

SOLDAGEM POR DIFUSÃO DE JUNTA DISSIMILAR PARA APLICAÇÃO EM ULTRA-ALTO VÁCUO¹

Osmar Roberto Bagnato²
Fernanda Regina Francisco³
Marcio José Cuccolo Rosales⁴
Felipe Eduardo Manoel⁵

Resumo

A soldagem por difusão é um processo no estado sólido que pode produzir juntas dissimilares de alta qualidade, devido à ocorrência de interação atômica entre os materiais. O presente trabalho tem como objetivo desenvolver a tecnologia de soldagem por difusão para produzir componentes que operam em ambientes de ultra-alto vácuo, como câmaras, linhas de luz e fornos para máquinas e aceleradores de partículas. Foram utilizados como metal base o cobre OFCH (isento de oxigênio e de alta condutividade) e o aço inoxidável AISI 316L (baixa concentração de carbono). Os parâmetros de soldagem foram selecionados para operar em atmosfera a vácuo abaixo de 10^{-4} mbar e temperatura de 850°C . O tempo de patamar foi de 30 minutos a 60 minutos. A taxa de aquecimento foi de $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ - $6^{\circ}\text{C}/\text{min}$, em função da pressão atmosférica, e de resfriamento, inercial, a $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$. As juntas soldadas foram preparadas para análise metalográfica, teste de estanqueidade com hélio e ensaio de tração. As microestruturas na interface de difusão revelam uma estrutura estanque para operar em ultra-alto vácuo (os testes com hélio simularam uma pressão de 10^{-10} mbar, sem vazamento). O ensaio de tração evidenciou uma tensão máxima de 172 MPa, e a ruptura ocorreu fora na interface de difusão, sempre no metal base, na região do cobre OFHC. Foram realizadas análises em microscópio eletrônico de varredura e EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*), que evidenciam a difusão dos elementos Fe, Ni e Cu na interface de soldagem.

Palavras-chave: Soldagem; Difusão; Cobre; Inox; Ultra-alto vácuo.

DIFFUSION BONDING OF DISSIMILAR JOINT FOR ULTRA-HIGH VACUUM APPLICATION

Abstract

Diffusion bonding is described as a solid state welding process by establishing interatomic bonds between workpieces and can be applied for dissimilar joint materials. This present work aims to acquire a technology capable to be used in ultra-high vacuum environments, such as chambers, beamline and furnaces, which allows, thus, the use of OFHC copper and AISI 316L austenitic stainless steel. Stainless steel and copper materials were cleaned for ultra-high vacuum environment. So, samples were bonded in high vacuum environment using pressure below 10^{-4} mbar and maximum temperature of $\frac{3}{4}$ copper's melting point. The process was held during a time between 30 minutes and 60 minutes. The heating curve was set to $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ - $6^{\circ}\text{C}/\text{min}$, depending on the pressure, and the cooling curve to $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ inertial. Polished and unpolished samples were analyzed by optical microscopy, helium leak test and mechanical properties tests, in terms of tensile. The microstructure interdiffusion between both materials revealed a sealed structure to operate in ultra-high vacuum (tests in simulated pressure of 10^{-10} mbar did not reveal any leak). The tensile tests evidenced a maximum strength of 172 MPa. The interface was also observed by scanning electron microscopy and energy dispersive X-ray spectroscopy, using LNNano facilities. These analyses show the diffusion of iron, nickel and copper, respectively, inter the bonding interface.

Key words: Diffusion bonding; Stainless steel; Copper; Ultra-high vacuum.

¹ *Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

² *Engenheiro de Materiais, Líder do Grupo de Materiais, LNLS, SP, Brasil.*

³ *Química, LNLS, SP, Brasil.*

⁴ *Engenheiro de Materiais, LNLS, SP, Brasil.*

⁵ *Técnico Mecânico, LNLS, SP, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

A soldagem por difusão é um processo no estado sólido que permite a união de superfícies em contato sobre pressão e em temperaturas elevadas, porém, abaixo da temperatura de fusão dos materiais.^(1,2) Materiais com compatibilidade química e propriedades metalúrgicas semelhantes podem ser soldados pelo processo de difusão.⁽³⁾ O processo produz juntas soldadas com propriedades e características singulares ao mecanismo de difusão interatômica. Os principais parâmetros que governam o processo são temperatura, pressão e tempo de difusão, além de atmosfera isenta de oxigênio. É importante notar que este é um processo termicamente ativado, que depende diretamente do coeficiente de difusão, que é uma propriedade intrínseca e relativa de cada material.

O principal desafio em produzir juntas dissimilares pelos processos convencionais de soldagem refere-se à diferença da temperatura de fusão dos materiais e, principalmente, devido à formação de fases inesperadas na interface de união, pois a interação química entre os materiais promove alterações metalúrgicas importantes, que podem degradar a estrutura do material na região do cordão de solda. Desta forma, a soldagem por difusão é praticada especialmente em materiais cuja formação de fase frágil, como é o caso do aço inoxidável austenítico, é inevitável.⁽⁴⁾ Além disso, a soldagem no estado sólido torna-se uma escolha natural, uma vez que as juntas são produzidas em baixas temperaturas, o que implica baixo aporte de energia, distorções limitadas e baixas tensões residuais na estrutura do material. Assim, tanto a microestrutura como a degradação mecânica são minimizadas.⁽⁵⁾

Em aplicações industriais, a demanda por juntas soldadas pelo processo de difusão entre ligas de cobre e aço inoxidável têm aumentado em função das vantagens obtidas das propriedades de ambos os materiais, como elevada condutividade do cobre e alta resistência química do aço inoxidável. Esta combinação pode beneficiar diversas áreas da indústria, desde a automotiva, ferroviária e aeronáutica até em aplicações de produtos usuais, como o caso de painéis e utensílios domésticos.⁽⁶⁾

Este presente trabalho tem como objetivo estudar a interface de difusão da junta dissimilar entre o cobre OFHC (*oxygen free high conductivity*) e o aço inox AISI 316L (baixa concentração de carbono). A microestrutura da junta soldada foi investigada e a distribuição dos principais elementos de liga dos materiais foi determinada em função da distância da interface de soldagem. As propriedades mecânicas foram determinadas em função do ensaio de tração. Estes resultados apresentam um interessante conjunto de observações relevantes para a utilização de tais componentes soldados para aplicação em ultra-alto vácuo, que fazem parte da construção de um novo acelerador de partículas.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O aço inoxidável AISI 316L e o cobre OFHC, fabricado segundo a norma ASTM B170,⁽⁷⁾ foram utilizados como metais base para configurar a junta dissimilar soldada pelo processo de difusão. As superfícies dos materiais a serem soldados foram preparadas por limpeza convencional, utilizando equipamento de ultrassom em banho aquoso com detergente alcalino para remoção de contaminantes e impurezas. Os componentes montados foram posicionados dentro da câmara do forno de soldagem por difusão. A Figura 1 mostra o equipamento de soldagem por difusão. Os parâmetros de soldagem foram determinados a partir de estudos previamente realizados pelo grupo.⁽⁸⁻¹⁰⁾ Os materiais foram aquecidos à temperatura

cerca de 1.000°C e mantidos nesta temperatura por longo período de tempo. A curva de aquecimento foi ajustada de tal forma que promovesse a homogeneidade de gradiente térmica nas peças e a de resfriamento, inercial. A carga de compressão foi aplicada na direção perpendicular e mantida durante todo o processo de soldagem. A atmosfera do forno foi controlada para atingir ambiente de alto vácuo, a fim de garantir a ausência de oxigênio, o que poderia criar uma barreira na interface de difusão e também evitar a oxidação das peças e componentes do forno. O aquecimento foi realizado em função da pressão atmosférica, de tal forma que a pressão máxima registrada dentro da câmara, em função da degasagem dos materiais, não ultrapassou 10^{-4} mbar.

Para controle do processo, todos os dados de temperatura, pressão e atmosfera foram capturados e processados via software *Labview*. Os termopares tipo k foram posicionados estrategicamente dentro do forno para capturar os dados de temperatura ao longo de todo o processo, tanto das partes e componentes do forno, quanto das próprias peças a serem soldadas.



Figura 1. Equipamento de soldagem por difusão.

Para caracterização microestrutural, foram realizadas análises metalográficas da secção transversal da junta dissimilar soldada, preparadas por técnicas convencionais, seguindo lixamento e polimento com pasta de diamante. As imagens foram geradas a partir de microscópio ótico metalográfico da marca Zeiss, sempre nas regiões de interface da junta dissimilar. A distribuição dos principais elementos de liga foi determinada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em equipamento JEOL JMS 5900, operando com 20 keV e técnica de EDS.

Os corpos de prova para ensaio de tração foram preparados seguindo a norma ASTM E8 / E8M.⁽¹¹⁾ O ensaio de tração foi conduzido em temperatura ambiente utilizando máquina universal de ensaios modelo Emic DL-3000. As curvas tensão-deformação foram elaboradas para determinar as propriedades mecânicas da junta soldada em termos de tensão de resistência e deformação específica (alongação) na ruptura do material. Finalmente, o componente bimetálico soldado por difusão (Figura 2) foi testado quanto a estanqueidade para operar em atmosfera de ultra-alto vácuo utilizando equipamento Pfeiffer Quality Test Dry, com gás hélio a 10^{-10} mbar.l/s.

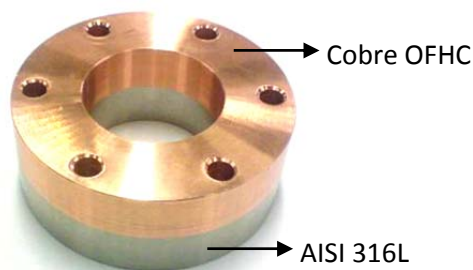


Figura 2. Componente bimetálico soldado por difusão e usinado para teste de estanqueidade.

3 RESULTADOS

3.1 Análises Metalográficas

A distribuição da porcentagem dos elementos Cu e Fe ao longo da seção transversal da junta soldada por difusão foi realizada via EDS e é mostrada na Figura 3. A movimentação de átomos dentro da estrutura cristalina, que depende do coeficiente de difusão dos elementos químicos, promoveu a formação de uma zona de reação na interface entre os materiais cobre e aço inox. É possível notar que a espessura da zona de reação é menor do que 1 μm . Este gráfico indica que átomos de Cu migraram para o aço inoxidável AISI 316L e que átomos de Ni migraram para o cobre OFHC, formando o par de interdifusão Cu-Ni na interface de ligação dos materiais.

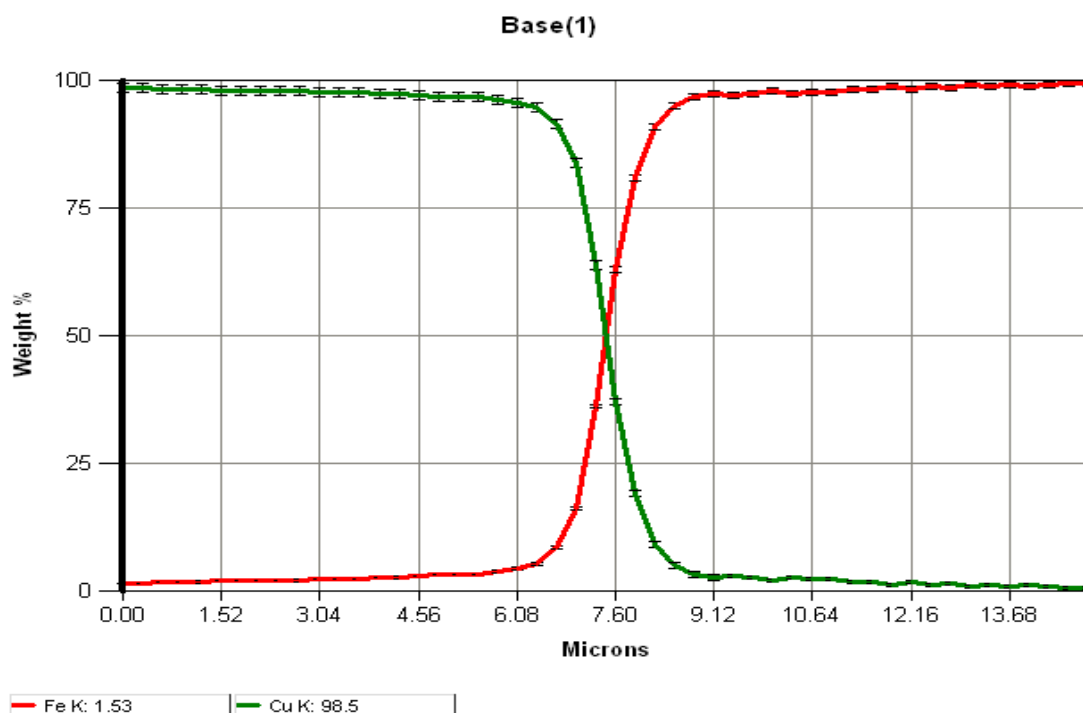


Figura 3. EDS da interface da junta soldada entre o cobre o aço inoxidável.

A Figura 4 mostra a concentração em função da penetração dos elementos Fe, Cu e Ni na interface da junta soldada. Como o mecanismo de difusão está associado ao transporte de massa e a difusividade do Ni é maior do que a do Cu observa-se maior concentração do elemento Ni, proveniente do aço inoxidável, na matriz da liga de cobre.⁽¹²⁾ Este resultado indica que os átomos de Ni migraram para o cobre, pois a

difusão ocorre sempre entre regiões nas quais há maior concentração (para o elemento Ni no aço inoxidável AISI 316L) para a menor concentração (cobre OFHC) devido ao gradiente de concentração química. A estrutura cristalina cúbica de face centrada e o tamanho atômico do Ni e Cu promovem a compatibilidade química dos elementos. Assim, o mecanismo de interdifusão ocorre por substituição dos átomos de Ni na estrutura cristalina do Cu.

Por outro lado, observa-se que a migração de átomos de Cu na matriz de Fe existe, mas não é expressiva. Além da compatibilidade e valência química, o tamanho do átomo altera o equilíbrio das reações no estado sólido que governam os mecanismos de interdifusão entre os dois elementos.

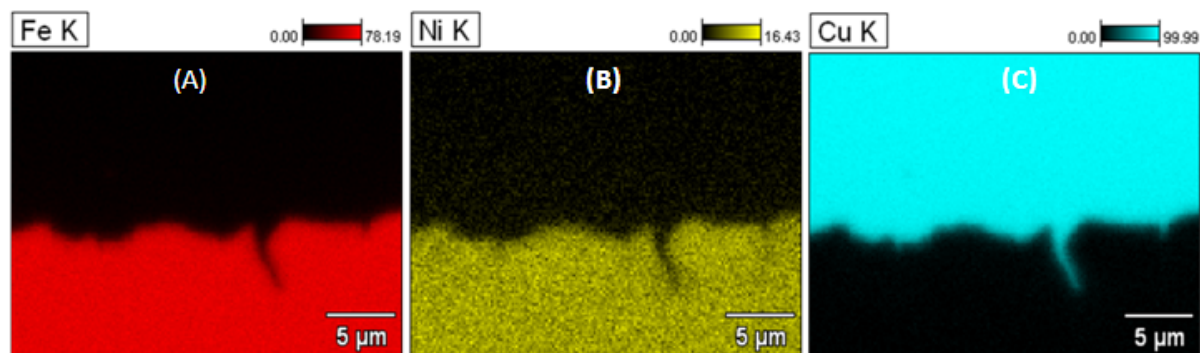


Figura 4. EDS de (a) Fe (vermelho) e Cu (preto); (b) difusão entre Ni e Cu; e (c) detalhe do Cu na interface da junta soldada.

A análise microestrutural (Figura 5) evidencia a interface de soldagem entre o aço inoxidável AISI 316L e o cobre OFHC, com a formação de uma zona de transição suave da junta soldada, isenta de defeitos e óxidos (Figuras 5 e 6). Na Figura 5, notam-se endentações de microdureza realizadas na interface de soldagem. A caracterização microestrutural da interface em termos de microdureza não tem relevância para este estudo, uma vez que a endentação é maior do que a zona de reação da interface (maior que 1 μm), conforme evidenciado na Figura 3.

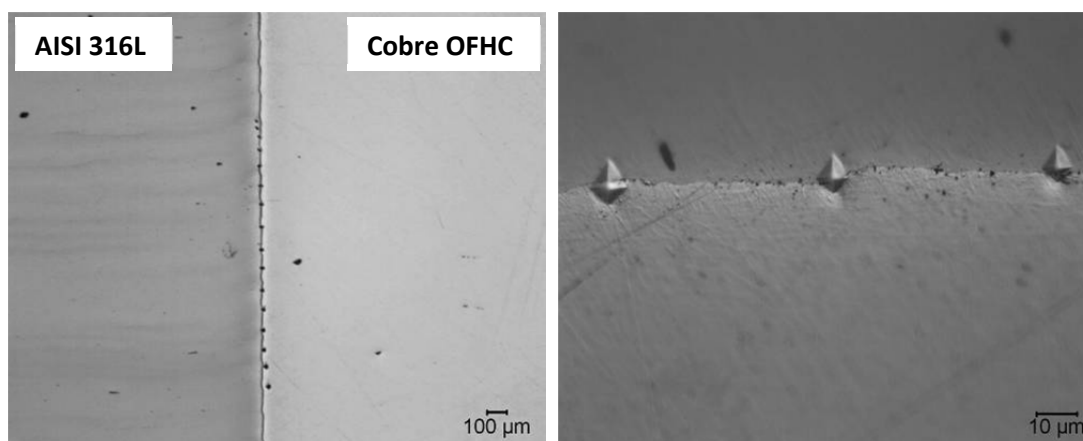


Figura 5. Microestrutura da interface da junta soldada, evidenciando as endentações de microdureza.

A Tabela 1 mostra os valores de microdureza para as regiões do metal base (AISI 316L e cobre OFHC) e a zona de interface de difusão.

Tabela 1. Valores de microdureza ao longo da seção transversal da junta soldada

| Região analisada | Valores de microdureza (HV) |
|----------------------|-----------------------------|
| AISI 316L | 420, 440, 450 |
| Cobre OFHC | 100, 120, 150 |
| Interface de difusão | 250, 300, 350 |

É possível observar na Figura 6, a linha de ligação entre o aço austenítico e o cobre.

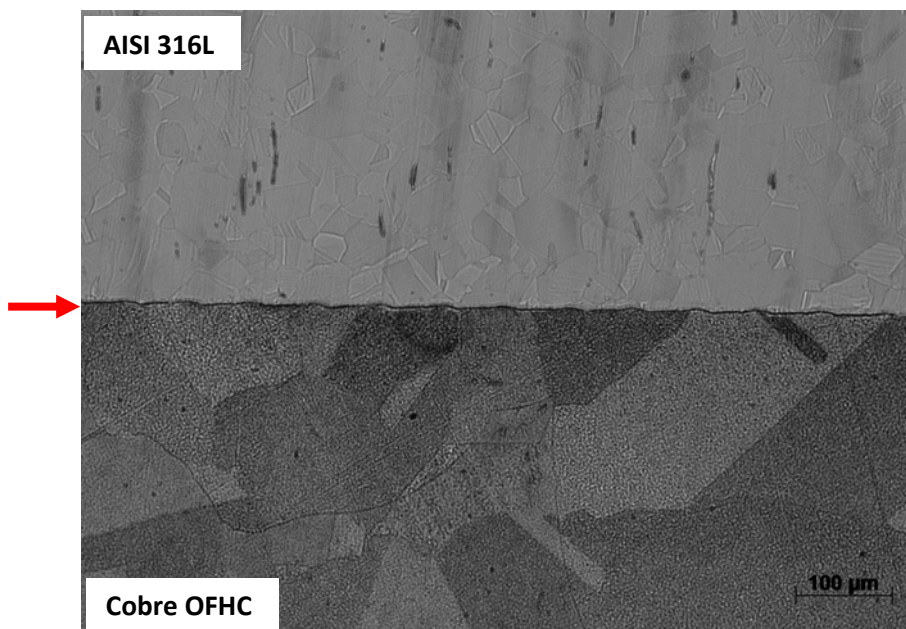


Figura 6. Microestrutura da interface da junta soldada, ataque cloreto férrico.

3.2 Propriedades Mecânicas e Teste de Estanqueidade

A Figura 7 mostra a curva tensão-deformação para as cinco amostras tracionadas. Os resultados mostram uma forte ligação na interface de soldagem entre o cobre o aço inox. As curvas estão deslocadas da origem em 10 unidades para facilitar a comparação dos resultados. A ruptura dos corpos de prova ocorreu na região do metal base de cobre, o que leva a conclusão que o processo de soldagem foi realizado com sucesso (Figura 8). A dependência dos parâmetros de soldagem, como temperatura, tempo e pressão é evidente para a formação de uma junta com propriedades mecânicas aceitáveis. Em outras palavras, os resultados mostram que as condições de soldagem foram otimizadas para formação de uma junta com tensão máxima de 172 MPa e alongamento de 40% no metal base do cobre (Figura 7). Comparando os resultados obtidos com os dados da literatura,⁽¹³⁾ observam-se valores muito próximos (da literatura, tem-se que a tensão máxima do cobre é cerca de 200 MPa e 30%-55% de alongamento na ruptura no estado recozido).

É possível observar (Figura 8), que todas as amostras ensaiadas romperam fora da interface da junta soldada, que é mais forte que o metal base. Isso ocorre porque a presença de uma região de interação atômica é formada durante o processo de soldagem (Figura 4). Embora o cobre seja dúctil, a presença desta interface como uma linha contínua ao longo de toda junta não é efetiva para ocasionar perda de resistência mecânica localizada, pois a ligação atômica do processo de soldagem é suficientemente forte.^(14,15) Além disso, a zona de interação ocorre em uma área muito pequena (menor que 1 µm), o que faz com que a força para exercer a mesma

quantidade tensão para ruptura seja muito maior. Desta forma, a fratura nesta fina camada de reação não ocorre devido à restrição de deformação plástica durante a aplicação da força uniaxial de tração. ^(16,17)

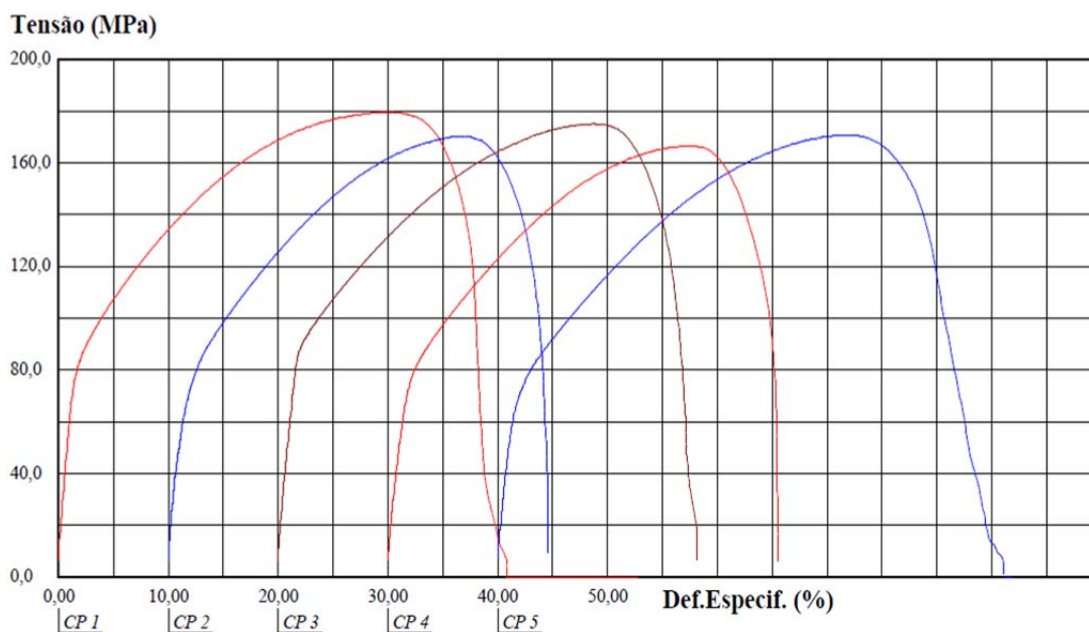


Figura 7. Curva de tensão-deformação após o ensaio de tração.

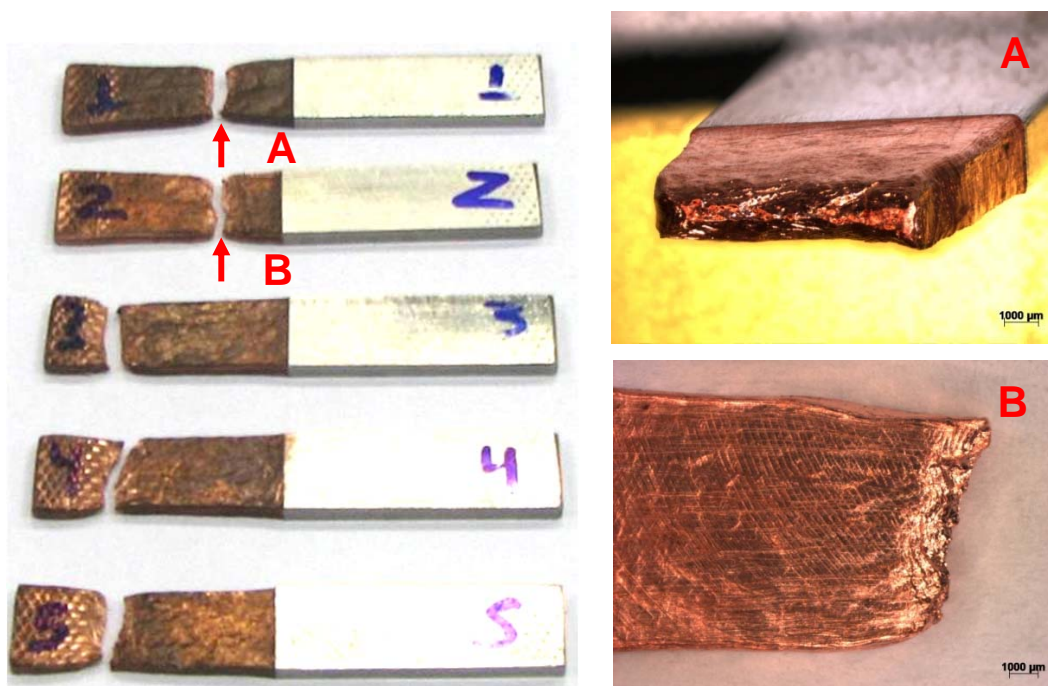


Figura 8. Amostras soldadas após o ensaio de tração, resultando em ruptura no metal base (cobre). (a) Macrografia com foco estendida para região de ruptura do cobre; e (b) fratura dúctil, evidenciada pela deformação plástica do material.

Os resultados do ensaio de estanqueidade foram realizados em diversos pontos da seção transversal da amostra soldada por difusão, revelando excelente impermeabilidade para aplicações em atmosfera em ultra-alto vácuo, em valores de pressão de até 10^{-10} mbar.

4 CONCLUSÃO

Foram produzidas juntas de excelente propriedade mecânica e boa estanqueidade utilizando cobre OFHC e aço inox AISI 316L pelo processo de soldagem por difusão. As condições de processo otimizadas foram registradas para operação em atmosfera de alto vácuo. Estes parâmetros foram selecionados a partir de estudos previamente publicados pelo grupo.

As análises microestruturais revelaram a interdifusão do elemento Ni. É evidente a difusão do Ni na matriz de cobre, em função do elevado coeficiente de difusão do Ni e do gradiente de concentração entre os materiais soldados. Futuras investigações são sugeridas para detalhar a região de interface da junta, utilizando a técnica de caracterização por microscopia eletrônica de transmissão, inclusive em termos de distribuição de Ni ao longo da distância da interface.

Os ensaios de tração mostraram bons resultados para formação da junta soldada em termos de propriedades mecânicas. A região de interface entre o cobre e o aço inoxidável tem maior resistência que o metal base (cobre). Isso significa que as propriedades mecânicas são aceitáveis para produzir uma junta dissimilar de elevada qualidade.

Por fim, o componente soldado por difusão e preparado para o ensaio de estanqueidade revelou completa impermeabilidade para operar em ambientes de ultra-alto vácuo.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, a Statoil Brasil pelo apoio financeiro do projeto e ao Laboratório Nacional de Nanotecnologia.

REFERÊNCIAS

- 1 Aleman, B. Gutierrez, I. Urcola, J. Interface microstructures in diffusion bonding of titanium alloys to stainless and low alloy steels, *Mater. Sci. Technol.* 9 (1993) 633–641.
- 2 Barrena, M. I. Salazar, J. M. G. Matesanz, L. Ni–Cu alloy for diffusion bonding cermet steel in air, *Materials Letters* 68 (2009) 2142-2145.
- 3 Batra, I. S. et al. Diffusion bonding of a Cu-Cr-Zr alloy to stainless steel and tungsten using a nickel as an interlayer, *Materials Science and Engineering A269* (2004) 119-123.
- 4 Dieter, G. *Mechanical Metallurgy*, McGraw-Hill, New York, 1988.
- 5 Nishi, H. Araki, T. Eto, M. Diffusion bonding of alumina dispersion-strengthened copper to 316 SS with interlayer metals, *Fusion Engineering and Design* 39-40 (1998) 505-511.
- 6 Nishi, H. Kikuchi, K. Influence of brazing conditions on the strength of brazed joints of alumina dispersion strengthened copper to 316 stainless steel, ICFRM-8, Sendai, Japan, 1997.
- 7 ASTM B170 - Standard Specification for Oxygen-Free Electrolytic Copper Refinery Shapes, 1999 (2010), Vol. 02.01
- 8 Sabetghadam, H. Zarei Hanzaki, A. Araee, A. Hadian, A. Microstructural evaluation of 410 SS/Cu diffusion bonded joint, *J. Mater. Sci. Technol* (2010) 163-169.
- 9 Bagnato, O. R. et al. Condicionamento de Forno de Alto Vácuo para Processo de Soldagem por Difusão, Congresso Brasileiro de Aplicação de Vácuo na Indústria e na Ciência, Itajubá, Brasil, 2011.
- 10 Fernandes, M. Bagnato, O. R. Rosales, M. J. Simulação Numérica para Otimização de Componente Metálico Usado em Forno para Soldagem por Difusão, Congresso Anual da ABM, São Paulo, Brasil, 2011.

- 11 ASTM E8 / E8M - Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, 2011. Vol. 03.01.
- 12 Bagnato, O. R. et al. Development and Interfacial Analysis of Diffusion Bonding Between Copper and Stainless Steel for Application in Ultra-High Vacuum, International Congress of Mechanical Engineering, Natal, Brasil, 2011.
- 13 Sabetghadam, H. Zarei Hanzaki, A. Araee, A. Diffusion bonding of 410 stainless steel to copper using a nickel interlayer, Materials Characterization 61 (2010) 626-634.
- 14 ASM International Handbook, Materials Park, OH: ASM International, 1982-1993, Vol. 2, 917-1161.
- 15 Salehi, M. T. Isostatic diffusion of some super plastic alloys, Ph.D. Thesis, UMIST, Manchester, 1990.
- 16 Yilmaz, O. Aksoy, M. Investigation of Micro-crack occurrence conditions in diffusion bonded Cu-304 stainless steel couple, Journal of Materials Processing Technol. 121 (2002) 136-142.
- 17 Yilmaz, O. Çelik, H. Electrical and thermal properties of interface at diffusion-bonded and soldered 304 stainless steel and copper bimetal, Journal of Materials Processing Tech. 141 (2003) 67-76.