pelo *software Mountains Map*. As superfícies analisadas são apresentadas na Figura 34.

Figura 34: Projeções axonométricas de cada lado das chapas de matéria-prima utilizadas na fabricação dos blocos unidos por difusão. Chapa de 3 mm 2B, lado 1 (a), Chapa de 3 mm 2B, lado 2 (b), Chapa de 1 mm 2B, lado 1 (c), Chapa de 1 mm 2B, lado 2, Chapa de 1 mm PM, lado 1 e Chapa de 1 mm PM, lado 2.



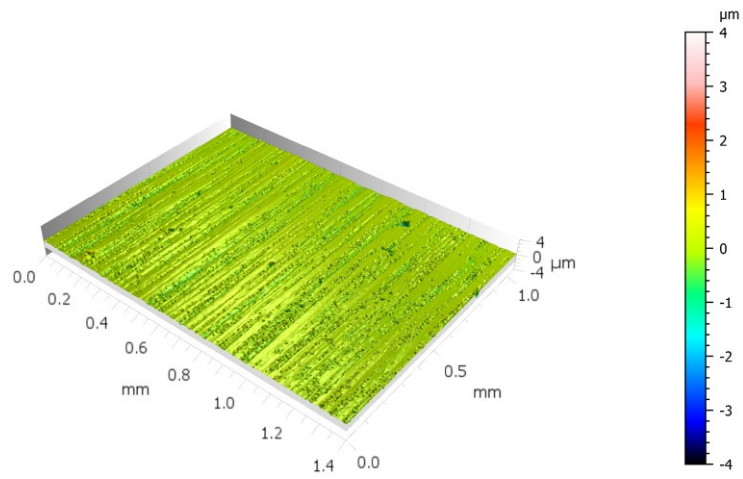
b

Aspezeza (S-L) (Gaussiano, 0.8000 mm)



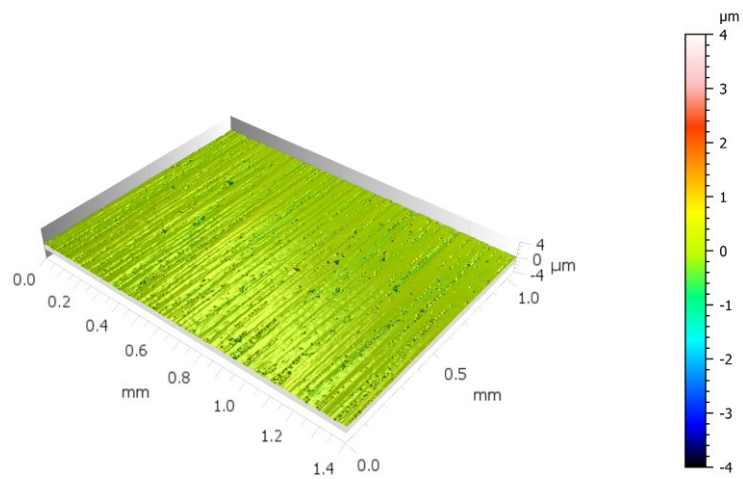
c

Aspezeza (S-L) (Gaussiano, 0.8000 mm)

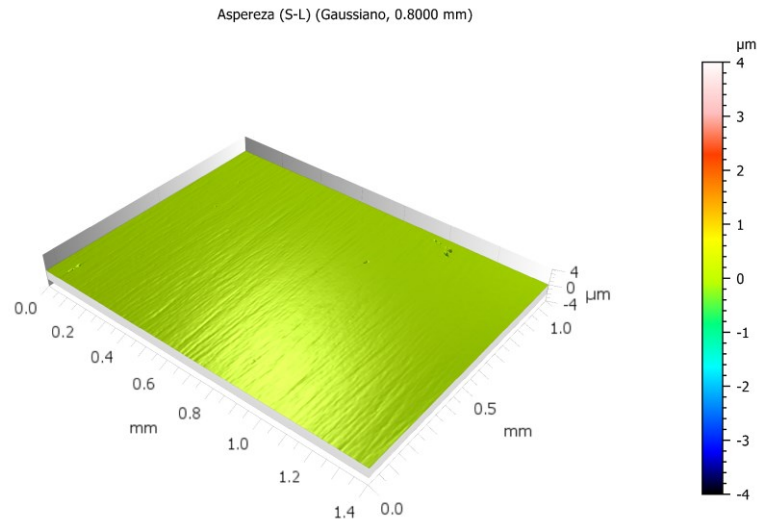


d

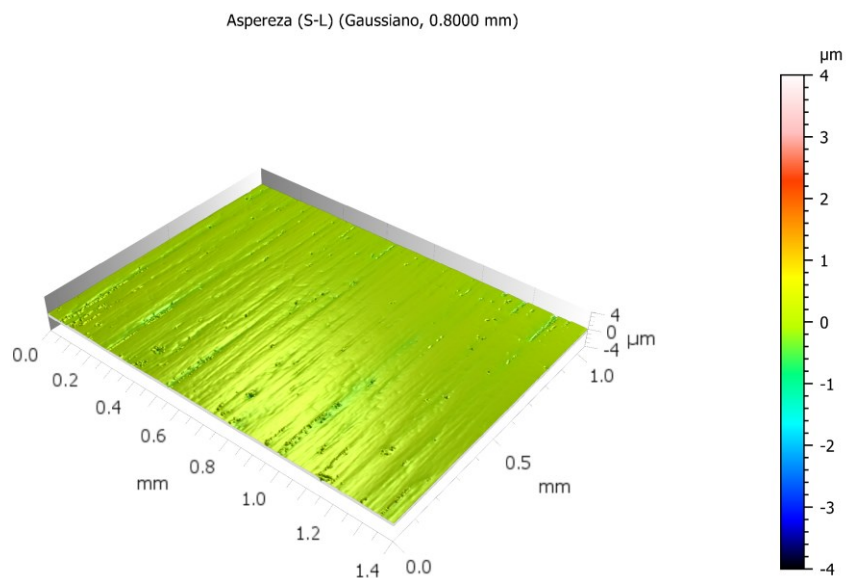
Aspezeza (S-L) (Gaussiano, 0.8000 mm)



e



f



Fonte: Autora.

Ao analisar diferenças gerais entre as projeções das chapas de cada um dos blocos, é possível perceber que as características das chapas de 3 mm 2B (utilizadas no bloco A), 1 mm 2B (utilizadas no bloco B) e 1 mm PM (utilizadas no bloco C) são bastante distintas entre si.

Primeiramente, no caso das chapas de 3 mm 2B (Figura 34 a e b), nota-se que a topografia geral da chapa é bastante acidentada, apresentando grandes vales na forma de defeitos largos e profundos por toda a superfície, principalmente do lado 2 da chapa (Figura 34 b). Também pode-se observar as ranhuras provenientes do processo de laminação, as quais são bastante acentuadas e deixam um aspecto grosseiro para estas chapas, em ambos os lados. Estes dois aspectos prejudicam a integridade de superfície da chapa, pois há muitas irregularidades em toda sua extensão.

Em seguida, avaliando-se as chapas de 1 mm 2B, é possível perceber que não há uma diferença tão marcante entre o lado 1 e o lado 2 (Figura 34 c e d), da mesma forma que foi observado no caso das chapas de 3 mm 2B. Ambos os lados apresentam uma superfície mais suave e com vales menores, com pequenos defeitos espalhados, porém não tão profundos, sendo uma superfície mais regular. Neste caso, também são observadas as ranhuras remanescentes da laminação, mas a superfície resultante não tem um aspecto tão grosseiro, principalmente do lado 1 da chapa de 1 mm 2B (Figura 34 c).

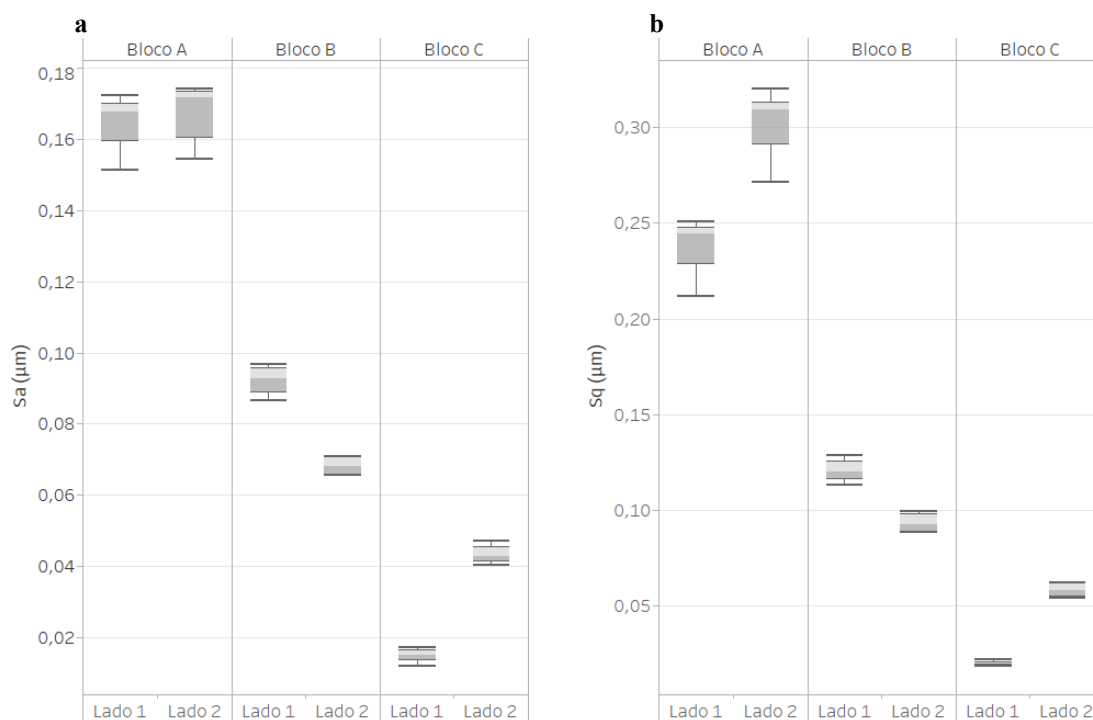
Finalmente, para as projeções das chapas de 1 mm PM observa-se uma superfície suave e lisa do lado 1 (Figura 34 e), porém ainda consegue-se observar resquícios da laminação na forma apenas de leves impressões na chapa. Já do lado 2 da chapa de 1 mm PM, Figura 34 (f), é possível perceber ranhuras do processo de laminação com um pouco mais de profundidade que no caso anterior, porém sem deixar o aspecto mais grosseiro como ocorreu nas chapas de 3 e 1 mm 2B (note-se que a usina de manufatura de aço garante apenas um lado totalmente polido). Ademais, ainda há pequenos vales pontuais espalhados pela superfície, mas de dimensões inferiores àqueles observados nos casos anteriores.

As diferenças apontadas entre as três chapas usadas nos blocos unidos por difusão são de suma importância para a comparação das condições de união, uma vez que estas impactam diretamente no resultado da união, pois representam as regiões de contato entre as chapas, onde os processos difusivos ocorrem plenamente. Por isso, espera-se que chapas com acabamento mais suave e livre de maiores imperfeições, como foi observado para a chapa de 1 mm PM, consigam maior área de contato durante as etapas de união, obtendo-se melhores resultados de propriedades mecânicas do que as chapas de 3 mm 2B, as quais apresentaram defeitos de grandes dimensões, além de uma superfície com um relevo acidentado, o que dificulta o contato a área efetiva de contato, restringindo a união.

5.1.2. PARÂMETROS TOPOGRÁFICOS

Para as análises quantitativas investigou-se os parâmetros de superfície S_a e S_q considerando-se individualmente as duas faces das chapas, com objetivo de verificar a diferença nos valores de rugosidade das mesmas, uma vez que, nas projeções axonométricas, observou-se uma variação da textura da superfície. Na Figura 35 é apresentada a dispersão de resultados na forma de gráficos de caixa, para ilustrar esta diferença.

Figura 35: Gráficos de caixa apresentando a dispersão de resultados dos lados 1 e 2 para os Blocos A, B e C, dos parâmetros de superfície Sa (a) e Sq (b).



Fonte: Autora.

Primeiramente, comparando-se os valores de Sa e Sq dos blocos A, B e C, sem avaliar os lados 1 e 2, na Figura 35 (a) e (b), respectivamente, é possível perceber que há uma diferença grande dos valores de rugosidade das chapas de cada bloco. No caso da rugosidade média (Figura 35 a), as chapas de 3 mm 2B, do bloco A, apresentam maior dispersão de resultados do que as chapas de 1 mm 2B, do bloco B e 1 mm PM, do bloco C, devido a distância entre o limite inferior e superior, que é de aproximadamente 0,03 μm, enquanto para o bloco B e C essa variação é de cerca de 0,01 μm. Também há uma diferença evidente entre a rugosidade dos lados 1 e 2 nos casos das chapas dos blocos B e C, nos quais os pontos referentes a cada um dos lados tem distribuições sem nenhuma coincidência de valores, sendo o limite superior do lado 2 do Bloco B e o lado 1 do Bloco C ainda bastante menor que o limite inferior do lado 1 do Bloco B e do lado 2 do Bloco C. O limite inferior do lado 1 da chapa do bloco B, por exemplo, é de 0,085 μm e o limite superior dos dados do lado 2 é de 0,70 μm, o que mostra a diferença entre as faces das chapas observadas na Figura 34 (c) e (d). O mesmo ocorre para as chapas que compõem o bloco C, com uma diferença ainda maior entre o lado 1 e 2, apesar dos pontos medidos apontarem uma distribuição mais concentrada que no caso anterior e a distância entre o limite superior do lado 1, de 0,018 μm, e o limite inferior do lado 2, relativo a chapa do bloco C, ser de 0,04 μm. Essa variação expressiva entre os lados das chapas ocorre porque,

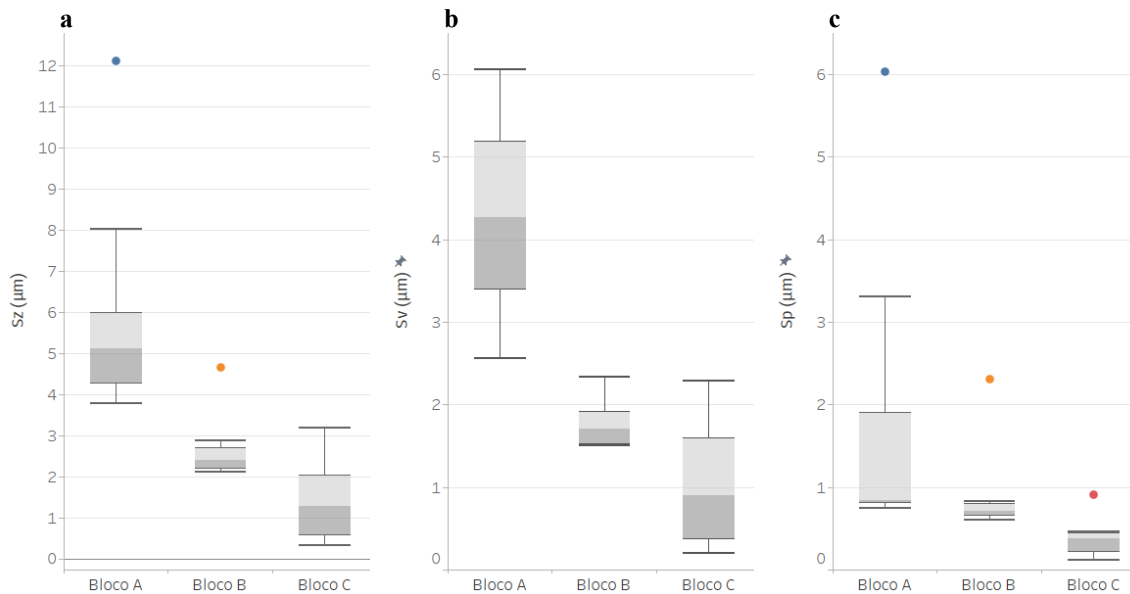
como já mencionado, a usina de aço que fornece a matéria-prima garante a integridade de superfície conforme a especificação em apenas de um lado das chapas, assim como já havia sido observado na Figura 34 (e) e (f).

No caso das chapas que formam o Bloco A, os pontos de rugosidade média entre os lados 1 e 2 já não apresentam uma diferença tão evidente, sendo seus pontos de limite máximo e mínimo muito próximos e o valor da mediana praticamente coincidente com os demais. A diferença entre os lados 1 e 2 é percebida ao analisar-se os valores de rugosidade média quadrática (Figura 35 b), S_q , pois esta é mais sensível a variações de amplitude de picos e vales.

Neste caso, a diferença entre as faces das chapas é nítida para as chapas dos três blocos, não havendo sobreposição de medidas em nenhum ponto. A variação da dispersão dos dados fica mais evidente para cada um dos blocos. Observando-se a chapa do bloco A, inicialmente, a diferença entre o limite superior e inferior para os dois lados é aproximadamente $0,04 \mu\text{m}$, mas o limite superior do lado 1 é de $0,25 \mu\text{m}$ e o limite inferior do lado 2 é de $0,27 \mu\text{m}$ e as respectivas medianas de $0,24 \mu\text{m}$ e $0,32 \mu\text{m}$. Já no caso da chapa de 1 mm 2B, que forma o bloco B, a amplitude dos dados é de aproximadamente $0,02 \mu\text{m}$, sendo a mediana do lado 1 aproximadamente $0,12 \mu\text{m}$ e do lado 2 $0,09 \mu\text{m}$, sendo estes distribuídos de maneira mais simétrica que no caso anterior. O limite superior do lado 1 é de $0,13 \mu\text{m}$ e o inferior de $0,11 \mu\text{m}$, enquanto o lado 2 apresenta limite superior de $0,10 \mu\text{m}$ e o limite inferior de $0,08 \mu\text{m}$. Finalmente, avaliando-se o S_q para as chapas de 1 mm PM, do bloco C, tem-se uma distribuição com pontos muito próximos dos dois lados da chapa. Porém, o lado 1 tem uma dispersão tão baixa que o limite inferior, a mediana e o limite superior encontram-se quase sobrepostos, em um valor próximo a $0,03 \mu\text{m}$. A amplitude dos dados para o lado 2 é de aproximadamente $0,015 \mu\text{m}$, sendo o limite inferior de $0,06 \mu\text{m}$, a mediana de $0,065 \mu\text{m}$ e o limite superior de $0,075 \mu\text{m}$.

Para prosseguir a investigação dos demais parâmetros de superfície, analisou-se o conjunto de dados dos lados 1 e 2 como uma amostra apenas, uma vez que já foi verificada que há uma diferença entre as características de topografia de cada um dos lados na análise dos parâmetros S_a e S_q . Dessa forma, na prática, ao se comparar as condições de matéria-prima usadas na fabricação dos blocos pode-se considerar cada condição de acabamento das chapas para a análise do processo como uma amostra única, uma vez que não há controle entre o lado 1 e 2 durante as etapas de fabricação. Assim, na Figura 36 (a), (b) e (c), são mostrados os gráficos de caixa com as distribuições de valores de S_z , S_v e S_p para as chapas dos blocos A, B e C.

Figura 36: Gráficos de caixa apresentando a dispersão de resultados para os Blocos A, B e C, dos parâmetros de superfície Sz (a), Sv (b) e Sp (c).



Fonte: Autora.

O primeiro parâmetro analisado foi a amplitude entre os picos e vales, Sz, mostrado na Figura 36 (a), em que já é observada a diferença das chapas usadas nos três blocos. A chapa de 3 mm 2B, do bloco A, tem uma grande dispersão dos resultados, apresentando inclusive um *outlier* de 12 μm, bem acima do limite superior do gráfico de caixa, em 8 μm. A mediana dos dados de Sz para este bloco foi de pouco mais de 5 μm e limite inferior de 3,8 μm, aproximadamente, deixando evidente a variação entre os pontos medidos por toda a chapa. A chapa de 1 mm 2B, referente ao bloco B, possui uma proximidade dos pontos medidos bem evidente, apesar de ter um *outlier* em aproximadamente 4,8 μm, a amplitude total da caixa e do limite máximo e mínimo dos pontos está contida entre 2 e 3 μm, sendo a mediana em cerca de 2,2 μm. Já no caso da chapa de 1 mm PM, usada no bloco C, a dispersão de resultados foi maior que a do bloco B, porém sem a presença de *outliers*. Apesar do limite superior do gráfico de caixa do bloco C estar em cerca de 3,1 μm, acima do limite superior do bloco B, todos os pontos do terceiro quartil até o limite inferior são menores que os valores do bloco B, ou seja, 75% dos dados apresentaram medidas menores para o bloco C. O terceiro quartil indica o valor de 2 μm e o limite inferior aproximadamente 0,2 μm, sendo a mediana 1,3 μm.

No segundo parâmetro analisado na Figura 36 (b), a respeito do tamanho dos vales das chapas, Sv, tem-se um comportamento bastante parecido do observado para o Sz. O bloco A apresenta uma amplitude de dados de 2,3 μm até 6,1 μm, do limite inferior até o superior e entre o primeiro e o terceiro quartil a distância é de 3,3 μm até 5,1 μm, com a

mediana em 4,2 μm . Em sequência, para o Sv do bloco B, que teve a maior reprodutibilidade de pontos dentre as três condições, com os dados variando de 1,5 μm até 2,2 μm , com a distribuição deslocada para que o primeiro quartil esteja praticamente sobreposto ao limite inferior e a mediana em 1,7 μm . Dessa maneira, tem-se que 75% dos pontos medidos estejam entre 1,9 μm e 1,5 μm . Finalmente, para o bloco C, da mesma forma que no caso anterior, o limite superior tem os mesmos valores que o do bloco B, de aproximadamente 2,2 μm , porém os 75% restantes dos dados estão entre 1,6 e 0,2 μm , valores menores do que os apresentados pelo bloco B.

Para o parâmetro de tamanho dos picos da superfície, Sp, a diferença entre as três condições de chapas torna-se a mais evidente entre os parâmetros analisados. As chapas do bloco A apresentaram uma alta dispersão dos resultados, chegando no limite superior a quase 3,3 μm e o limite inferior a cerca de 0,75 μm , sendo que a mediana é praticamente sobreposta ao limite do primeiro quartil, que é de cerca de 0,8 μm . Ou seja, pelo menos 50% dos dados estão entre 0,75 e 0,8 μm e os demais espalhados entre 0,8 μm e 3,3 μm . Na sequência, as chapas do bloco B tiveram uma reprodutibilidade de resultados bem alta, sendo que todos os pontos estão bem concentrados entre 0,6 e 0,8 μm . As chapas do bloco C tiveram resultado semelhante, havendo boa reprodutibilidade dos resultados entre os pontos analisados, porém um pouco menor que no caso do bloco B. O limite inferior foi de 0,1 μm e o superior de 0,5 μm , indicando que todos os pontos obtidos para esta chapa são menores que os das chapas do bloco A e B, conforme seria esperado de acordo com os resultados dos parâmetros Sa e Sq e as projeções axonométricas analisadas.

Dessa forma, fica mais clara a diferença entre as características topográficas das chapas usadas na fabricação dos blocos unidos por difusão, o que influencia diretamente no contato metal-metal para o processo de soldagem por difusão.

5.2. DIMENSÕES DOS VAZIOS DE UNIÃO POR DIFUSÃO

A partir dos resultados quantitativos gerados pela análise de imagens, pode-se avaliar de maneira geral os vazios presentes nos blocos A, B e C em relação às suas dimensões principais, sendo consideradas neste trabalho o diâmetro de Feret e a Área como as métricas para retratar a dimensão dos vazios. Dessa forma, observa-se as medidas descritivas dos dados de cada um dos três blocos estudados. Na Tabela 12 são apresentadas as principais medidas descritivas para o diâmetro de Feret utilizadas para detalhar os três blocos.

Tabela 12: Medidas descritivas do diâmetro de Feret dos blocos A, B e C.

	Bloco A	Bloco B	Bloco C
Contagem de vazios (unidades)	5098	2385	377
Diâmetro de Feret Máximo (μm)	117,98	69,80	47,05
Diâmetro de Feret Mínimo (μm)	2,22	2,22	2,22
Média diâmetro de Feret (μm)	7,71	4,73	4,30
Desvio Padrão (μm)	8,20	4,10	4,01
Mediana diâmetro de Feret (μm)	4,70	3,35	3,02

Fonte: Autora.

Inicialmente, o primeiro fator analisado é a contagem de vazios em cada uma das condições depois do tratamento de dados, que excluiu todas as descontinuidades com diâmetro menor que 2,22 μm , já apontada no item 4.4.4. Esta informação já evidencia a diferença no nível de defeitos residuais medidos nas três condições estudadas, em que o bloco A tem mais que o dobro de vazios quantificados em relação ao bloco B e mais de seis vezes em relação ao bloco C, sendo uma diferença significativa.

Em seguida, avalia-se os dois extremos de valores de diâmetro de Feret coletados pela análise de imagens dos blocos, na forma do diâmetro de Feret Máximo e Mínimo obtido para cada um. Uma vez que os dados foram filtrados para excluir as medidas de objetos com possível baixa resolução a partir do diâmetro de Feret, todos os três casos apresentarão valores mínimos iguais, de 2,22 μm , ou seja, o valor logo após a exclusão dos dados. Após, ao comparar-se os valores medidos de diâmetro de Feret Máximo, percebe-se que há uma diferença expressiva para cada bloco, sendo o valor encontrado para o bloco A, de 117,98 μm , quase o dobro do valor máximo do bloco B, de 69,80 μm e ainda mais que o dobro do valor medido para o bloco C, de 47,05 μm .

Ainda, ao analisar-se a média para os blocos, observa-se que a média do bloco A, de 7,71 μm , é superior à média dos blocos B e C, de 4,73 e 4,30 μm e o desvio padrão para os três casos segue esse mesmo padrão, sendo de 8,20 μm para o bloco A e 4,10 e 4,01 μm para os demais. Para os valores de mediana, o comportamento também é similar, tendo o bloco A um valor mais alto, de 4,710 μm , e o bloco B e C os valores mais próximos entre si, de 3,35 e 3,02 μm , porém com uma diferença menor entre eles. Dessa forma, verifica-se que os valores obtidos possuem elevada dispersão, uma vez que os valores de desvio padrão são apenas um pouco menores que a média, como no caso do bloco B e do bloco C e ainda maior que a média, como observado para o Bloco A. Além disso, sabe-se que os

dados estão deslocados à esquerda em valores menores, pois as medianas estão mais próximas dos valores mínimos medidos. Ainda, é possível perceber que os Blocos B e C possuem resultados mais próximos entre si, tanto na média, no desvio padrão e na mediana, indicando, possivelmente, distribuições mais parecidas. O mesmo não ocorre com o Bloco A, que apresentou resultados discrepantes em relação aos outros dois.

Prosseguindo-se com as avaliações das métricas de dimensões dos vazios, analisou-se a área pelos mesmos parâmetros do diâmetro de Feret, conforme os dados disponibilizados na Tabela 13.

Tabela 13: Medidas descritivas da Área dos blocos A, B e C.

	Bloco A	Bloco B	Bloco C
Área Máxima (μm^2)	385,03	122,02	81,03
Área Mínima (μm^2)	0,94	1,21	1,36
Média Área (μm^2)	13,82	7,02	6,59
Desvio Padrão (μm^2)	21,61	8,07	8,01
Mediana Área (μm^2)	6,35	4,46	4,19

Fonte: Autora.

Os resultados encontrados para a Área dos vazios tiveram comportamento bastante similar aos observados no diâmetro de Feret. Iniciando-se com a área máxima dos vazios, verifica-se que o valor máximo do bloco A é superior aos valores encontrados para os blocos B e C. No caso das medidas de área, o valor de área máxima do bloco A, de $385,03 \mu\text{m}^2$, é mais de 3 vezes maior que o valor máximo do bloco B, de $122,02 \mu\text{m}^2$ e quase 5 vezes maior que o valor máximo do bloco C, de $81,03 \mu\text{m}^2$. Porém, o caso da área mínima medida não segue o padrão observado anteriormente, sendo que o bloco A apresenta o menor valor medido e o do bloco C, o maior. Provavelmente estes valores têm a ver com o formato destes vazios, que pode variar entre alongados e arredondados, o que explicaria a diferença na medida de área, pois os valores de diâmetro de Feret mínimo são iguais.

Em seguida, para os valores de média, tem-se o comportamento semelhante ao observado no caso anterior, em que o bloco A apresenta o valor médio mais alto, de $13,82 \mu\text{m}^2$, e os blocos B e C apresentam valores mais baixos e próximos entre si, de $7,02$ e $6,59 \mu\text{m}^2$, respectivamente. O mesmo ocorre para o desvio padrão e a mediana, sendo o desvio padrão de $21,61 \mu\text{m}^2$ e a mediana de $6,35 \mu\text{m}^2$ para o bloco A e de $8,07$ e $8,01 \mu\text{m}^2$ de desvio padrão e $4,46$ e $4,19 \mu\text{m}^2$ para a mediana dos blocos B e C, respectivamente.

Dessa maneira, observa-se que há uma alta dispersão dos resultados em relação à média em todos os casos, principalmente para o bloco A e, assim como no caso do diâmetro de Feret, a mediana é menor que a média, indicando que os dados são deslocados à esquerda, já que 50% do total de vazios medidos tem valor menor que o apontado.

Após a descrição geral por meio de medidas descritivas dos três blocos, buscou-se obter um resultado de porosidade da área total de vazios somados em relação à área total analisada nesta análise. Na Tabela 14 são apresentados os valores usados no cálculo e a porosidade calculada.

Tabela 14: Resultados de porosidade calculada a partir da soma dos vazios totais e da área efetiva de análise total, para cada um dos blocos, Bloco A Bloco B e Bloco C.

	Bloco A	Bloco B	Bloco C
Soma Total de Área (μm^2)	70.462,60	16.748,05	2.483,67
Porosidade calc. (%)	0,00780	0,00185	0,00027

Fonte: Autora.

Para se obter esta porcentagem do total de área, fez-se um cálculo simples de porosidade, utilizando-se os valores da soma da área de todos os vazios em cada uma das condições. Esta soma é dividida pela área total analisada no conjunto de amostras, que é região indicada entre as faixas pretas da Figura 24, multiplicada pelo total de amostras caracterizadas. Assim, tem-se uma área de 15 x 5mm por amostra, que é a área em que as interfaces de união estão contidas, vezes 12 amostras, para indicar a área total usada na análise para cada um dos blocos unidos por difusão. Com isso tem-se um valor comparativo entre as três condições estudadas, que dá uma ideia de proporção entre a área de vazios e a área que foi investigada em MO.

Ao analisar-se estes resultados, deve-se levar em consideração que a quantidade total de defeitos medidos em cada um dos blocos unidos por difusão é muito diferente, sendo que o bloco A apresenta uma quantidade expressivamente superior de vazios contados. Além disso, pelas medidas descritivas gerais de área, já havia sido constatado que a área dos vazios do bloco A eram maiores que as dos demais, de modo que já se esperava que a porcentagem fosse maior também.

Dessa maneira, todos os três blocos apresentaram a porosidade calculada menor que 0,01%, sendo, portanto, bastante baixa e que segue o mesmo princípio da área máxima medida e apresentada na Tabela 14, de modo que a porcentagem obtida para o bloco A, de 0,00780% é cerca de 4 vezes maior que a do Bloco B, de 0,00185% e mais de 25 vezes

maior que a do Bloco C, calculado em 0,00027%. Este resultado apenas evidencia os resultados apresentados anteriormente, em relação à quantidade total de vazios encontrados para cada um dos blocos unidos e ao tamanho dos mesmos.

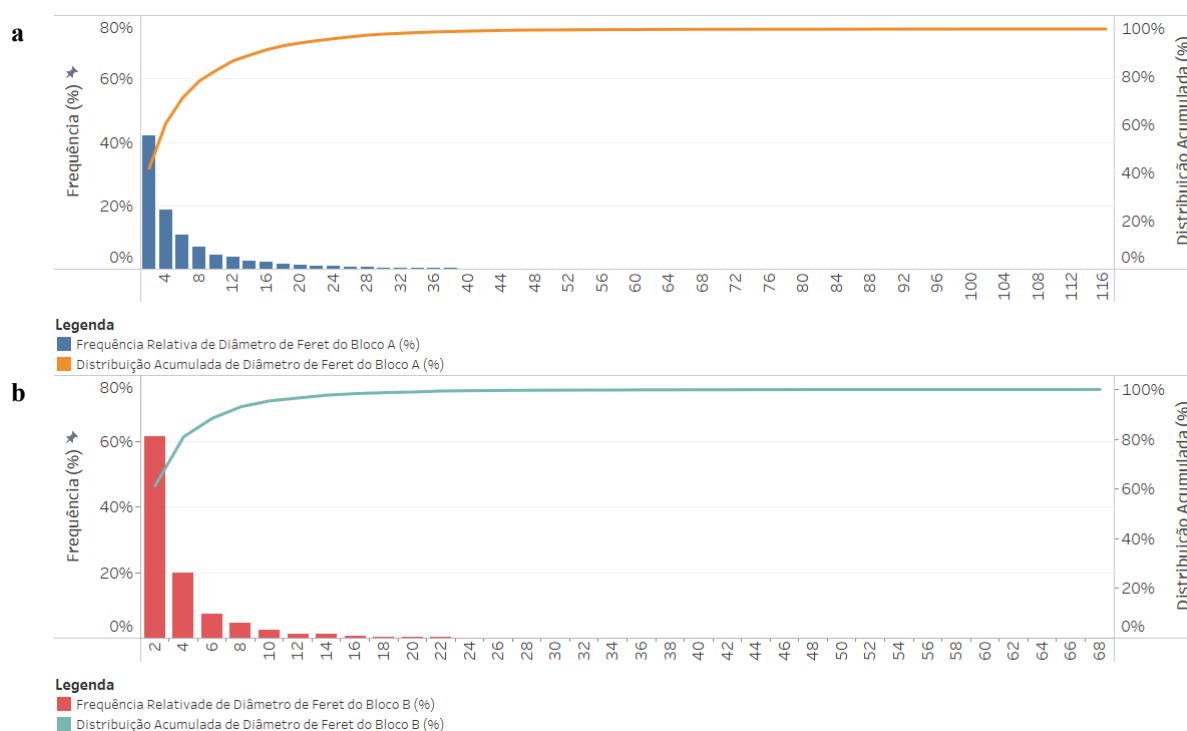
5.3.DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DE DEFEITOS

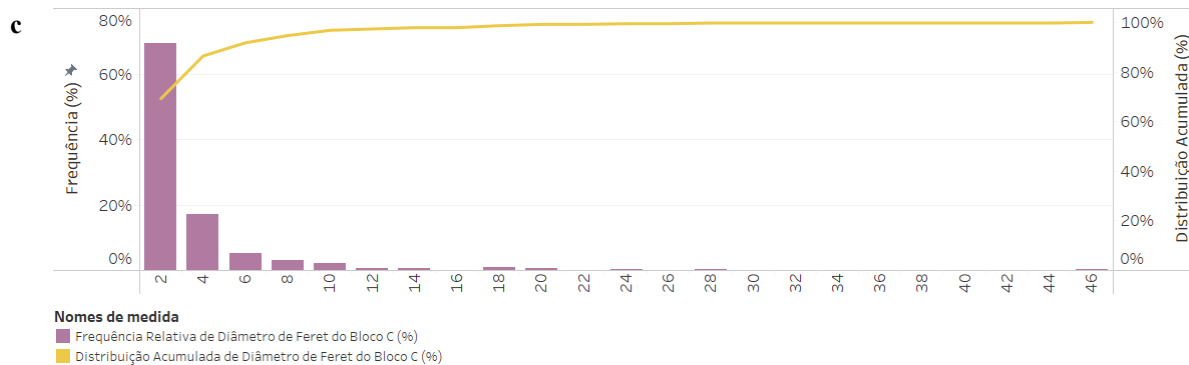
Após a análise descritiva das principais características dos conjuntos de dados relativos aos vazios de cada um dos três blocos unidos, foi realizado o estudo das características de distribuição destes vazios. Dessa maneira, buscou-se quantificar as descontinuidades por faixas de tamanho, avaliando-se a distribuição considerando-se a frequência de pontos do diâmetro de Feret, dos vazios e da área.

5.3.1. DISTRIBUIÇÃO EM RELAÇÃO AO DIÂMETRO DE FERET

Inicialmente analisou-se a distribuição de frequência do diâmetro de Feret dos vazios, como mostrado na Figura 37, separando-se os dados em faixas de 2 μm , para dessa forma entender como estas descontinuidades estão distribuídas. Ressalta-se que a distribuição não inicia em zero devido à filtragem de dados referentes aos vazios com pouca resolução.

Figura 37: Distribuição de vazios em relação ao diâmetro de Feret apresentando a frequência de vazios em porcentagem e a distribuição acumulada para os três blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).





Fonte: Autora.

Observando-se as distribuições de vazios, é possível perceber de forma bastante clara a diferença da concentração de defeitos entre as três condições analisadas. Os blocos B e C, Figura 37 (b) e (c), têm cerca de 60 e 70%, respectivamente, dos seus defeitos na faixa entre 2 e 4 μm, enquanto o bloco A possui pouco mais de 40% na mesma faixa. Ou seja, no caso do bloco C, especificamente, cerca de 25% dos vazios observados nas análises têm diâmetro maior que 4 μm. No caso do bloco B, a porcentagem é de pouco menos de 40% e ainda, para o bloco A, mais de 50% dos diâmetros analisados estão fora dessa faixa. No segundo intervalo de tamanhos, a partir de 4 μm, os três blocos apresentaram valores bem próximos, cerca de 20% dos vazios.

Ademais, pode-se analisar o tamanho do vazio em que os últimos 10% da distribuição acumulada inicia para cada bloco, tendo-se, assim, um valor de aproximadamente 20 μm para o bloco A, e de 10 e 8 μm para os blocos B e C. Ou seja, para chegar nos 10% maiores diâmetros, os blocos B e C apresentam metade do diâmetro em relação ao bloco A.

As curvas de distribuição, conforme o esperado pelas análises descritivas dos dados, possuem valor máximo bastante diferentes também, estando na faixa de 116 μm, 68 μm e 46 μm para as três condições analisadas. A diferença de tamanho entre os maiores vazios encontrados no bloco A para o bloco B é de cerca de 40 μm, valor próximo ao valor máximo medido no Bloco C.

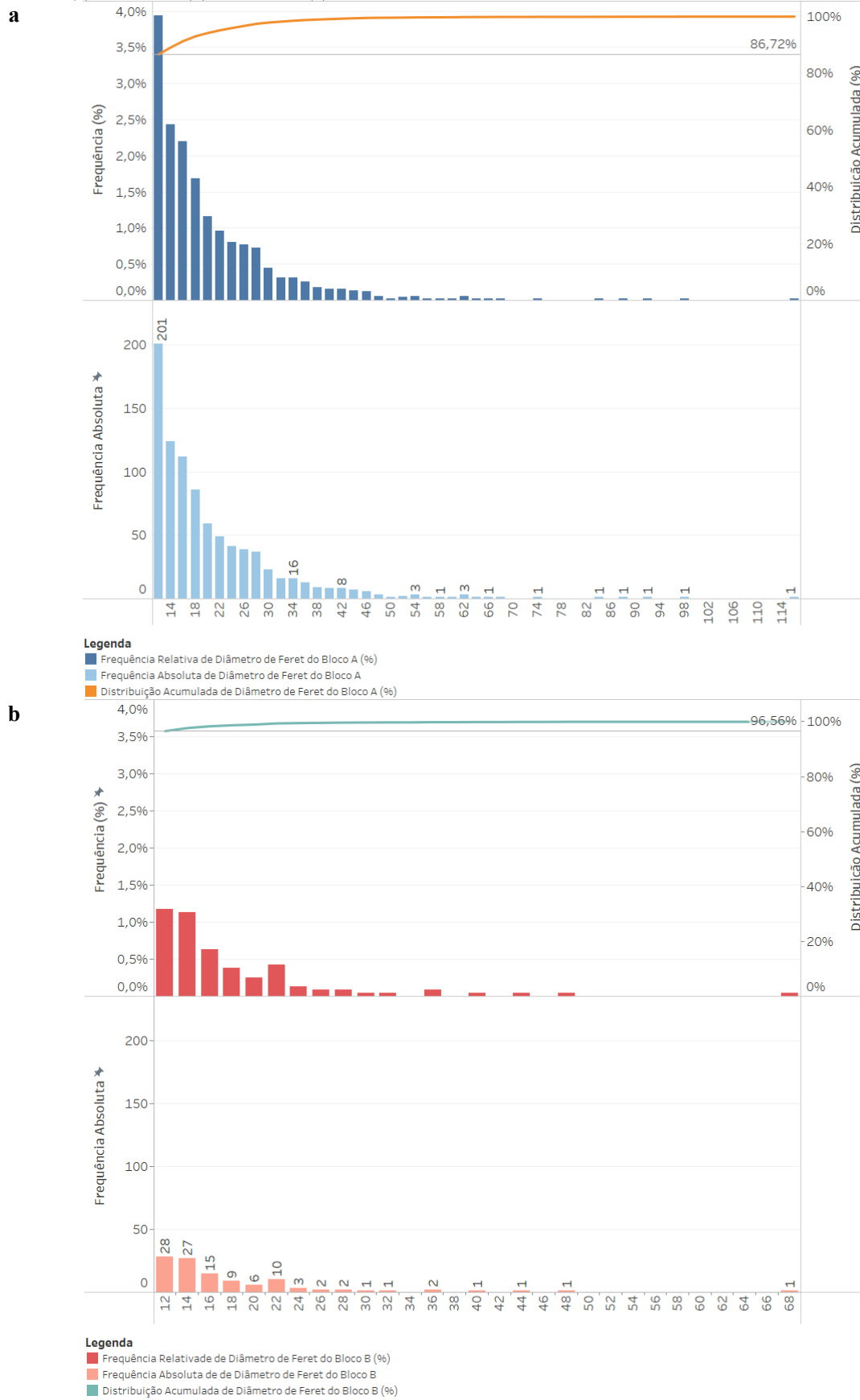
Estes valores obtidos a partir de uma breve análise da distribuição de tamanho dos vazios, já deixam bastante evidente que há uma diferença nos valores observados de tamanho dos vazios nas três condições analisadas. Uma vez que as alterações de matéria-prima são as diferenças a serem analisadas entre os blocos, pode-se supor que as características distintas de qualidade estas chapam implicam na quantidade de vazios na interface de união com dimensões distintas.

Após a análise geral das distribuições dos vazios em relação ao diâmetro de Feret, seccionou-se os dados para ver em mais detalhes a dispersão dos resultados com tamanho acima de 10 μm . Dessa maneira, observou-se, tanto a frequência relativa e a distribuição acumulada, conforme os resultados da Figura 37, como a frequência absoluta dos resultados, para avaliar a quantidade real de vazios com tamanho acima 10 μm presentes em cada um dos blocos analisados.

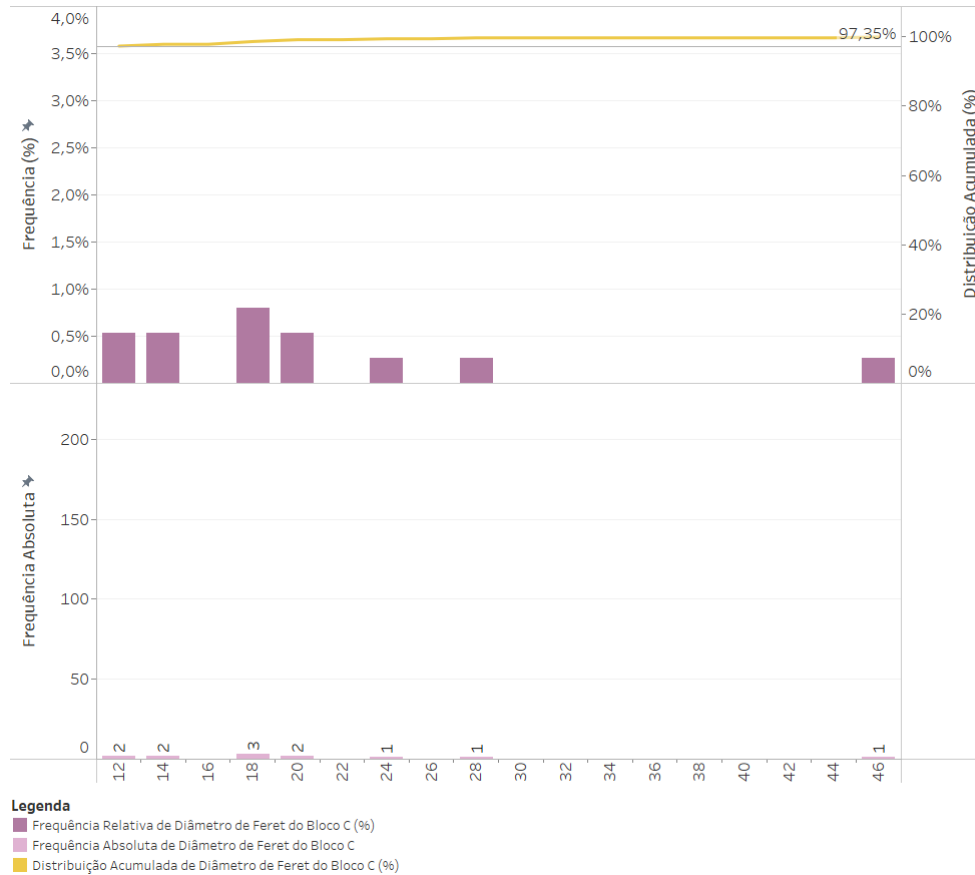
Primeiramente, na Figura 38, a distribuição acumulada para os vazios nesta faixa analisada é bastante diferente entre o bloco A em relação aos blocos B e C, que têm comportamentos semelhantes. Na faixa a partir de 10 μm há aproximadamente 87% dos vazios totais do bloco A, indicando que mais de 10% dos vazios possuem tamanho superior a esta delimitação. Já nos casos dos blocos B e C, essa faixa representa apenas 4 e 3% respectivamente, uma parte bem menos expressiva do total de vazios medidos.

Em seguida, analisando-se as frequências absolutas na faixa a partir de 10 μm , ainda na Figura 38, a diferença já fica mais evidente até mesmo entre os blocos B e C, que nas análises em porcentagem, apresentam resultados próximos. Para o bloco A, na faixa de 10 a 12 μm foram contados 201 vazios e para o bloco B este resultado foi de 28 vazios, e no caso do bloco C apenas 2 vazios estão nessa faixa. Além disso, nem todos os intervalos de tamanho da distribuição foram preenchidos no caso do bloco C, enquanto nos demais blocos apresentaram pelo menos 1 vazio até o intervalo de 32 μm . Dessa forma, é clara a distinção da distribuição de vazios para os três blocos, quando é analisada a quantidade real de vazios medidos em cada um, e não a partir da análise apenas dos valores relativos, uma vez que, neste quesito, os blocos B e C mostraram-se muito próximos.

Figura 38: Distribuição de vazios em relação ao diâmetro de Feret a partir de 10 µm, apresentando a frequência de vazios em porcentagem, a distribuição acumulada e a frequência absoluta para os três blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).



c



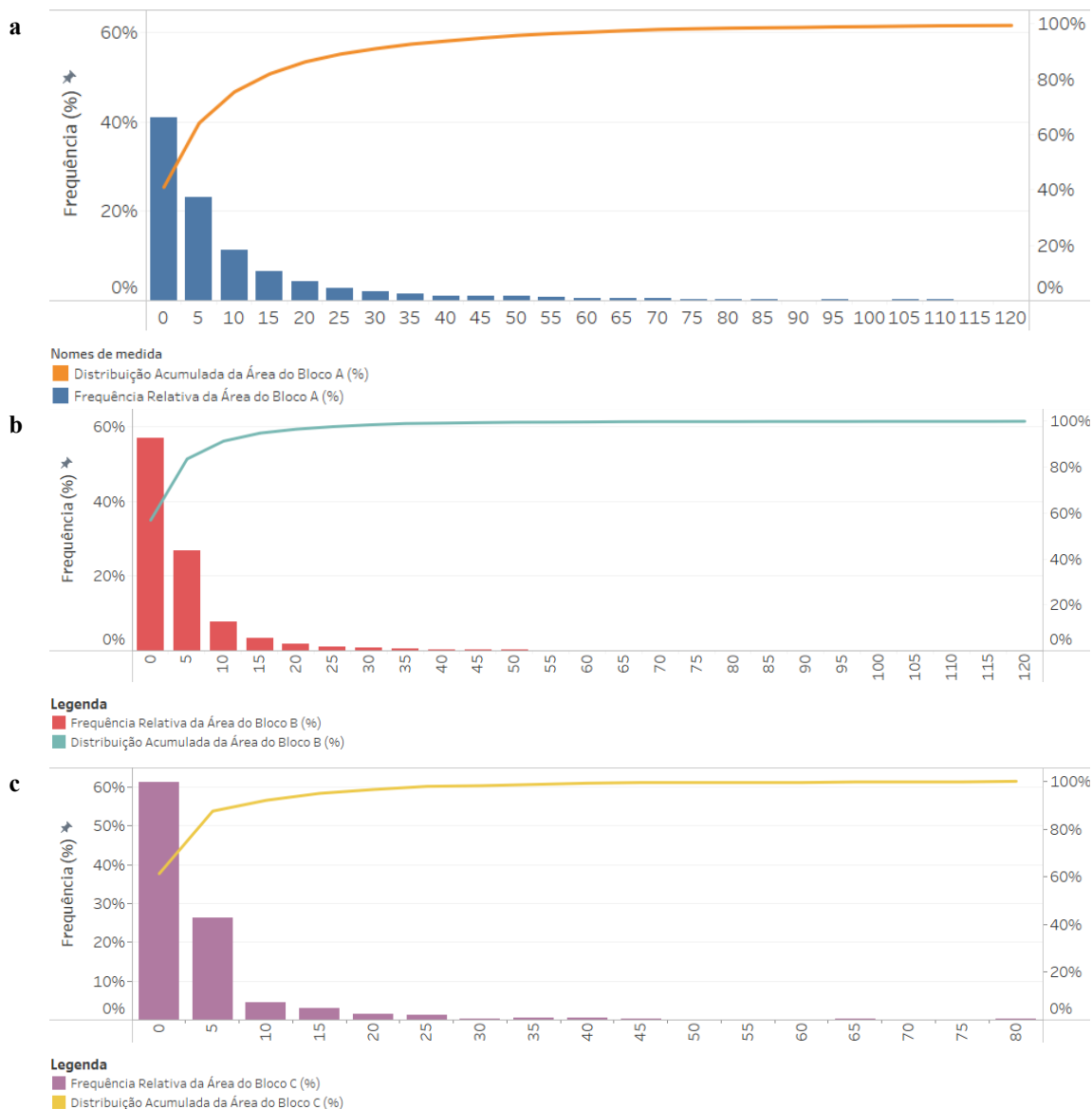
Fonte: Autora.

Assim, a partir da avaliação da distribuição de vazios pelo seu diâmetro de Feret já é possível observar que há uma diferença dos valores dos três blocos estudados. Essa diferença é acentuada principalmente pela concentração de vazios no primeiro intervalo de 2 a 4 μm , observada pela distribuição acumulada dos gráficos da Figura 37 e ainda pela frequência absoluta de vazios maiores de 10 μm , mostrando que a porcentagem relativa de defeitos em relação ao total, neste caso, não é suficiente para ter-se uma ideia efetiva de como os vazios de cada amostra estão distribuídos. Este resultado é um bom indicador da pouca quantidade de descontinuidades de grandes dimensões no bloco C porque, apesar de boa parte dos dados originais serem excluídos na filtragem de vazios, para adequação da resolução (ver seção 4.4.4), apenas os vazios menores que 2,2 μm foram removidos e que estes são realmente todos os vazios medidos em todo o grupo de dados.

5.3.2. DISTRIBUIÇÃO EM RELAÇÃO À ÁREA

A mesma avaliação de distribuição do diâmetro de Feret foi realizada usando os dados de área, separados agora em faixas de $5 \mu\text{m}^2$, como mostrado na Figura 39. Nesta distribuição, tem-se a faixa a partir de $0 \mu\text{m}^2$ pois, mesmo depois da exclusão dos pontos com diâmetro de Feret menor que $2,2 \mu\text{m}$, ainda restaram vazios com área entre 0 e $5 \mu\text{m}^2$.

Figura 39: Distribuição de vazios em relação à Área, apresentando a frequência de vazios em porcentagem e a distribuição acumulada para os três blocos. Bloco A (a),. Bloco B (b) e Bloco C (c).



Fonte: Autora.

Assim, para o primeiro intervalo de frequência, tem-se o mesmo comportamento observado anteriormente, em que pouco mais de 40% dos vazios do bloco A (Figura 39 (a)), estão localizados nessa faixa. Os blocos B e C, Figura 39 (b) e (c), apresentam

porcentagens parecidas no intervalo, de 60% dos vazios nos dois casos. Em sequência, na faixa de 5 a 10 μm^2 , a frequência de vazios dos três blocos é bastante similar, estando entre 20 e 30%.

A distribuição acumulada da área também teve comportamento parecido com o observado nos gráficos de distribuição de diâmetro de Feret, sendo mais de 90% dos pontos dos blocos B e C, Figura 39 (b) e (c), acumulados até a faixa de 10 a 15 μm^2 , enquanto no bloco A, a distribuição só entra nesse patamar em áreas de aproximadamente 30 μm^2 .

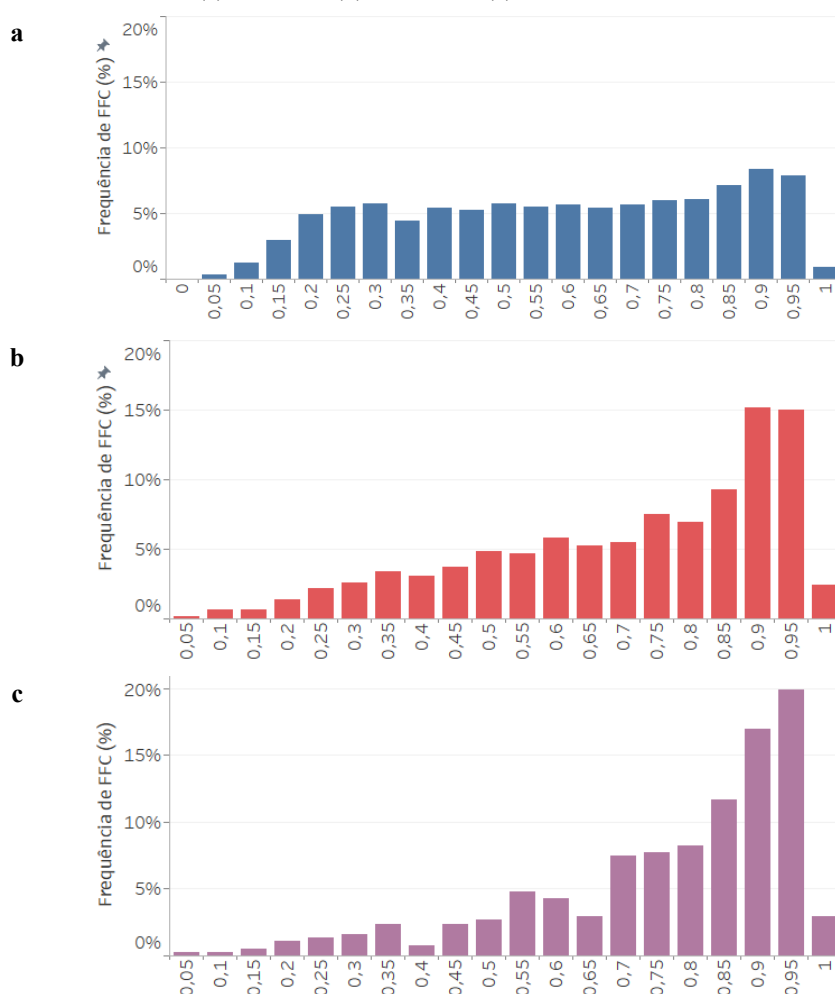
Portanto, nota-se que para a avaliação e comparação de tamanho dos vazios presentes na interface de união, a área mostra a mesma tendência de resultados observados para as análises realizadas em relação ao diâmetro de Feret. Devido à diferença de formatos dos vazios, a distribuição de Área é ainda mais dispersa do que a de diâmetro de Feret, sendo necessário avaliá-la atrelada a parâmetros de forma para melhor entender essa distribuição.

5.4.PARÂMETROS DE FORMA

Após as análises das dimensões dos vazios das interfaces de união por difusão, pelo diâmetro de Feret e pela Área, foram analisadas as distribuições dos parâmetros de forma de Fator de Forma Circular (FFC) e Circularidade, de modo a avaliar as porcentagens de vazios para cada bloco que se encaixam em cada faixa de medida dos parâmetros. Assim, pode-se estabelecer qual a tendência da maior parte das discontinuidades presentes nas condições dos blocos, A, B e C.

O primeiro parâmetro de forma avaliado foi o FFC, que indica o quão irregular é o contorno do objeto quantificado, uma vez que é função do perímetro do mesmo. Com este parâmetro busca-se entender o quão próximo de um círculo perfeito estão os vazios da distribuição, já que durante o processo de união por difusão a tendência é que os processos difusivos formem defeitos bem arredondados, para diminuir a energia livre de superfície. Dessa maneira, quanto maior a presença de vazios com o FFC mais próximo de 1, indica que os processos difusivos para estes vazios provavelmente estão em estágios mais avançados do que aqueles com FFC mais próximo de zero. Na Figura 40 a seguir é possível observar a distribuição de frequência em relação ao parâmetro de forma FFC para os três blocos analisados.

Figura 40: Distribuição de frequência do parâmetro Fator de Forma Circular (FFC) para os vazios das três condições analisadas. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).



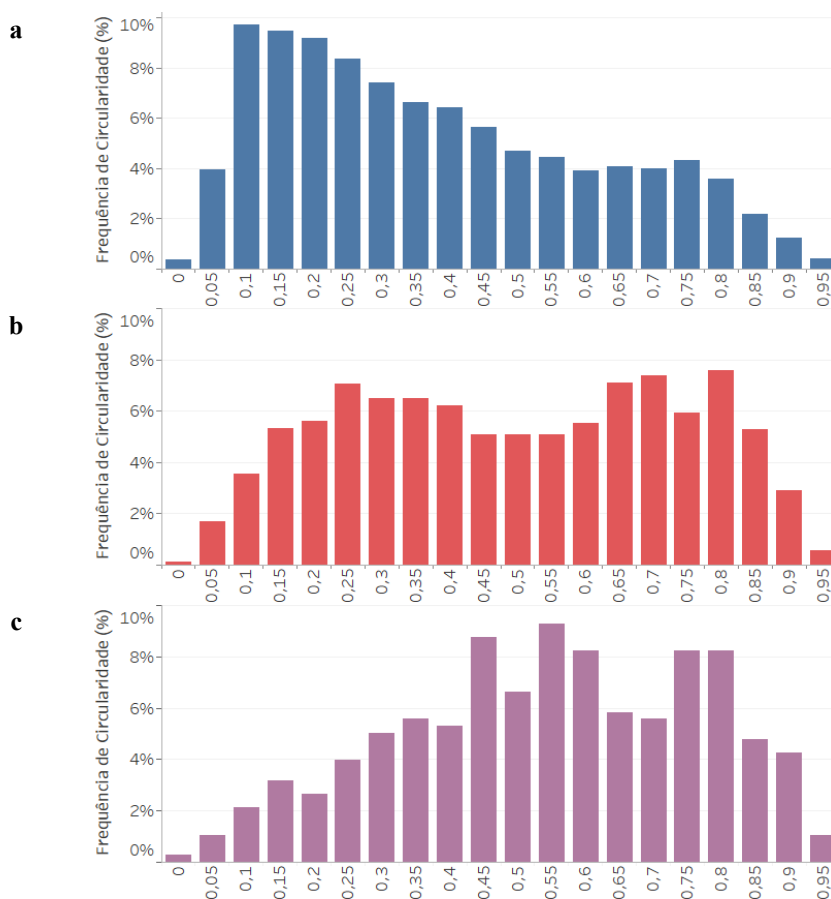
Fonte: Autora.

Novamente, assim como nos casos analisados anteriormente, os blocos B e C apresentam tendências de comportamento similares entre si e o bloco A um comportamento distinto em relação aos demais. Para os blocos B e C há uma tendência para que os vazios sejam classificados com o FFC entre 0,8 e 0,95, ou seja, descontinuidades com formato próximo a um círculo perfeito, que não possuem tantas irregularidades nos contornos dos vazios. Para o bloco C, cerca de 20% dos vazios quantificados tiveram o FFC no intervalo indicado por 0,95 do gráfico (Figura 40 c) e o Bloco B (Figura 40 b) este intervalo indicou aproximadamente 15%. Em contrapartida, o Bloco A (Figura 40 a) demonstrou certa homogeneidade na distribuição do FFC dos vazios, em que de 0,2 a 0,95 todos os intervalos apresentaram cerca de 5% do total, sendo apenas as faixas de 0,9 e 0,95 com valores um pouco maiores, porém sem passar os 8%. Isso demonstra a maior prevalência de vazios com FFC baixo para o bloco A, muito provavelmente devido à diferença de rugosidade das chapas que compõem o bloco unido por difusão, pois os defeitos observados nas chapas de

3mm 2B dificultam o contato entre as superfícies e precisariam de um maior tempo de difusão para atingir o mesmo estado de energia livre de superfície que nos casos dos blocos B e C.

A seguir, verificou-se a distribuição de frequência dos vazios de acordo com o parâmetro morfológico de Circularidade, apresentada na Figura 41 e que teve uma tendência similar às verificadas anteriormente, em que os blocos B e C apresentam comportamento parecido entre si e o bloco A destoa dos mesmos. Assim, os blocos B e C, Figura 41 (b) e (c), tiveram uma distribuição entre 6 e 8% de frequência em todos os intervalos, sem nenhum pico de frequência muito acima dos demais. Já no caso do bloco A (Figura 41 a) há um deslocamento da curva de distribuição à esquerda, indicando a maior concentração de vazios com circularidade entre 0,3 e 0,1.

Figura 41: Frequência do parâmetro de forma Circularidade para cada um dos blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).



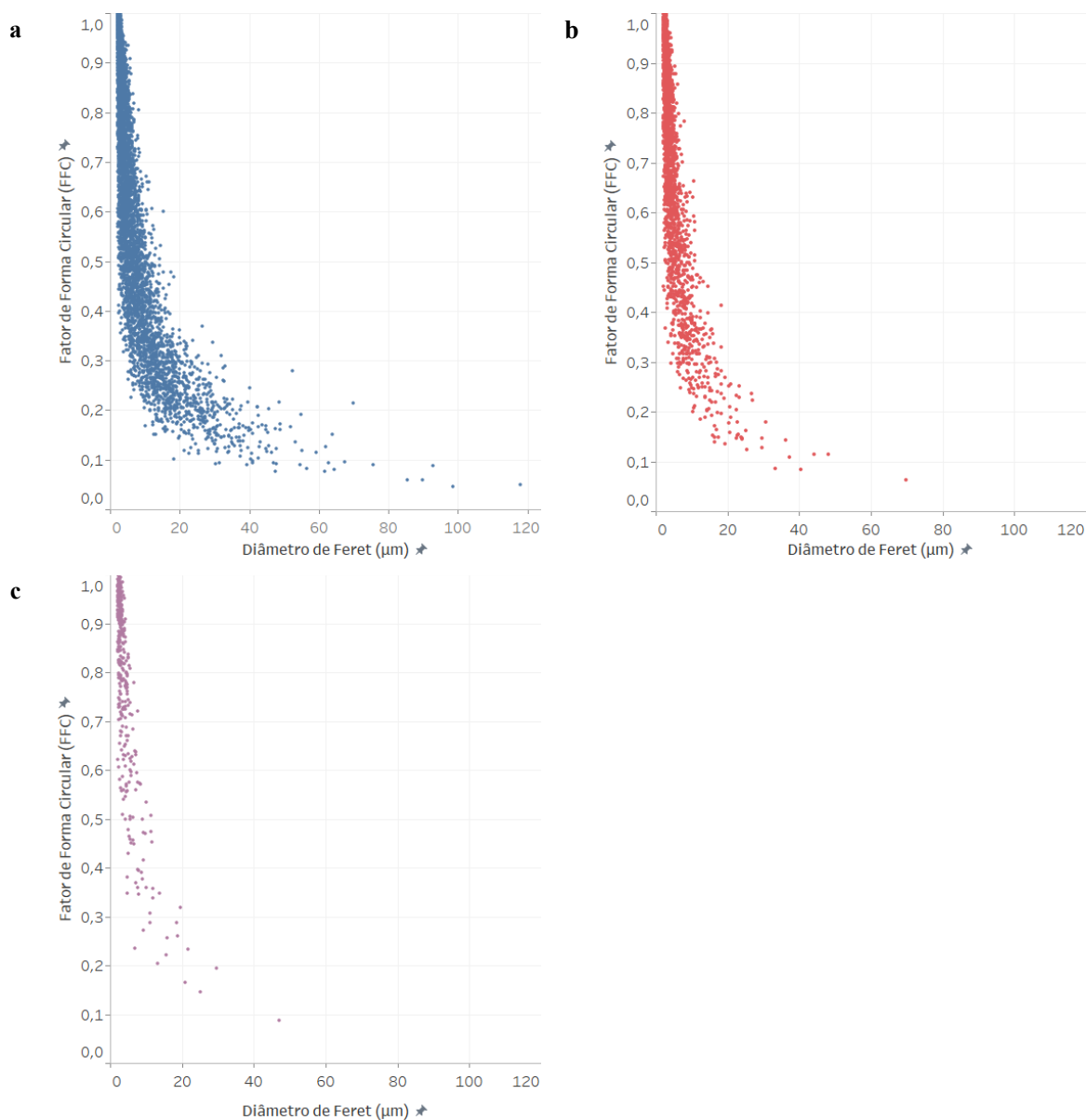
Fonte: Autora.

Dessa maneira, a avaliação da distribuição da frequência dos parâmetros de forma dos vazios mostrou, assim como as distribuições de tamanho por diâmetro de Feret e Área, que os vazios do bloco A apresentam uma tendência a serem mais longos e irregulares. Já

os blocos B e C apresentam a tendência de vazios mais arredondados, com certa proximidade de valores entre si.

Para complementar a análise destes resultados fez-se uma comparação da relação entre o diâmetro de Feret e os parâmetros de forma, seguido da relação entre a Área e os parâmetros de forma. O gráfico da Figura 42 apresenta a relação diâmetro de Feret e o parâmetro FFC para os vazios dos três blocos.

Figura 42: Reação entre o diâmetro de Feret e o FFC dos vazios para cada um dos blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).



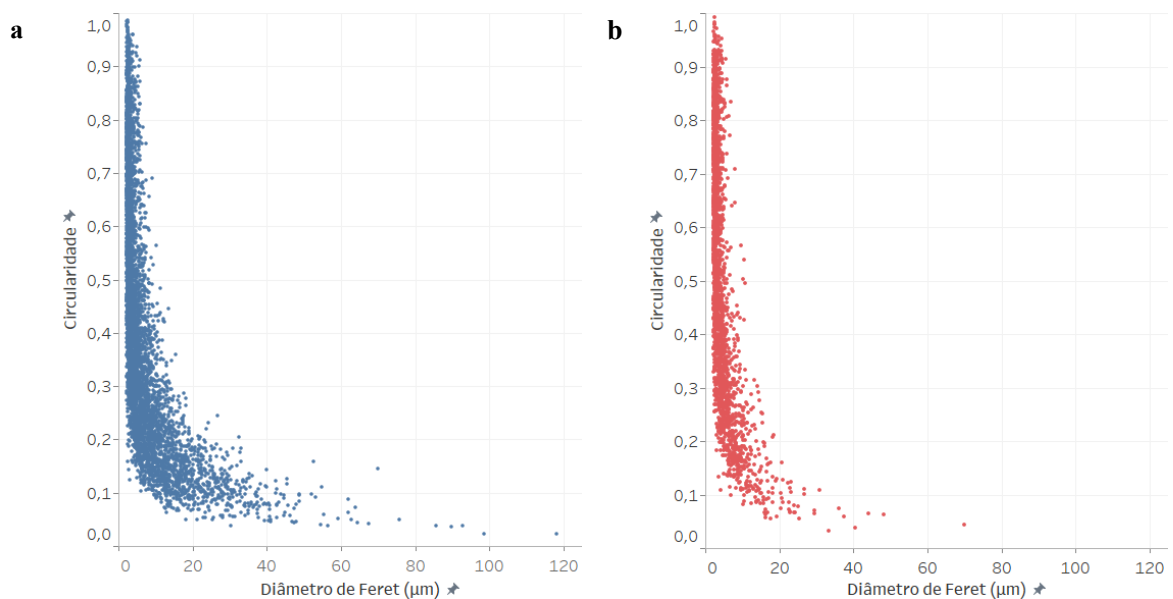
Fonte: Autora.

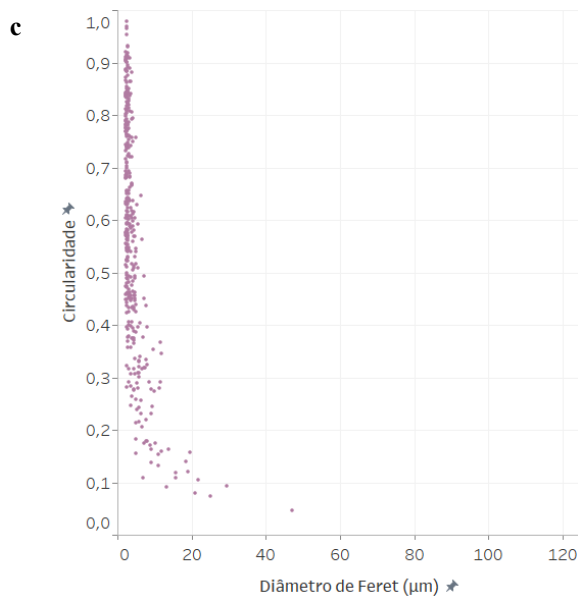
O comportamento dos vazios é muito similar nos três casos, sendo que à medida que o Fator de Forma Circular se aproxima de 1, o valor do diâmetro de Feret diminui, havendo uma concentração de pontos muito grande nessa região nas três condições. No

mesmo sentido, ao observar o aumento do tamanho das discontinuidades, o Fator de Forma Circular tende a diminuir, observando-se apenas pontos dispersos para os vazios com FFC abaixo de 0,1 para os três blocos. Ademais, na faixa abaixo de FFC igual a 0,2, é bastante evidente a maior quantidade de vazios presentes aglomerados no gráfico do bloco A, Figura 42 (a), seguido do bloco B, Figura 42 (b), e do bloco C, Figura 42 (c), sendo que o bloco C apresenta apenas alguns pontos isolados no gráfico. Além disso, há uma clara diferença no volume de pontos nos gráficos, causada pela variação de contagem de objetos medidos para cada um dos blocos, conforme já havia sido evidenciado nas análises descritivas. O comportamento observado para cada um dos blocos é compatível com os gráficos de frequência de dimensão e parâmetro de forma que foram analisados anteriormente.

No mesmo sentido, analisou-se a relação entre o diâmetro de Feret e o fator de forma da Circularidade para cada um dos blocos, conforme é mostrado na Figura 43.

Figura 43: Reação entre o diâmetro de Feret e a Circularidade dos vazios para cada um dos blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).





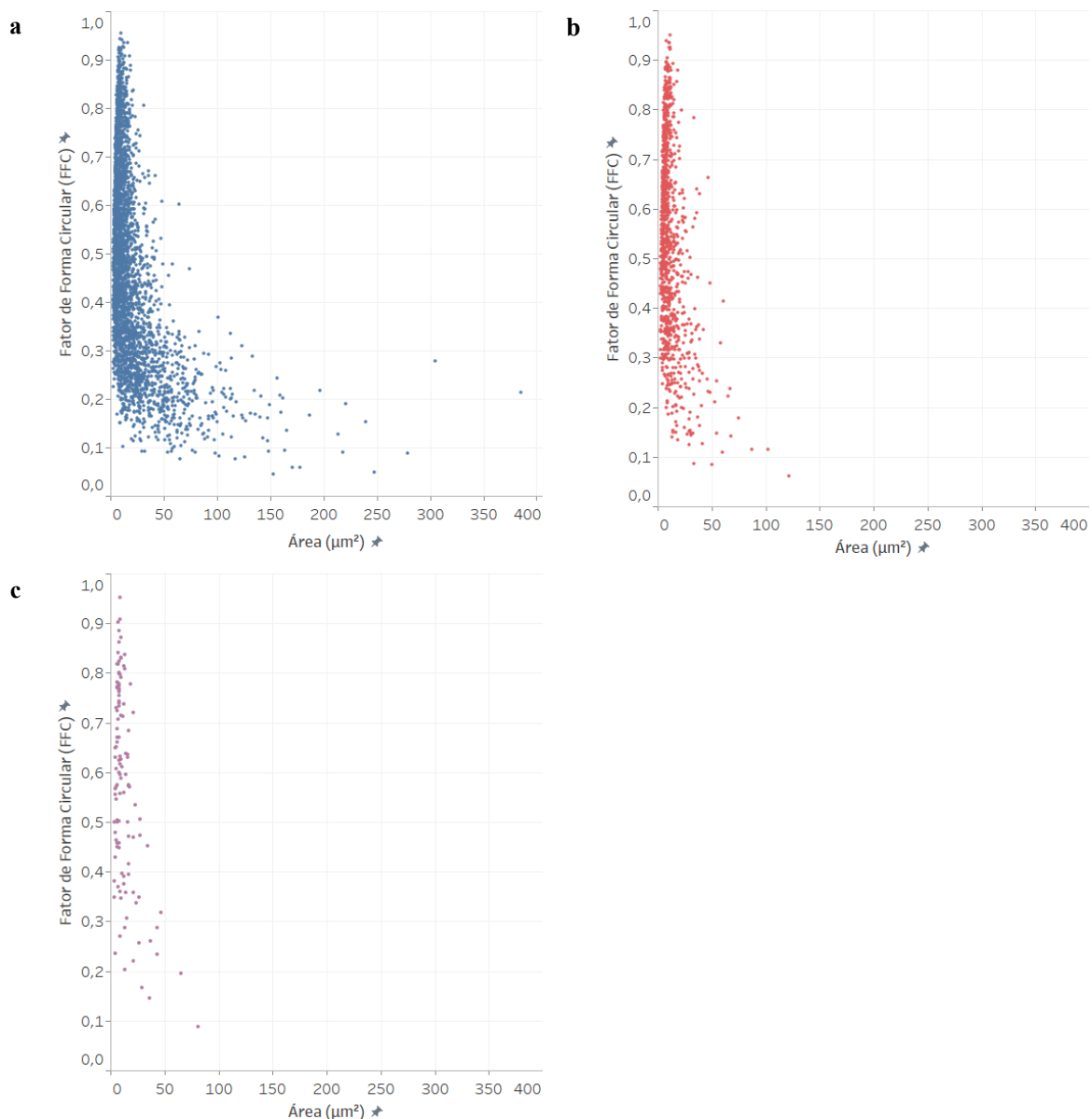
Fonte: Autora.

No caso do parâmetro da Circularidade, há uma presença maior de pontos, ou seja, de vazios, em valores abaixo de 0,1 para os três blocos, observando-se uma maior concentração de pontos na região inferior do gráfico. Assim como no caso do parâmetro FFC, pode-se perceber que o bloco A, Figura 43 (a), é a condição com a maior quantidade de vazios de 0 a 0,2, o bloco B, Figura 43 (b), possui uma quantidade menor destes vazios e o bloco C, Figura 43 (c), este número além de ainda menor está disperso.

Esses resultados estão de acordo com a distribuição de frequência apresentada nos gráficos das Figura 40 e Figura 41. Nos gráficos das Figura 42 e Figura 43 também foi possível perceber a clara relação entre o tamanho dos vazios, avaliado como o diâmetro de Feret, com o valor do fator de forma, pois há uma tendência de que os vazios com maior tamanho apresentem os parâmetros mais baixos do fator de forma.

Na sequência, fez-se a mesma análise para verificar como é a relação entre a área dos vazios e o parâmetro FFC, para conferir se o comportamento dos vazios é o mesmo que o observado em relação ao diâmetro de Feret, já que nas distribuições de frequência esse comportamento é observado. Na Figura 44 são apresentados os gráficos para os blocos A, B e C.

Figura 44: Reação entre a Área e o FFC dos vazios para cada um dos blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).

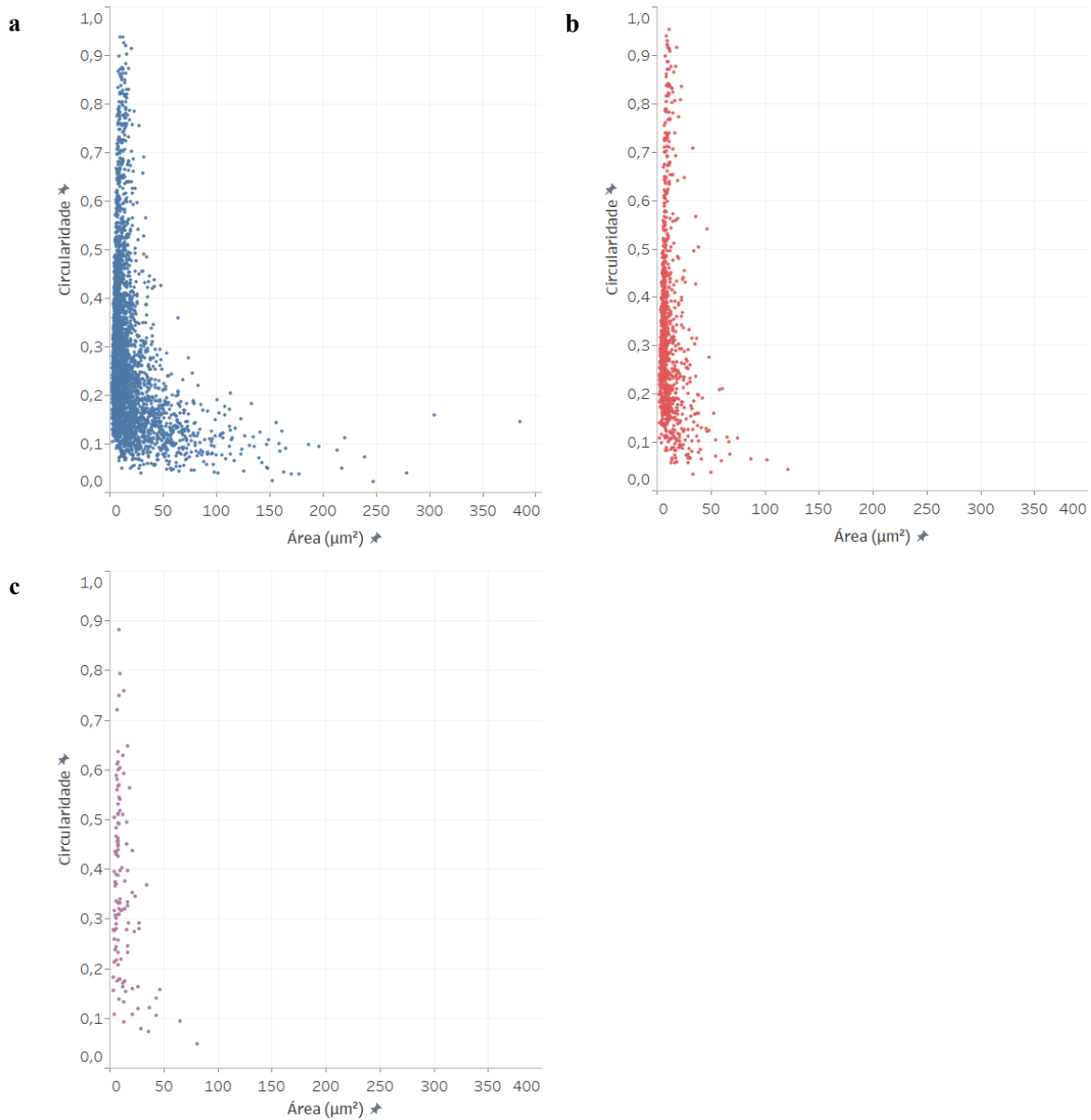


Fonte: Autora.

Nos gráficos do FFC em relação à área (Figura 44), o comportamento observado é bastante parecido com o do diâmetro de Feret, porém há uma dispersão maior dos pontos neste caso, havendo, assim, mais pontos fora das regiões em que há uma concentração de pontos próxima ao eixo y. Assim, percebe-se que os pontos nos gráficos estão mais espalhados, principalmente para valores de FFC abaixo de 0,3 e em especial no caso do bloco A, Figura 44 (a), em que a nuvem de pontos é ainda maior em relação ao gráfico do bloco B e C, Figura 44 (b) e (c) do que nos gráficos em relação ao diâmetro de Feret (Figura 42).

Da mesma forma, repetiu-se a análise da área em relação ao parâmetro da Circularidade, conforme os gráficos da Figura 45.

Figura 45: Reação entre a Área e a Circularidade dos vazios para cada um dos blocos. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).



Fonte: Autora.

Assim como no caso anterior, o comportamento apresentado no caso da circularidade em relação à área é similar ao comportamento em relação ao diâmetro de Feret, porém, neste caso, há uma maior aglomeração na parte inferior dos gráficos na faixa a partir de 0,3 de Circularidade. Nos três gráficos, dos blocos A, B e C, a nuvem de pontos tende a se localizar na região inferior, sendo diferente dos casos anteriores em que ela ocorria na parte superior esquerda, próximo ao eixo y e aos parâmetros em 1,0.

Dessa maneira, a distribuição dos pontos nas análises entre os parâmetros de forma, FFC e Circularidade, e o tamanho dos defeitos, diâmetro de Feret e área, está diretamente relacionado aos defeitos das chapas de aço inoxidável da matéria prima analisados inicialmente no trabalho, pelas características topográficas diferentes das chapas dos blocos A, B e C assim como pela presença de vazios remanescentes do processo de união por difusão observados após o processo.

5.5. ENSAIOS MECÂNICOS

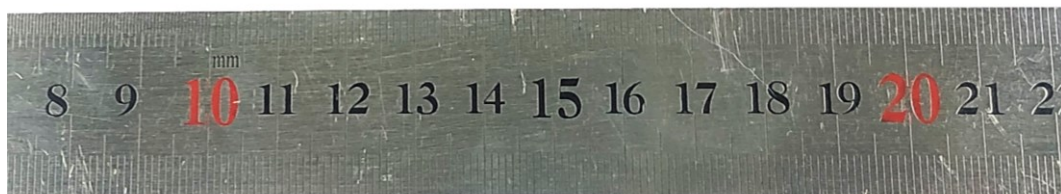
Os ensaios para a caracterização mecânica dos corpos de prova retirados dos blocos unidos por difusão foram executados em uma empresa externa com todos os certificados do INMETRO, de modo que todos os equipamentos devem estar devidamente calibrados para a execução dos testes. Assim, após o recebimento das amostras ensaiadas, registrou-se as imagens dos corpos de prova para avaliar e comparar o modo de fratura de cada uma delas, conforme é apresentado na Figura 46.

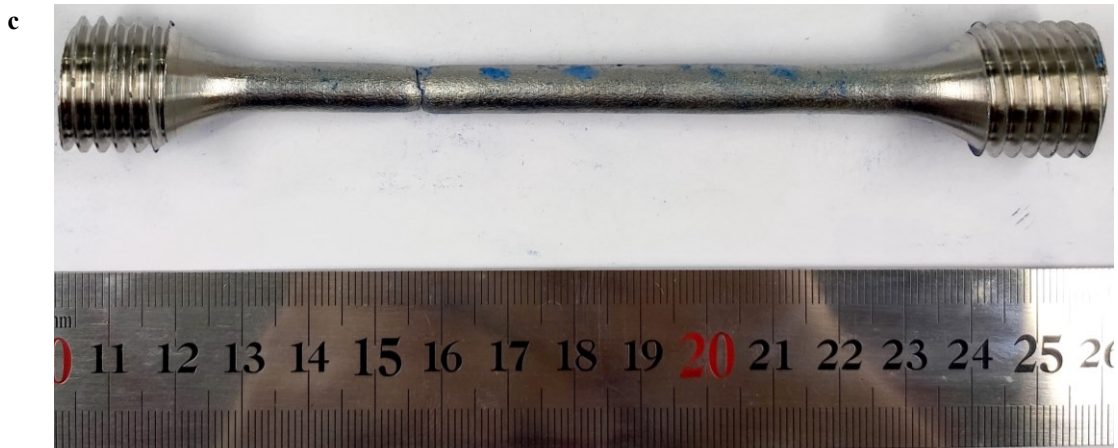
Figura 46: Corpos de Prova típicos para cada bloco unido por difusão após o ensaio de tração uniaxial. Bloco A (a), Bloco B (b) e Bloco C (c).

a



b

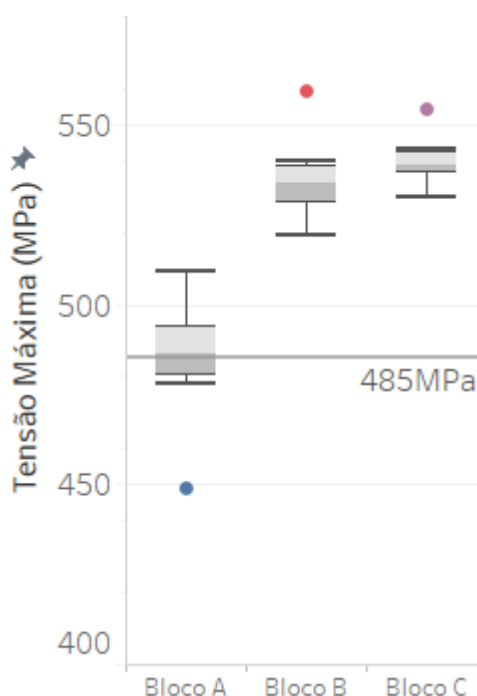




Fonte: Autora.

Para avaliar a influência dos acabamentos de superfície das chapas na união dos blocos soldados por difusão, avaliou-se as propriedades mecânicas de Tensão Máxima, Tensão de Escoamento, Tensão de Ruptura, Alongamento e Redução de Área. Dessa maneira, buscou-se compreender qual a diferença quantitativa nas propriedades mecânicas que as variações das chapas causam, uma vez que o contato inicial entre as chapas direciona os pontos de união iniciais. O resultado de tensão máxima dos três blocos pode ser observado na Figura 47.

Figura 47: Gráficos de caixa da Tensão Máxima dos Blocos A, B e C com a tensão máxima mínima de 485 MPa estabelecida na norma ASTM A240 indicada.



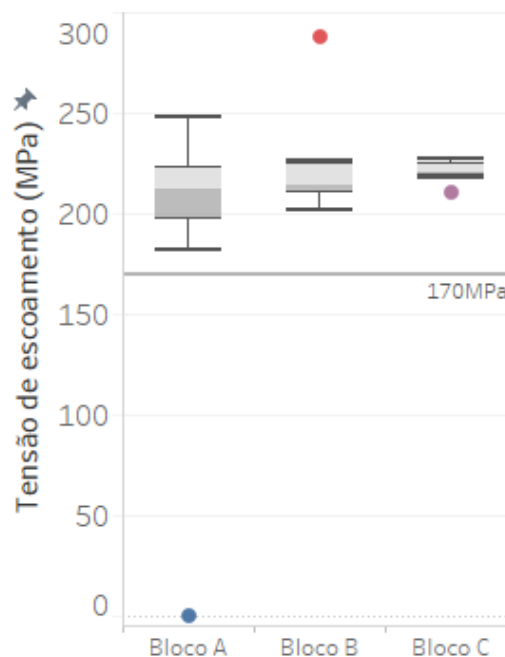
Fonte: Autora.

Observando-se o comportamento dos oito corpos de prova de Tensão Máxima, observa-se um resultado semelhante aos das medidas descritivas de análise de imagens, em

que os blocos B e C são bastantes semelhantes e o bloco A é discrepante destes. Quase 50% dos resultados do bloco A estavam abaixo da tensão mínima indicada pela norma ASTM A240, de 485 MPa, cuja mediana foi de 486,5 MPa e cujo valor máximo encontrado no limite superior foi de 509 MPa. O valor mínimo do limite inferior dos demais blocos, B e C, foi de 519 e 530 MPa respectivamente, evidenciando a grande diferença na resistência mecânica final das uniões para os três blocos analisados. O bloco C teve maior reprodutibilidade de resultados, pois os mesmos apresentaram distribuição menor de acordo com sua caixa, sendo os valores do final do terceiro quartil e do limite superior praticamente os mesmos, de 542 e 543 MPa. A amplitude máxima dos resultados do bloco C foram de 13 MPa no total, enquanto para o bloco B essa amplitude foi de 21 MPa. Em contrapartida, todos os três blocos apresentaram um dado indicado como outlier, sendo o do bloco A no limite inferior, de 449 MPa e os outliers dos blocos B e C acima do limite superior, de 559 e 554 MPa. Dessa forma, pode-se perceber que os blocos B e C conseguiram atingir as métricas estabelecidas em norma e superá-las com bastante facilidade, em contrapartida aos resultados obtidos no bloco A, que indicam que o bloco não seria qualificado de acordo com a ASTM A240.

Na sequência, avaliou-se os resultados da tensão de escoamento dos três blocos unidos por difusão, por meio do gráfico apresentado na Figura 48.

Figura 48: Gráficos de caixa da Tensão de Escoamento dos Blocos A, B e C com a tensão de escoamento mínima de 170 MPa estabelecida na norma ASTM A240 indicada.

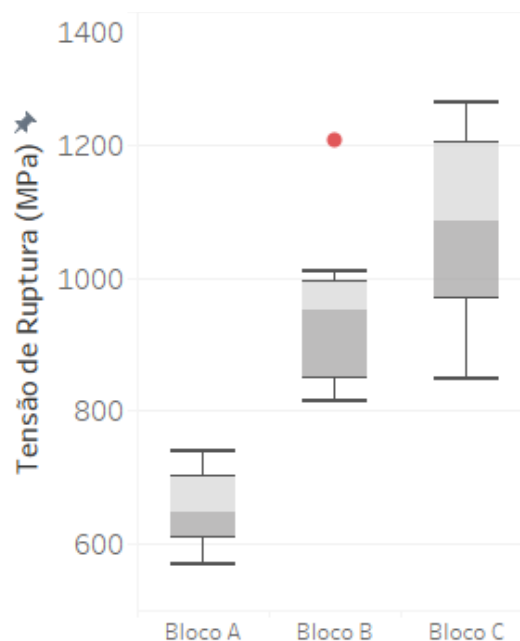


Fonte: Autora.

O resultado da tensão de escoamento já não apresentou um desempenho semelhante ao da tensão máxima, uma vez que todos os blocos conseguiram atingir, e superar, o valor mínimo estabelecido pela norma ASTM A240, de 170 MPa. Apesar disso, os três blocos apresentaram diferenças evidentes na distribuição de seus resultados, sendo a amplitude total dos dados do bloco A de 66 MPa, do bloco B de 24 MPa e do bloco C de 9 MPa. Portanto, apesar dos valores do limite superior do bloco A serem de 248 MPa contra 225 MPa do bloco C, a maior concentração na distribuição de dados do bloco C indica uma confiabilidade de resultados muito superior, pois até mesmo seu outlier, cujo valor está abaixo do limite inferior, de 218 MPa, tem resultado próximo aos demais dados, sendo de 210 MPa. A caixa do bloco B também apresenta uma reprodutibilidade de resultados mais confiável do que as do bloco A, corroborando com os demais resultados observados anteriormente.

Finalmente, para terminar de avaliar as propriedades relativas à resistência mecânica dos corpos de prova, verificou-se a tensão de ruptura dos blocos A, B e C, como é mostrado no gráfico da Figura 49.

Figura 49: Gráficos de caixa da Tensão de Ruptura dos Blocos A, B e C.



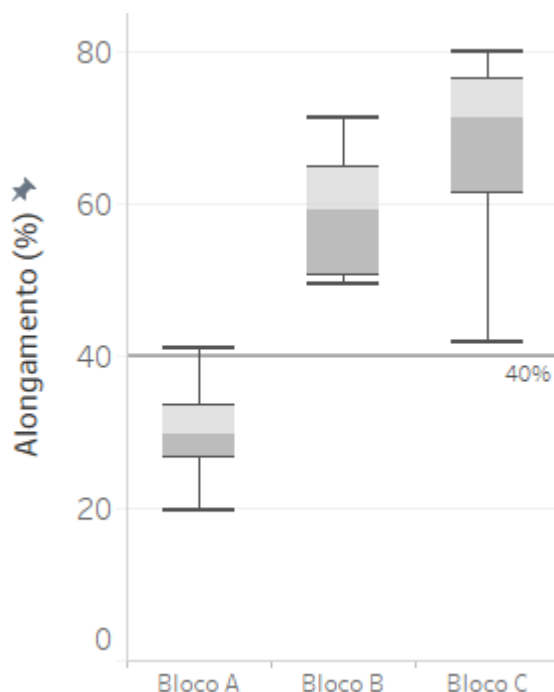
Fonte: Autora.

A tensão de ruptura encontrada para os blocos mostra de forma clara a diferença final na união de cada um deles, uma vez que os resultados referentes ao bloco A são bastante inferiores do que os outros dois. A distribuição dos pontos do bloco A está relativamente uniforme, pois a distância entre o limite inferior, de 570 MPa, para o primeiro quartil é de 40 MPa e a do terceiro quartil até o limite superior, de 739 MPa, é de

39 MPa. Além disso, a distância da mediana, de 647,5 MPa, para o primeiro quartil é de 37,5 MPa e para o terceiro quartil é de 57,5 MPa. Os dados dos resultados do bloco B são todos superiores aos do bloco A, sendo o limite inferior de 814 MPa, 75 MPa acima do limite superior do bloco A. A mediana desse bloco é de 952 MPa e o limite superior de 1009 MPa, possuindo um outlier acima deste de 1207 MPa. Finalmente, o limite inferior e o primeiro quartil da tensão de ruptura obtida dos CPs do bloco C tiveram sobreposição de pontos com o bloco B, porém seus resultados foram ainda mais altos. A mediana obtida foi de 1085 MPa, acima do limite superior do bloco B, e o terceiro quartil foi de 1201 MPa, valor bastante próximo ao outlier referente ao bloco B. Finalmente, o limite superior do Bloco C foi de 1263 MPa, reforçando, mais uma vez, seu melhor desempenho entre os resultados avaliados, em comparação aos demais blocos unidos por difusão.

Em seguida, avaliou-se as propriedades mecânicas relativas à ductilidade final resultante do processo de união por difusão dos blocos A, B e C, de acordo com o seu alongamento, e o valor mínimo exigido em norma, assim como a redução de área dos corpos de prova ensaiados. Na Figura 50 é apresentada a distribuição dos resultados de alongamento.

Figura 50: Gráficos de caixa do Alongamento dos Blocos A, B e C.



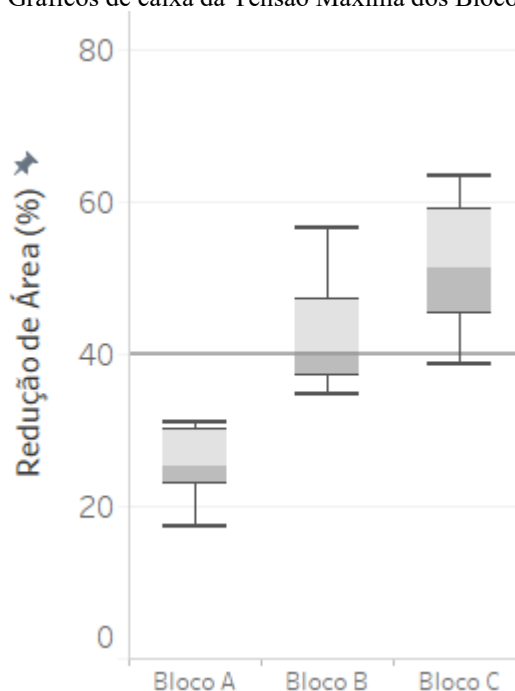
Fonte: Autora.

Como pode-se visualizar nos gráficos de caixa da Figura 50, o bloco A teve quase todos os seus resultados abaixo dos 40% de alongamento estabelecidos em norma, tendo

apenas o limite superior do gráfico de caixa de 41%. Os demais blocos conseguiram superar o limite mínimo definido pela norma em todos os pontos, apesar do limite inferior do gráfico de caixa do bloco C estar em 41,8%, próximo a ele. Entretanto, o primeiro quartil do bloco C é de 61,2%, indicando que há 25% dos dados entre 41 e 61, ou seja, a maior parte dos resultados encontram-se acima de 61%, valor bem superior ao valor da norma. Os resultados do bloco B tiveram a sua distribuição levemente deslocada, o primeiro quartil e o limite inferior estão quase sobrepostos, indicando que 50% dos dados variam entre 49,6 e 59,2%. O terceiro quartil e o limite superior apresentam uma distância de 6,5%, entre 64,6 e 71,2%. Finalmente, tem-se o valor do terceiro quartil, e o limite superior do bloco C, que apresentaram valores bem superiores aos demais, de 76,3% e 80%, complementando os seus resultados que demonstram a qualidade de sua união por difusão.

Por último, como forma de complementar a análise, avaliou-se a redução de área das amostras ensaiadas dos blocos unidos por difusão, e utilizou-se os mesmos 40% de referência do alongamento, uma vez que esta não é uma propriedade mecânica delimitada pela norma ASTM A240. O gráfico com os resultados de redução de área consta na Figura 51.

Figura 51: Gráficos de caixa da Tensão Máxima dos Blocos A, B e C.



Fonte: Autora.

Os resultados observados para a redução de área têm o mesmo comportamento que o encontrado para o alongamento dos blocos A, B e C, porém com valores mais baixos. O bloco B teve 50% de seus resultados acima dos 40% estipulados como base de comparação

e o bloco C mais de 75% dos dados conseguiram superar essa marca. Já no caso do bloco A, o limite superior chegou a apenas 31%, ainda não sendo próximo dos 40%. Portanto, tem-se mais uma vez resultados mais próximos entre os blocos B e C e bem discrepantes do bloco A.

Concluindo, os resultados dos ensaios mecânicos realizados, no geral, conseguiram mostrar quantitativamente a influência da quantidade e tamanho de defeitos nas interfaces de união para os três blocos unidos por difusão. O bloco A, fabricado com as chapas de 3 mm 2B, obteve os piores resultados em todas as propriedades avaliadas, provavelmente pela influência da pior integridade de superfície das chapas, que influenciou o contato entre elas no processo de união. O bloco C, formado de chapas de 1 mm polidas mecanicamente, apresentou os melhores resultados e/ou a melhor confiabilidade dos mesmos, corroborando que a menor quantidade de defeitos nas linhas de união e com tamanho médio bem inferior tem influência positiva nas propriedades mecânicas finais do dispositivo unido por difusão. Finalmente, o bloco B conseguiu atingir comportamentos semelhantes aos do bloco C, porém com desempenho final um pouco inferior, o que está de acordo com os resultados da análise de imagens, uma vez que suas distribuições tiveram resultados parecidos com os do bloco C, porém com uma quantidade de vazios medidos superior.

Dessa maneira, pode-se entender que os resultados das análises de imagem estão de acordo com os encontrados pelas análises das propriedades mecânicas e que ambas podem ser utilizadas para avaliar a qualidade da união de um dispositivo fabricado pela soldagem por difusão.

5.6.FRACTOGRAFIA

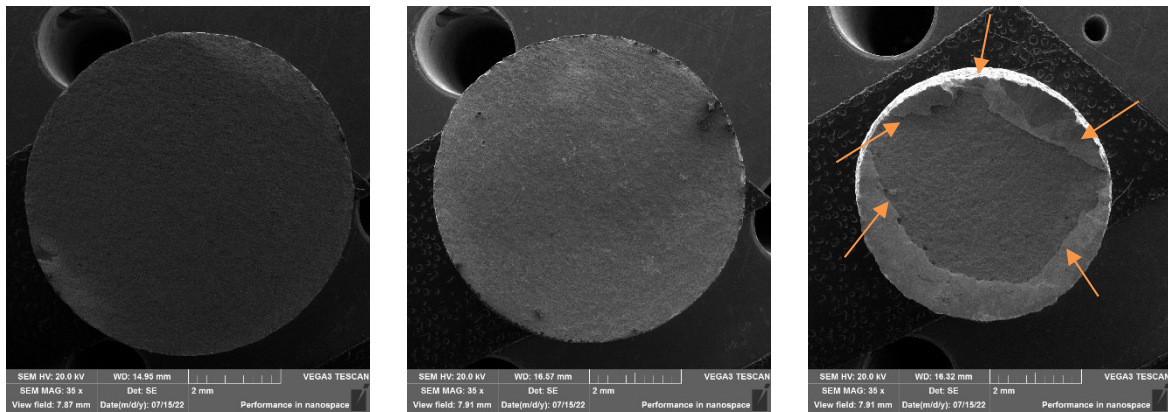
Para complementar os resultados obtidos anteriormente, principalmente das análises das projeções axonométricas e topográficas das chapas dos blocos unidos por difusão e dos ensaios mecânicos executados nas amostras retiradas dos mesmos, foram analisadas as superfícies de fratura dos corpos de prova após a ruptura do ensaio de tração uniaxial. Assim, analisou-se inicialmente os corpos de prova em 35x, para se ter uma noção de suas características macroscópicas e como elas se distinguem entre si. Na sequência, analisou-se os mesmos CP's em 500x, 1000x, 2000x e 5000x, para entender as características de deformação e fratura e como elas se relacionam com as propriedades iniciais das chapas previamente analisadas e com as propriedades mecânicas medidas após o processo de união por difusão.

Para realizar as análises de fratura, foram observados dois corpos de prova de cada bloco unido por difusão, sendo analisadas ambas as superfícies de cada um deles. Na

Figura 52 e

Figura 53 são mostradas cada uma das superfícies de fratura dos dois corpos de prova analisados, chamados de Q2 e Q4 (pois foram retirados dos quadrantes II e IV dos blocos unidos por difusão).

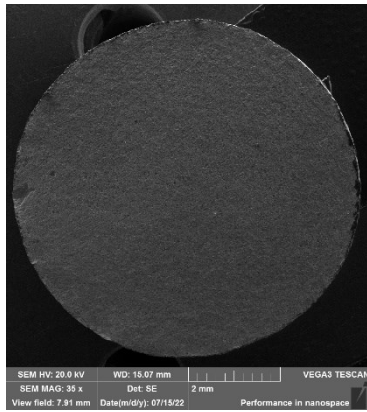
Figura 52: Imagens em 35x das amostras do Q2, focalizando toda a superfície de fratura.



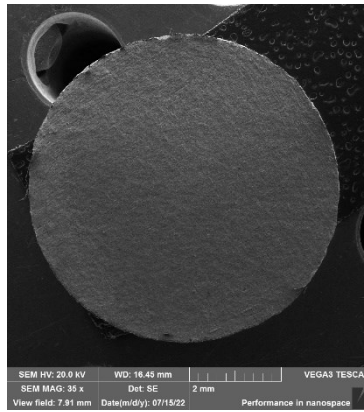
a Bloco A – Q2 – Lado 1 (35x)

b Bloco B – Q2 – Lado 1 (35x)

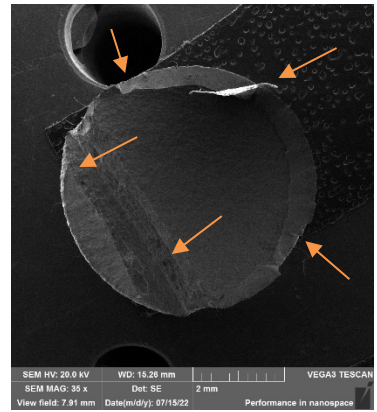
c Bloco C – Q2 – Lado 1 (35x)



d Bloco A – Q2 – Lado 2 (35x)



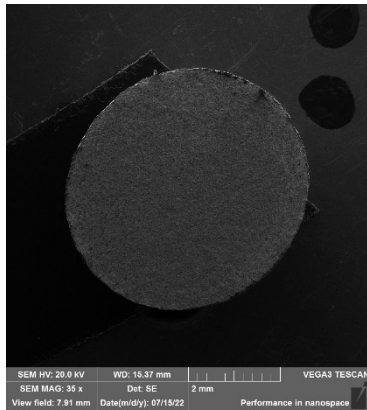
e Bloco B – Q2 – Lado 2 (35x)



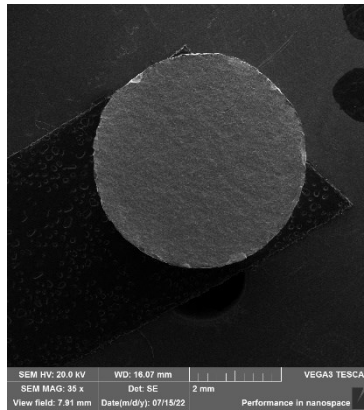
f Bloco C – Q2 – Lado 2 (35x)

Fonte: Autora.

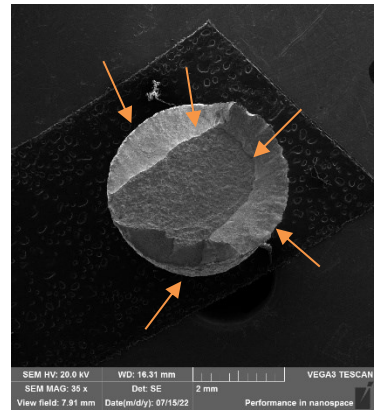
Figura 53: Imagens em 35x das amostras do Q4, focalizando toda a superfície de fratura:



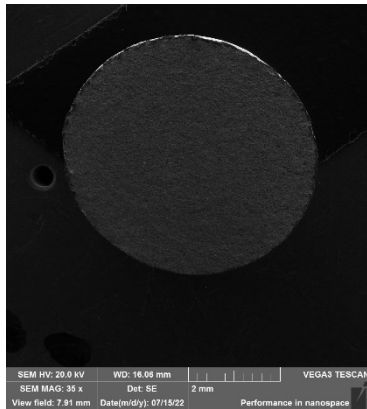
a Bloco A – Q4 – Lado 1 (35x)



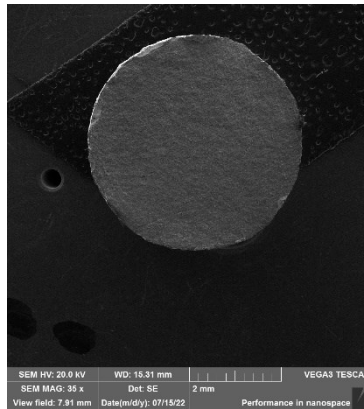
b Bloco B – Q4 – Lado 1 (35x)



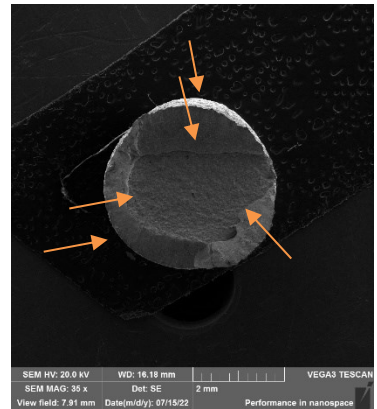
c Bloco C – Q4 – Lado 1 (35x)



d Bloco A – Q4 – Lado 2 (35x)



e Bloco B – Q4 – Lado 2 (35x)



f Bloco C – Q4 – Lado 2 (35x)

Fonte: Autora.

Em ambas as amostras de cada bloco, Q2 e Q4, o resultado da fratura observado é semelhante, indicando que passaram pelo mesmo modo de fratura. Os blocos A e B apresentaram uma superfície de aspecto mais liso, ver

Figura 52 e

Figura 53, (a), (b), (d) e (e), causado pelo descolamento total entre duas chapas do bloco, enquanto que o bloco C,

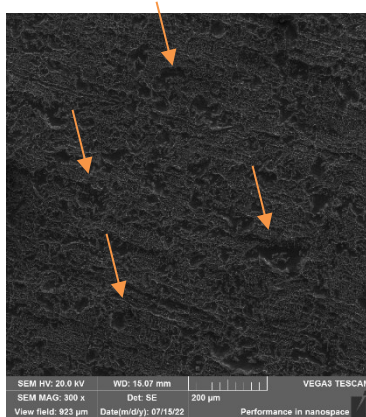
Figura 52 e

Figura 53, (c) e (f) apresentou o rompimento entre mais chapas do bloco, com regiões de deformação por cisalhamento dos planos atômicos, como ocorre em uma fratura dúctil de amostras maciças. Nesta amostra, há um plano de deformação com 45° de inclinação partindo das regiões de borda das amostras, deixando um aspecto geral da fratura semelhante a uma fratura taça-cone, fratura típica de metais dúcteis.

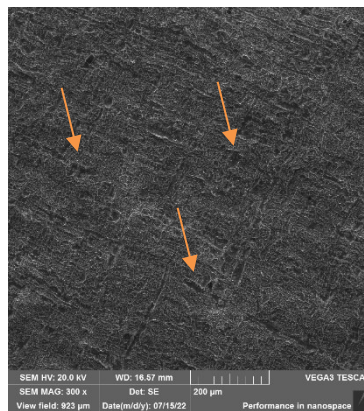
Apesar disso, todas as amostras observadas parecem ter um aspecto de rugosidade da superfície parecidos, resultado da deformação das regiões com pontos unidos por difusão. Para se observar em mais detalhes as características de deformação das superfícies, na Figura 54 e

Figura 55 são apresentadas as imagens obtidas em MEV nos aumentos de 300x, 1000x e 2000x no centro das amostras Q2 e Q4 dos blocos A, B e C.

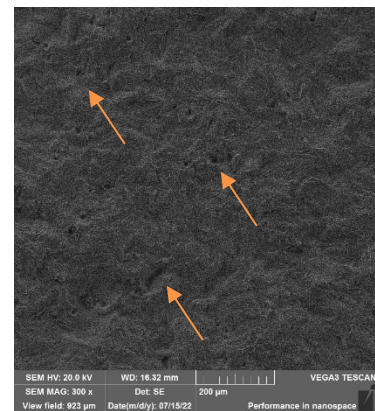
Figura 54: Imagens de MEV do centro das amostras do segundo quadrante (Q2) do lado 1 dos corpos de prova, nos aumentos de 300x, 1000x e 2000x, dos blocos A, B e C.



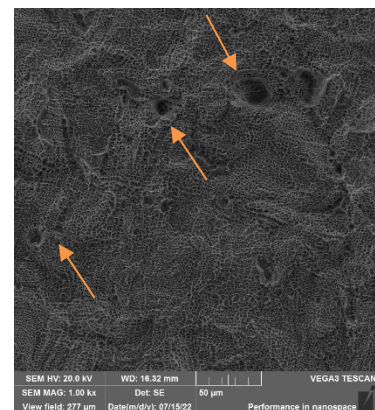
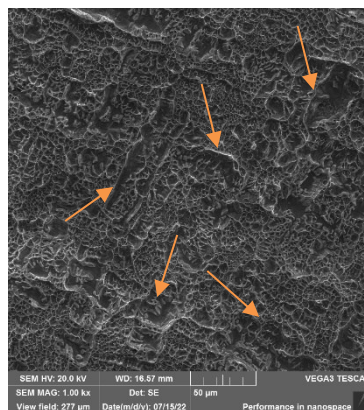
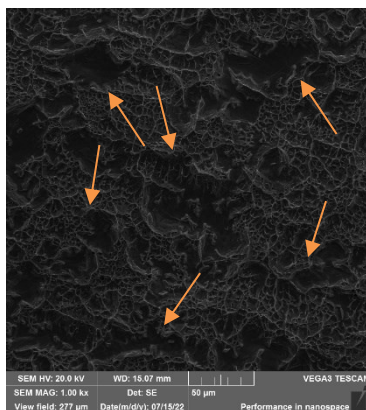
a Bloco A – Q2 – ponto 1 (300x)

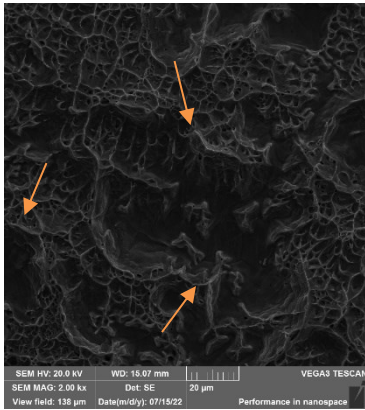
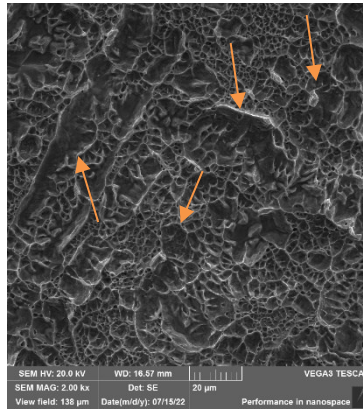
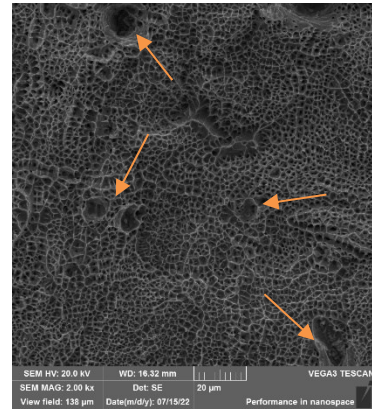


b Bloco B – Q2 – ponto 1 (300x)



c Bloco C – Q2 – ponto 1 (300x)



d Bloco A – Q2 – ponto 1 (1000x)**e** Bloco B – Q2 – ponto 1 (1000x)**f** Bloco C – Q2 – ponto 1 (1000x)**g** Bloco A – Q2 – ponto 1 (2000x)**h** Bloco B – Q2 – ponto 1 (2000x)**i** Bloco C – Q2 – ponto 1 (2000x)

Fonte: Autora.

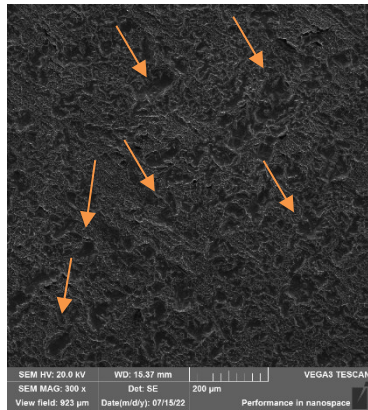
Analisando-se inicialmente as imagens com aumento de 300x, na Figura 54 (a-c), é possível perceber as diferenças entre o aspecto das fraturas dos blocos A, B e C. Nos casos dos blocos A e B, a superfície parece reta nas imagens, contrapondo-se ao bloco C, que parece possuir um relevo, com regiões de picos e vales, apesar da superfície ser mais suave que as observadas nos demais blocos. Ao avaliar as imagens em 1000x, Figura 54 (d-f), as diferenças entre cada uma das fraturas dos três blocos são bem evidentes. Nos três casos nota-se a presença de alvéolos de deformação dúctil, porém não da maneira típica observada em amostras de metal maciço, além disso, é notável a diferença no tamanho desses alvéolos entre as amostras, sendo eles muito maiores e heterogêneos no caso do bloco A, com alvéolos menores, mas ainda dispersos e irregulares, enquanto que, no caso do bloco B, os alvéolos são bem menores, sendo ainda homogêneos para o bloco C. Na imagem da Figura 54 (d) e (g), além dos alvéolos irregulares, também são observados defeitos mais profundos, que parecem não apresentar características de fratura e sim de defeitos prévios das chapas da matéria prima de 3 mm com acabamento 2B do bloco A.

Nas imagens referentes ao bloco B, Figura 54 (e) e (h), também são observados alguns pontos de defeitos mais profundos que parecem não terem passado pelo processo de união por difusão, porém com tamanho bem menor e menos disforme do que no caso do bloco A. Nestes dois casos, possivelmente houve a deformação dúctil apenas nas regiões de “*necks*” formados entre as asperidades que entraram em contato durante a união, por isso houve uma aparência de fratura reta, apenas de descolamento, pois a deformação causada pelo ensaio de tração foi apenas localizada e não global.

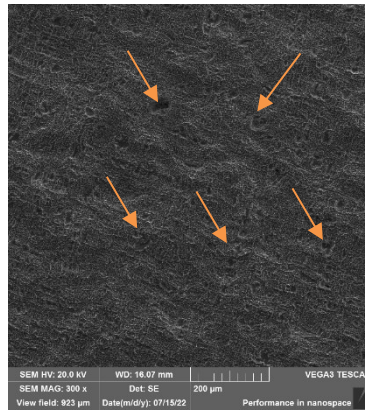
Finalmente, tem-se as imagens ampliadas do bloco C, Figura 54 (f) e (i), com alvéolos de tamanho bem reduzido e bem homogêneos, além de uma superfície mais

deformada como um todo e não tão reta como dos casos anteriores, indicando possivelmente que neste caso a deformação ocorreu na peça como um todo e não apenas nas regiões de contato das asperidades.

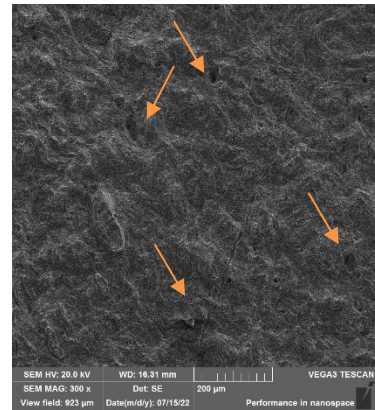
Figura 55: Imagens de MEV do centro das amostras do segundo quadrante (Q4) do lado 1 dos corpos de prova, nos aumentos de 300x, 1000x e 2000x, dos blocos A, B e C.



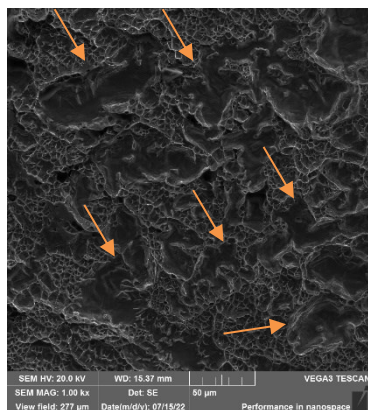
a Bloco A – Q4 – ponto 1 (300x)



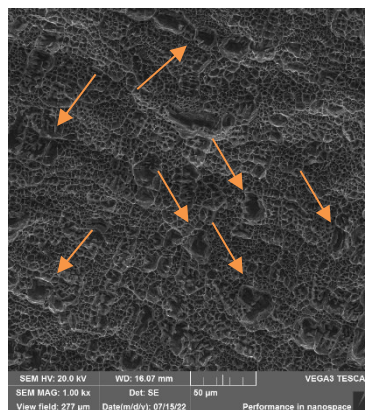
b Bloco B – Q4 – ponto 1 (300x)



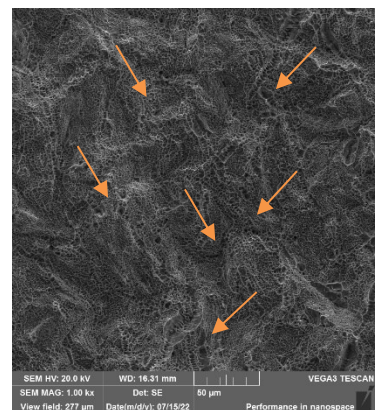
c Bloco C – Q4 – ponto 1 (300x)



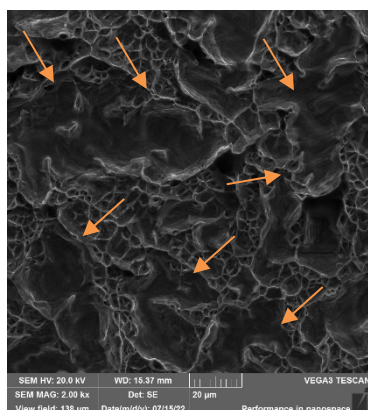
d Bloco A – Q4 – ponto 1 (1000x)



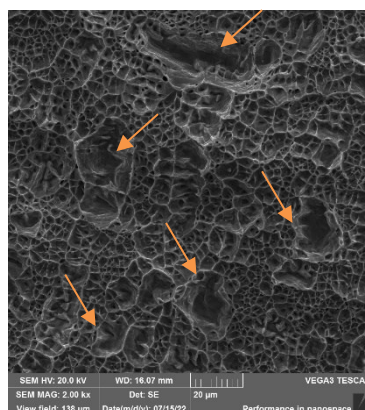
e Bloco B – Q4 – ponto 1 (1000x)



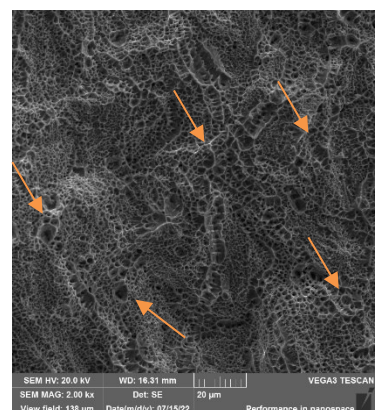
f Bloco C – Q4 – ponto 1 (1000x)



g Bloco A – Q4 – ponto 1 (2000x)



h Bloco B – Q4 – ponto 1 (2000x)



A/6D;i Bloco C – Q4 – ponto 1 (2000x)

Fonte: Autora.

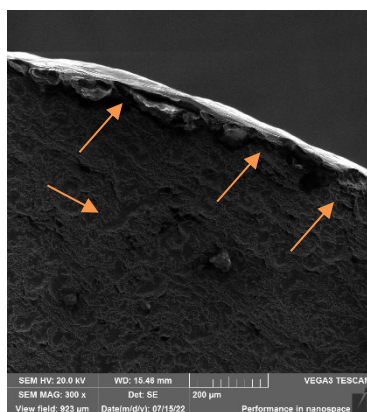
Figura 55, as características de fratura referentes a cada bloco unido por difusão foram observadas da mesma maneira na amostra retirada do quadrante 4, do que na amostra retirada do quadrante 2. O bloco A, visualizado nas imagens (a), (d) e (g) da

Figura 55, apresentam grandes alvéolos com formato bastante disforme, com regiões lisas ao fundo destas marcas que não parecem ter passado pela união por difusão. No caso do bloco B, também apresentou alvéolos um pouco menores e mais homogêneos que o bloco A, porém também indica alguns defeitos prévios da matéria prima na forma de regiões com vales profundos e mais lisos no fundo. E no caso do bloco C, tem-se alvéolos muito pequenos e com a superfície de fratura menos reta e lisa, e sim com elevações provavelmente provenientes de deformações da própria chapa usada na união.

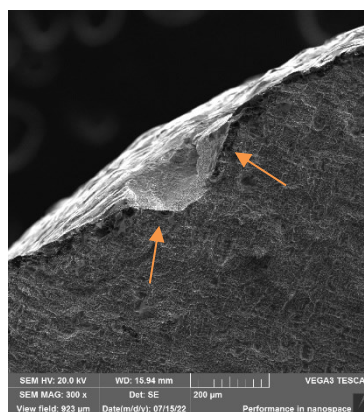
De modo a caracterizar as fraturas da união por difusão de forma integral, também foram observadas as regiões de borda, apresentada na Figura 56, para avaliar a diferença da região central da fratura apresentadas anteriormente nas Figura 54 e

Figura 55.

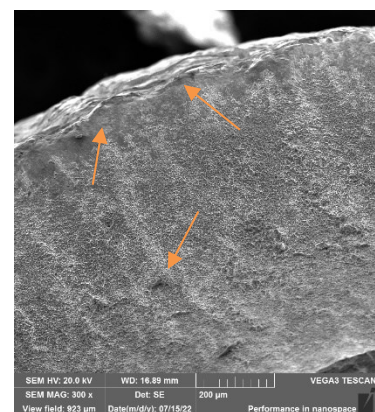
Figura 56: Imagens de MEV do região de borda das amostras do segundo quadrante (Q4) do lado 1 dos corpos de prova, nos aumentos de 300x, 1000x e 2000x, dos blocos A, B e C.



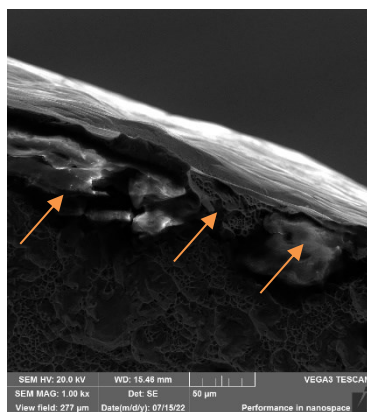
a Bloco A – Q4 – ponto 2 (300x)



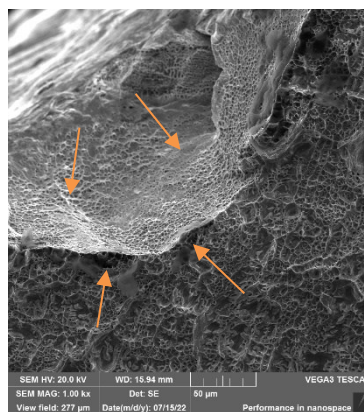
b Bloco B – Q4 – ponto 2 (300x)



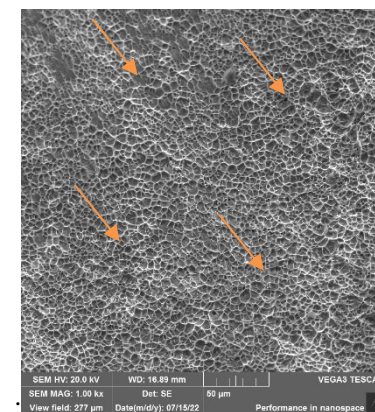
c Bloco C – Q4 – ponto 2 (300x)



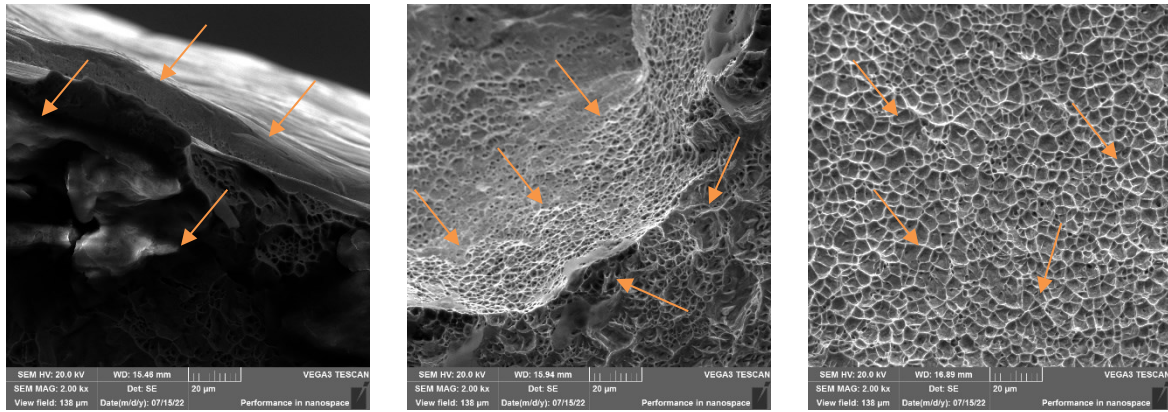
d Bloco A – Q4 – ponto 1 (1000x)



e Bloco B – Q4 – ponto 1 (1000x)



f Bloco C – Q4 – ponto 1 (1000x)



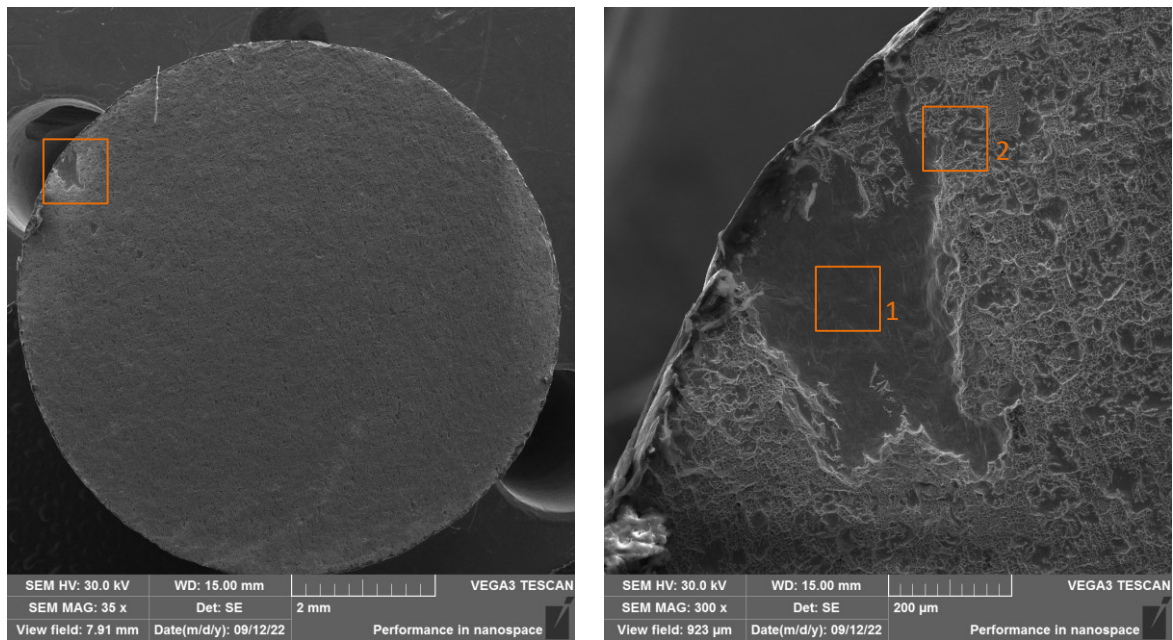
g Bloco A – Q4 – ponto 2 (2000x) **h** Bloco B – Q4 – ponto 1 (2000x) **i** Bloco C – Q4 – ponto 1 (2000x)

Fonte: Autora.

Nas imagens em MEV dispostas na Figura 56, é possível perceber que mesmo na região de borda as amostras continuam com as características já observadas anteriormente, de alvéolos em diferentes tamanhos e formatos para cada um dos blocos unidos por difusão. Observando-se a região de borda do bloco A, nas imagens (a), (d) e (g) da Figura 56, pode-se observar os grandes alvéolos já descritos nas demais amostras, além de lascas na região de superfície do corpo de prova, provavelmente resultante do processo de usinagem antes dos ensaios mecânicos. Já no caso do bloco B, pode-se ver uma depressão na superfície, que apresenta os mesmos alvéolos indicados no resto da superfície, indicando que houve o rompimento por micro deformação plástica nessa região, uma vez que é bastante diferente da característica da região da superfície externa do corpo de prova. Já no Bloco C, as características na região de borda são como as descritas em todas as imagens das amostras analisadas, com pequenos alvéolos uniformes e homogêneos.

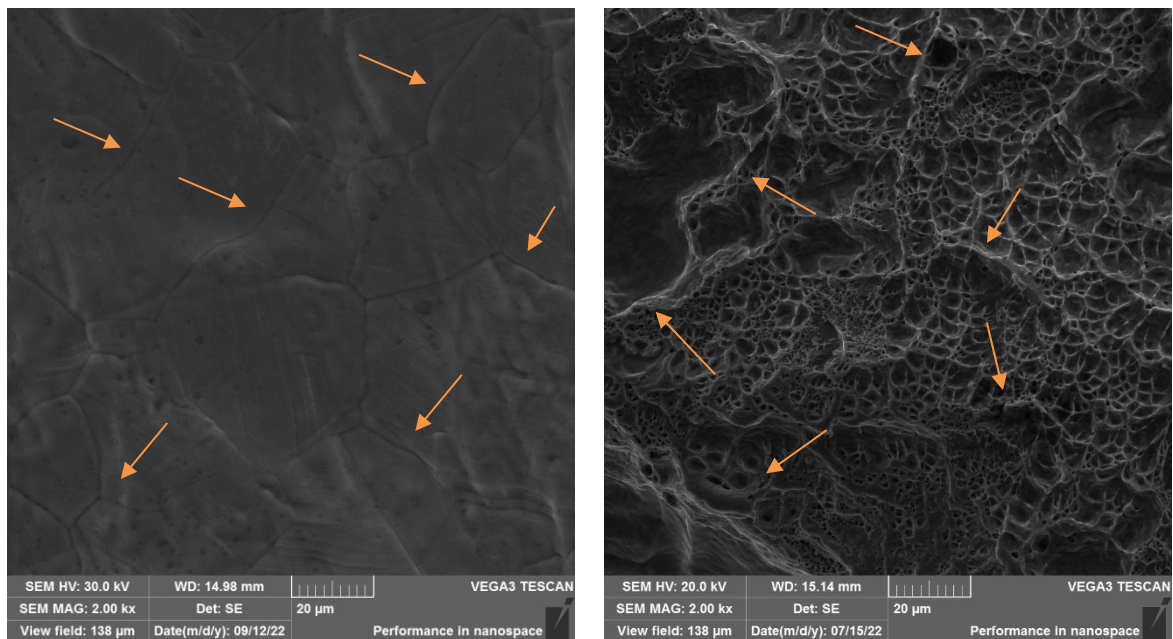
Para finalizar a análise das fraturas, observou-se em mais detalhes as regiões “lisas” na parte inferior dos alvéolos, que foram descritas anteriormente e que pareciam não ter passado pelo processo de união por difusão por não demonstrarem nenhuma característica de microdeformação plástica, como a região em torno. Na Figura 57 essa comparação é evidenciada.

Figura 57: Imagens em MEV da superfície de fratura do lado 1 da amostra Q2 do Bloco A com aumento de 2000x em duas regiões.



a Bloco A – Q2 – Lado 1 (35x)

b Bloco A – Q2 – Lado 1 (300x)



c Região 1 – 2000x

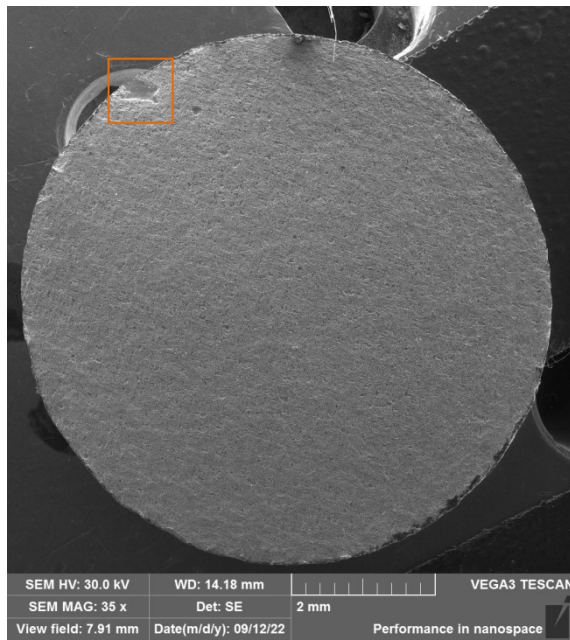
d Região 2 – 2000x

Fonte: Autora.

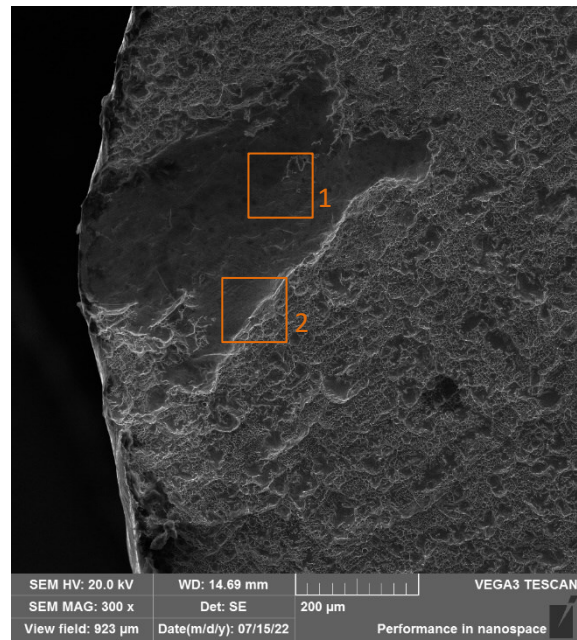
Ao fazer a comparação entre as regiões 1 e 2 mostradas na Figura 57 (c) e (d), correspondentes às regiões mostradas em b, pode-se perceber a diferença clara entre elas. Os alvéolos correspondentes à micro deformação plástica nas regiões em que as asperidades da superfície das chapas foram unidas por difusão, na região 2, e uma região e não passou por esse processo, ficando evidente até mesmo os contornos de grão sem nenhum tipo de preparação metalográfica, na região 2.

De modo a se verificar como ocorreu a fratura em ambos os lados do CP fraturado, analisou-se também a região análoga do lado 2 da amostra Q2. Assim, tem-se como objetivo compreender a dinâmica entre os dois lados da união durante a fratura, conforme apresentado na Figura 58.

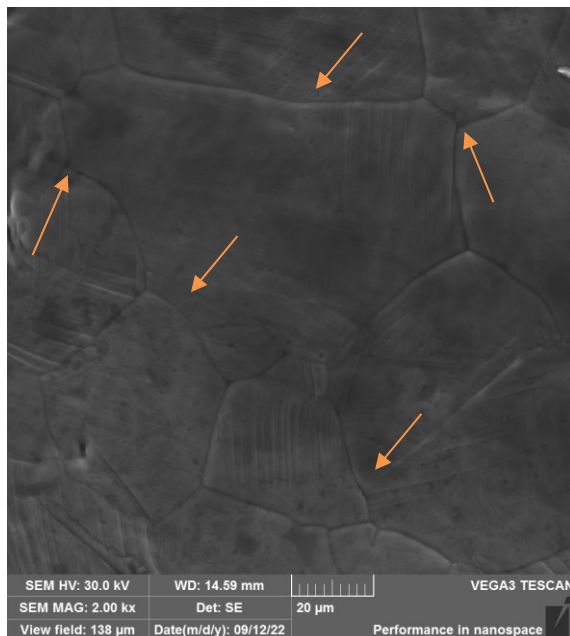
Figura 58: Imagens em MEV da superfície de fratura do lado 1 da amostra Q2 do Bloco A com aumento de 2000x em duas regiões.



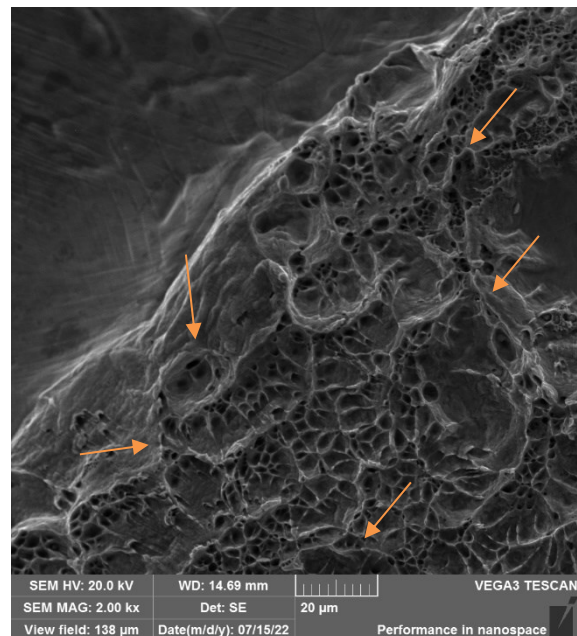
a Bloco A – Q2 – Lado 2 (35x)



b Bloco A – Q2 – Lado 2 (300x)



c Região 1 – 2000x



d Região 2 – 2000x

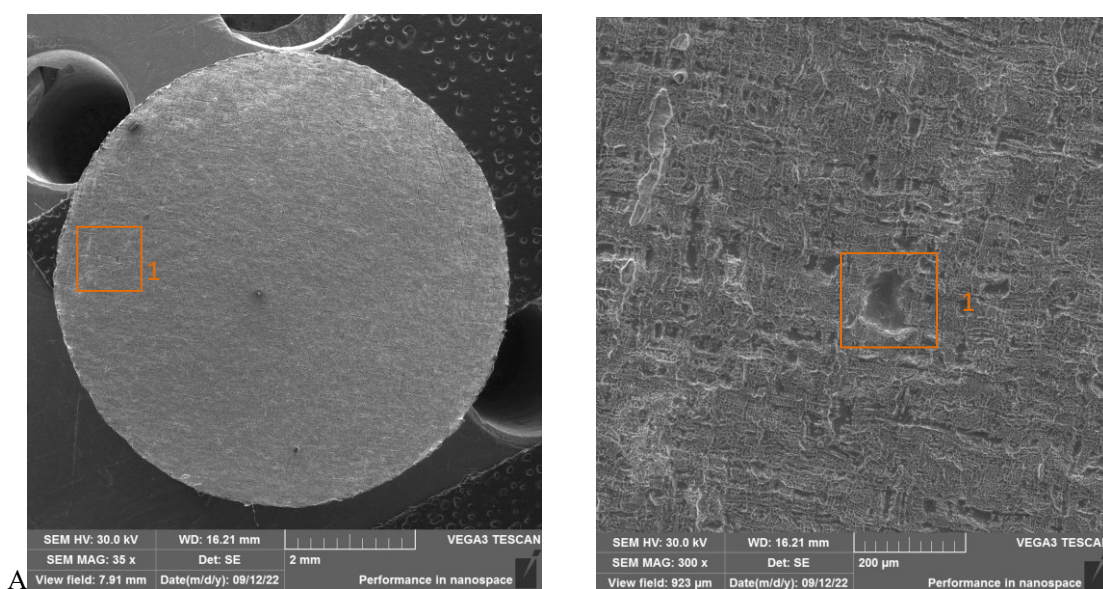
Fonte: Autora.

Como é possível perceber pelas regiões 1 e 2 destacadas na Figura 58, o comportamento de deformação e fratura do lado 2 é igual ao observado do lado 1. Na região 2, da Figura 58 (d), tem-se a presença de alvéolos de deformação dúctil bem aparentes, assim como o lado 1, da Figura 57 (d). Da mesma forma, na região 1, Figura 58 (c), fica evidente a presença dos contornos de grão no fundo da depressão da região analisada, que tem a superfície totalmente lisa e que possivelmente não teve nenhum contato com a superfície do lado 1 durante a união.

Na sequência, realizou-se a mesma avaliação para os blocos B e C, porém apenas com as imagens referentes ao lado 1 das amostras, pois em todas elas foram verificados o mesmo comportamento dos dois lados, conforme observado nas imagens Figura 57 e Figura 58 do bloco A.

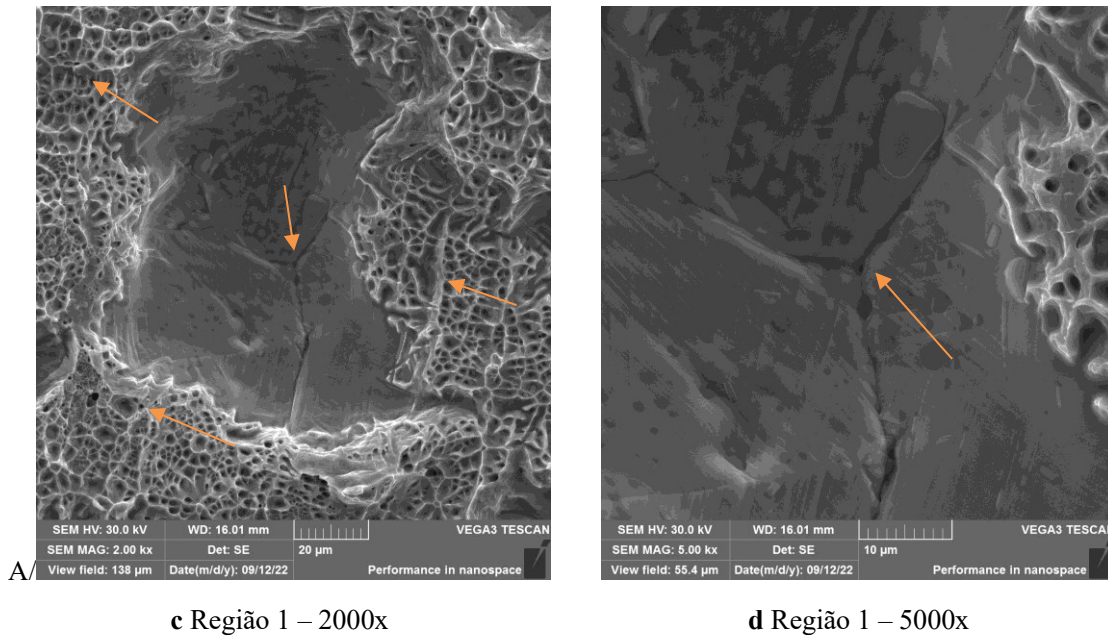
Para a análise do bloco B, formado de chapas com acabamento 2B, mas de espessura de 1 mm, não havia marcas ou depressões tão evidentes como as observadas no bloco A, apesar de, nas projeções axonométricas, terem sido observados defeitos e vales na superfície da chapa. Na Figura 59 tem-se as imagens das regiões evidenciadas par ao bloco B.

Figura 59: Imagens em MEV da superfície de fratura do lado 1 da amostra Q2 do Bloco B com aumento de 2000x em duas regiões.



a Bloco B – Q2 – Lado 2 (35x)

b Bloco B – Q2 – Lado 2 (300x)

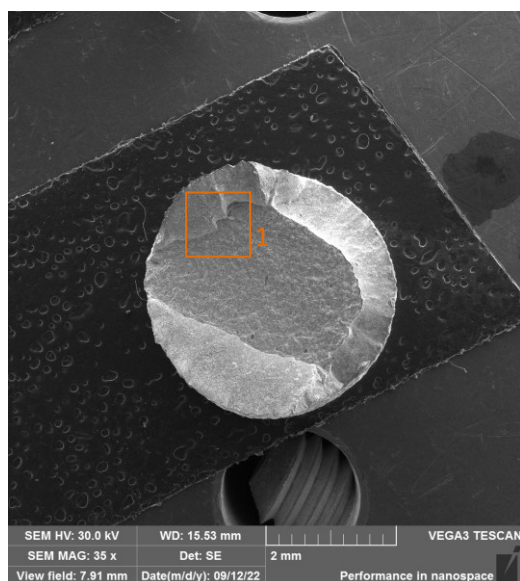


Fonte: Autora.

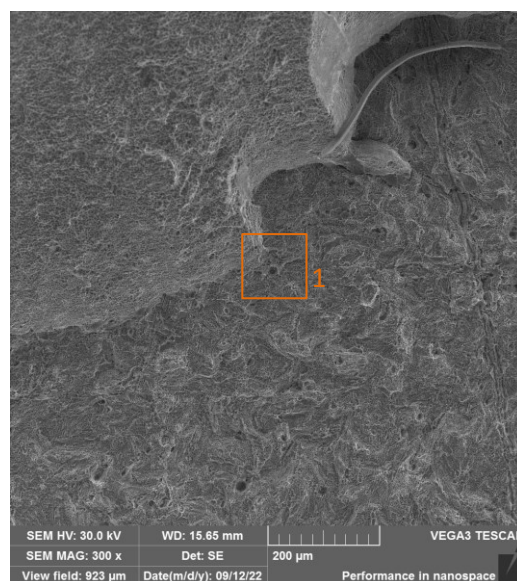
Como é possível visualizar na região 1 evidenciada na Figura 59 (a) e (b), há a presença de alguns pontos com depressões mais profundas e com a superfície do fundo mais lisa, e que têm comportamento bastante parecido ao observado no bloco A. As microdeformações presentes na superfície, Figura 59 (c), são alvéolos mais regulares e homogêneos do que aqueles vistos nas Figura 57 e Figura 58 do bloco A, conforme já havia sido verificado nas imagens anteriores. Na Figura 59 (d) pode-se perceber os contornos de grão no fundo da depressão do defeito analisado na região 1, da mesma forma do bloco A. Dessa forma, tem-se que os pequenos defeitos pontuais observados nas chapas iniciais da matéria prima nas projeções axonométricas das chapas de 1 mm 2B do bloco B, geram pontos de não contato direto entre as superfícies durante a união, fazendo com que não ocorra difusão entre as chapas nessas regiões. O comportamento analisado do lado 2 da amostra Q2 do bloco B foi simétrico ao observado na Figura 59, da mesma forma que ocorreu nas Figura 57 e Figura 58.

Finalmente, o mesmo processo foi realizado para as amostras do bloco C, analisando-se o lado 1 A do CP Q2, apresentado nas imagens da Figura 60.

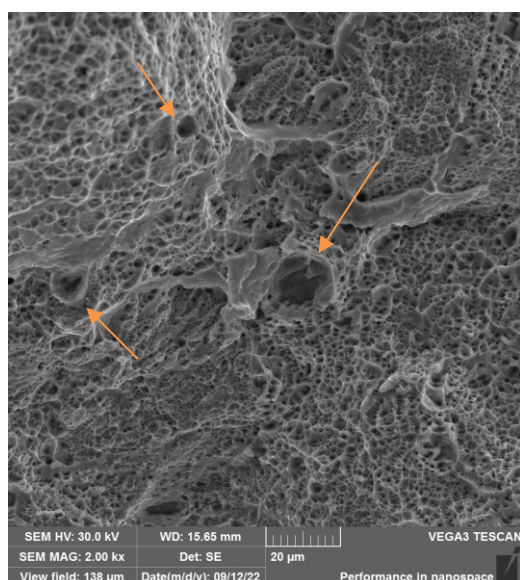
Figura 60: Imagens em MEV da superfície de fratura do lado 2 da amostra Q2 do Bloco C com aumento de 2000x e 5000x.



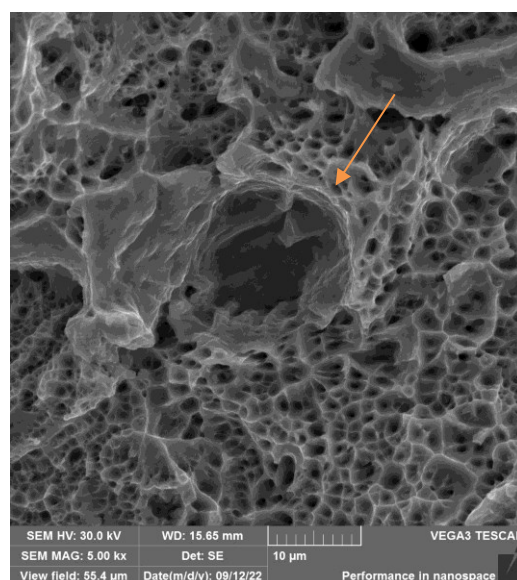
a Bloco C – Q2 – Lado 2 (35x)



b Bloco C – Q2 – Lado 2 (300x)



c Região 1 – 2000x



d Região 1 – 5000x

Fonte: Autora.

Já no caso do bloco C, pode-se observar nas Figura 60 (a) e (b), que não há uma superfície lisa e com pequenos pontos de defeitos que poderiam ter as mesmas características indicadas nos blocos A e B. Assim, avaliou-se a região de intersecção entre as duas chapas que estavam unidas, e que se romperam durante o ensaio com características dúcteis devido à inclinação do plano de fratura. Conforme já verificado nas imagens em MEV vistas anteriormente, os alvéolos da superfície de fratura deste bloco são bem menores e mais homogêneos. Os pequenos defeitos presentes na superfície, como o evidenciado na região 1, não apresentam marcas de contornos de grão no fundo da

depressão e são significativamente menores do que os visualizados nos blocos A e B, mesmo com aumento de 5000x, conforme Figura 60 (d).

Concluindo, após analisar as fractografias das amostras Q2 e Q4 dos blocos A, B e C, pode-se perceber as diferenças evidentes entre as três condições de união, que são marcadas pelos mecanismos de deformação e fratura. No caso dos blocos A e B, as características das microdeformações são bastante semelhantes, apesar dos resultados medidos no ensaio de tração uniaxial apontarem para alongamento e redução de área maior para o bloco B. Já no caso do bloco C, as deformações e alvéolos na superfície fraturada já são bem distintas dos demais, apresentando características de fratura dúctil mais semelhantes às fraturas dúcteis de materiais metálicos maciços convencionais.

6. CONCLUSÕES

Após a análise de resultados referentes aos três blocos unidos por difusão em todos os ensaios e caracterizações realizados, tem-se como principais conclusões:

- É possível perceber que o acabamento de superfície das chapas de aço inoxidável utilizadas na matéria-prima da fabricação de blocos unidos por difusão gera diferenças nas características finais dos blocos unidos tanto nos vazios observados na microestrutura resultante quanto nas propriedades mecânicas relacionadas à resistência máxima e alongamento;
- Chapas com integridade de superfície prejudicada, com muitas marcas de laminação e defeitos de processo, geram blocos unidos por difusão com mais vazios em quantidade e com maiores dimensões – como no caso do bloco A fabricado com chapas de 3mm 2B e Sa variando entre 0,15 e 0,17 μm , que gerou blocos unidos por difusão com 5098 defeitos medidos e tamanho máximo de diâmetro de Feret de 117,98 μm , enquanto o total de defeitos medidos no bloco B, fabricado com chapas de 1mm e acabamento 2B com Sa de 0,065 a 0,095 μm , foi de 2385 defeitos e o diâmetro de Feret máximo de 69,80 μm e o bloco C, fabricado com chapas de 1mm e acabamento 2B com Sa na faixa entre 0,01 e 0,05 μm , gerou apenas 377 defeitos medidos e o diâmetro de Feret máximo foi de 47,05 μm ;
- O processo de aquisição e medição de defeitos por análise de imagens precisa de um grande número de imagens para uma caracterização adequada. Porém, é necessário a adequação da metodologia de aquisição e de pré-tratamento das imagens para as amostras que serão medidas;
- Acabamentos de superfície grosseiros, como o das chapas de 3mm com acabamento 2B do bloco A, prejudicam as propriedades mecânicas finais dos dispositivos unidos por difusão, em especial as características ligadas à ductilidade, uma vez que o alongamento médio do bloco A foi de 30,08% - quase 10% abaixo do estipulado em norma para o material de base. No caso do alongamento médio para os blocos B e C, fabricados com chapas de acabamento mais refinado, foi de 58,6% e 67,4% respectivamente, ambos apresentando resultados superiores ao necessário para atingir os valores da norma;
- Os acabamentos de superfície grosseiros também prejudicam as propriedades mecânicas ligadas à resistência, mas com menos intensidade, de modo que o bloco

A, teve média de tensão máxima de 484,9 MPa, praticamente o valor da norma para o aço inoxidável AISI 316L, de 485 MPa. Os blocos B e C superaram os valores da norma, mas atingiram valores bastante próximos, de 532,9 MPa e 538,8 MPa respectivamente;

- É possível diferenciar as características de fratura de corpos de prova após o rompimento em ensaio de tração uniaxial, de acordo com as características de superfície das chapas da matéria-prima dos blocos unidos por difusão. A fratura apresentada pelas amostras do bloco A indicaram depressões com fundo liso e sem marcas de união de tamanho bastante superior às fraturas do bloco B, ambas condizentes com as características observadas inicialmente nas chapas da matéria-prima, que possuíam defeitos pontuais e de menor tamanho nas chapas de 1mm 2B do bloco B e grandes depressões e defeitos grosseiros nas chapas de 3 mm do bloco A. Já no caso das chapas de 1 mm PM, que apresentaram chapas de superfície lisa e com poucos vales fora do nível médio, as fraturas observadas indicaram maior homogeneidade e ausência de pontos de fundo liso que não foram unidas durante a soldagem por difusão.

Estes resultados podem contribuir com o projeto de pesquisa em que está inserido, o projeto Trocadif do Labtucal, de modo a direcionar as características topográficas das chapas de aço inoxidável que geram as melhores propriedades mecânicas e também resultam em características microestruturais mais interessantes para a aplicação. Portanto, ressalta-se a importância do controle das características iniciais de acabamento de superfície das chapas que serão utilizadas na fabricação dos dispositivos unidos por união, em especial os Trocadores de Calor Compactos, devido às suas solicitações na aplicação.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir das limitações encontradas na realização deste trabalho e da necessidade de aprofundamento e detalhamento em alguns tópicos, pode-se citar como sugestões de trabalhos futuros:

- A criação de um plugin para ser usado no *software ImageJ* que seja específico para o tratamento e quantificação de imagens da região de interfaces de união, devido a suas peculiaridades que dificultam a utilização adequada dos filtros e ferramentas já existentes do programa;
- Elaboração de uma correlação matemática entre as características de topografia quantitativas das chapas usadas na fabricação de dispositivos unidos por difusão e as características finais de propriedades mecânicas e ainda no dimensionamento e quantificação dos vazios presentes na interface de união;
- Desenvolvimento de um processo de aquisição de imagens com magnitude ainda maior que 500x para melhor caracterização dos vazios de menor tamanho encontrados nas linhas de união das condições dos blocos, de modo a permitir o processo de normalização das imagens por meio da área elementar representativa.

REFERÊNCIAS

- AK STA/ED;EL. **316/316L Stainless SteelAK Steel Product Data Bulletin**. Butterworth-Heinemann: [s.n.]. Disponível em: <http://www.aksteel.com/sites/default/files/2018-01/316316L201706_2.pdf>.
- ASTM. A240: Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate , Sheet , and Strip for Pressure Vessels and for General Applications. **ASTM International**, v. I, p. 12, 2004.
- ASTM. A480: Standard Specification for Free-Machining Stainless Steel Plate , Sheet , and Strip 1. v. 89, n. Reapproved 2009, p. 1–3, 2014a.
- ASTM. A370: Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products. **ASTM International**, p. 1–50, 2014b.
- BARBER, T. A. **Image Analysis (Automated Microscopy) for Particle Analysis in Liquid and Surface Borne Particle Measurement Handbook**. New York: Marcel Dekker, 1996.
- DUDROVÁ, E.; KABÁTOVÁ, M. Fractography of sintered steels. **Powder Metallurgy Progress**, v. 8, n. 2, p. 59–74, 2008.
- DUDROVA, E.; KABÁTOVA, M. A review of failure of sintered steels: fractography of static and dynamic crack nucleation, coalescence, growth and propagation. **Powder Metallurgy**, v. 59, n. 2, p. 148–167, 2016.
- DUNKERTON, S. B. Procedure Development and Practice Considerations for Diffusion Welding. Em: OLSON, D. L. et al. (Eds.). **Welding, brazing and soldering - ASM Handbook**. [s.l.] ASM International, 1993. p. 2175–2182.
- ĐURIŠ, M. et al. Optimal pixel resolution for sand particles size and shape analysis. **Powder Technology**, v. 302, p. 177–186, 2016.
- FERNANDES, C. P. Caracterização Morfo-topológica de espaços porosos: reconstituição multi-escala e simulação de processos de invasão de fluidos não-molhantes. p. 207, 1994.
- FERREIRA, T.; RASBAND, W. ImageJ User Guide User Guide ImageJ. **Image J user Guide**, v. 1.46r, 2012.
- FILHO, O. M.; NETO, H. V. **Processamento Digital de Imagens**. Rio de Janeiro: Brasport, 1999.
- GADELMAWLA, E. S. et al. Roughness parameters. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 123, n. 1, p. 133–145, abr. 2002.
- GIETZELT, T.; TOTH, V.; HUELL, A. Diffusion Bonding: Influence of Process Parameters and Material Microstructure. Em: ISHAK, M. (Ed.). **Joining Technologies**. Karlsruhe: InTech, 2016. p. 195–216.
- GIETZELT, T.; TOTH, V.; HUELL, A. Challenges of Diffusion Bonding of Different Classes of Stainless Steels. **Advanced Engineering Materials**, v. 20, n. 2, p. 1–10, 2018.

GOMES, O. DA F. M.; PACIORNIK, S. Automatic Classification of Graphite in Cast Iron. **Microscopy and Microanalysis**, v. 11, n. 4, p. 363–371, 7 ago. 2005.

GOMES, O.; MINERAL, C. D. T. **Processamento e Análise de Imagens Aplicados à Caracterização Automática** **Processamento e Análise de Imagens Aplicados à Caracterização Automática de Materiais** DissertA/Ad;ção apresentada ao Departamento de Orientador : Sidnei Paciornik. [s.l: s.n.].

GONÇALVES, P. DA C. **União por difusão de aço 316L na fabricação de trocadores de calor compacto**. Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina, 2019.

HEILBRONNER, R.; BARRETT, S. **Image Analysis in Earth Sciences**. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014.

HESSELGREAVES, J. E.; LAW, R.; REAY, D. **Compact Heat Exchangers: Selection, Design and Operation**. 2th. ed. [s.l.] Butterworth-Heinemann, 2016.

HOLTZ, I. T. **União por difusão de chapas de 316L: Uma descrição morfológica da interface por análise de imagens e sua correlação com a resistência mecânica**. Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina, 2020.

LEE, J. S.; KAYSSER, W. A.; PETZOW, G. MICROSTRUCTURAL CHANGES IN W-Cu AND W-Cu-Ni COMPACTS DURING HEATING UP FOR LIQUID PHASE SINTERING. **Modern Developments in Powder Metallurgy**, v. 15, p. 489–506, 1985.

LIENERT, T. et al. Diffusion Bonding. Em: **Welding Fundamentals and Processes - ASM Handbook**. [s.l: s.n.]. v. 6Ap. 682–689.

MAHONEY, M. W.; BAMPTON, C. C. Fundamentals of Diffusion Bonding. Em: **Welding, brazing and soldering - ASM Handbook**. [s.l.] ASM International, 1993. p. 516–524.

OLYMPUS. **Introduction to Surface Roughness Measurement Introduction to Noncontact Surface Roughness**. Olympus, , 2017.

PODCZECK, F.; RAHMAN, S. R.; NEWTON, J. M. Evaluation of a standardised procedure to assess the shape of pellets using image analysis. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 192, n. 2, p. 123–138, 1999. a/6d;

POPA, A. M.; CHAIX, J. M. QUANTITATIVE IMAGE ANALYSIS OF MICROSTRUCTURE EVOLUTION DURING SOLID STATE SINTERING OF W-Cu. **Image Anal Stereol**, v. 21, n. 1985, p. 133–138, 2002.

RUSNALDY. Diffusion Bonding : an Advanced of Material Process. **Rotasi (Semarang)**, v. 3, n. 1, p. 23–27, 2001.

RUSS, J.; NEAL, F. Correcting Imaging Defects. Em: **The Image Processing Handbook, Seventh Edition**. [s.l.] CRC Press, 2015a. p. 163–242.

RUSS, J.; NEAL, F. Image Measurements. Em: **The Image Processing Handbook, Seventh Edition**. [s.l.] CRC Press, 2015b. p. 505–558.

RUSS, J.; NEAL, F. Characterizing Shape. Em: **The Image Processing Handbook, Seventh Edition**. [s.l.] CRC Press, 2015c. p. 619–682.

SCHINDELIN, J. et al. Fiji: An open-source platform for biological-image analysis. **Nature Methods**, v. 9, n. 7, p. 676–682, 2012.

SCHNEIDER, C. A.; RASBAND, W. S.; ELICEIRI, K. W. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. **Nature Meta/hd;ods**, v. 9, n. 7, p. 671–675, 2012.

THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS. ASTM E7: Standard terminology relating to Metallography. **ASTM International**, p. 1–33, 1987.

THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS. ASTM E1245: Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis. **ASTM International**, v. 3.02, n. April, p. 1–8, 1999.

THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS. ASTM E45: Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel 1. **ASTM International**, p. 1–19, 2006.

THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS. ASME B46.1 - Surface Texture, Surface Roughness, Waviness and Lay B46. 1. v. 2009, 2009.

THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS. ASTM E768: Standard Guide for Preparing and Evaluating Specimens for Automatic Inclusion Assessment of Steel. **ASTM International**, v. 99, n. Reapproved 2018, p. 1–5, 2011.

THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS. ASTM E3: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens 1. **ASTM International**, v. 03.01, n. July, p. 1–12, 2012.

THE AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS. ASTM E407: Standard Practice for Microetching Metals and Alloys. **ASTM International**, v. 07, n. Reapproved 2015, p. 1–22, 2016.

THE BRITISH STANDARDS INSTITUTION. BS ISO 13322-2:2006 - Particle size analysis — Image analysis methods — Part 2: Dynamic image analysis methods. **BSI Standards Publication**, v. 2019, n. 40, 2006.

THE BRITISH STANDARDS INSTITUTION. BS ISO 13322-1:2014 - BSI Standards Publication Particle size analysis — Image analysis methods Part 1: Static image analysis methods. **BSI Standards Publication**, p. 36, 2014. a/6d;