



CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE  
AFETADA DO PASSE DE ACABAMENTO DE JUNTA DE AÇO 9%Ni SOLDADA  
PELO PROCESSO GMAW POR MEIO DE SIMULAÇÕES FÍSICA E  
COMPUTACIONAL

Mara Cardoso Gonçalves Rios

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Rio de Janeiro

Abril de 2019

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE  
AFETADA DO PASSE DE ACABAMENTO DE JUNTA DE AÇO 9%Ni SOLDADA  
PELO PROCESSO GMAW POR MEIO DE SIMULAÇÕES FÍSICA E  
COMPUTACIONAL

Mara Cardoso Gonçalves Rios

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO  
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA  
(COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE  
DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE  
EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

---

Prof. João da Cruz Payão Filho, Dr.-Ing.

---

Prof. Rafaella Martins Ribeiro, D.Sc.

---

Prof. Sérgio Souto Maior Tavares, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

ABRIL DE 2019

Rios, Mara Cardoso Gonçalves

Caracterização Microestrutural da Zona Termicamente Afetada do Passe de Acabamento de Junta de Aço 9%Ni Soldada pelo Processo GMAW por meio de Simulações Física e Computacional/ Mara Cardoso Gonçalves Rios. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2019.

XV, 126 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2019.

Referências Bibliográficas: p. 121-126.

1. Aço 9%Ni. 2. Caracterização microestrutural. 3. ZTA. I. Payão Filho, João da Cruz. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

## AGRADECIMENTOS

À Deus, pelo amor e cuidado de sempre.

Aos meus pais, Antônio e Alcina, pela confiança, apoio e amor incondicionais.

Ao meu orientador, Prof. João da Cruz Payão pelo acolhimento, orientação, suporte e confiança.

À equipe do LNTSold e aos amigos da sala da pós, em especial ao Augusto, Victor Hugo, Rodrigo Moura, Francisco Werley, Rodrigo Stohler, Davi, Luiz Maurício, Erick e Paulo. Obrigada pela parceria e por todo apoio.

Ao Cássio Barbosa do INT pelo auxílio na caracterização das amostras por microscopia eletrônica de varredura.

Ao Clóvis Rodrigues pela orientação e amizade.

À toda equipe do Lnnano, em especial ao Victor Pereira e Leonardo WU por toda a ajuda com os ensaios de DRX.

À Carla Woyames, ao professor Jean Dille e à Cilene pela disponibilidade e assistência na execução dos ensaios de MET.

Aos técnicos e funcionários do departamento de metalurgia, em especial à Sônia, Adriana, Manoel, Nelson, Oswaldo e Laércio pela pronta ajuda de sempre.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia metalúrgica e de Materiais (PEMM) pelos ensinamentos e contribuição acadêmica.

À banca pela disponibilidade e ajuda na execução do trabalho, em especial ao professor Sérgio Souto pela ajuda nos ensaios de saturação magnética.

Ao CNPq, Shell, Embrapii e Vallourec por apoiar e viabilizar o desenvolvimento deste trabalho.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE AFETADA DO PASSE DE ACABAMENTO DE JUNTA DE AÇO 9%Ni SOLDADA PELO PROCESSO GMAW POR MEIO DE SIMULAÇÕES FÍSICA E COMPUTACIONAL

Mara Cardoso Gonçalves Rios

Abril/2019

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O aço 9%Ni foi desenvolvido na década de 40 objetivando atender as demandas de alta tenacidade em temperaturas criogênicas. Recentemente este aço vem sendo utilizado em plataformas de petróleo para reinjeção de CO<sub>2</sub> onde contaminantes como H<sub>2</sub>S podem ser encontrados. O efeito deste meio na resistência a corrosão e nas propriedades mecânicas do aço 9%Ni temperado e revenido ainda não é bem conhecido, principalmente quando se envolve o processo de soldagem, onde a microestrutura na região adjacente à solda pode ser completamente alterada. Neste trabalho foi utilizado um tubo de aço 9%Ni soldado e a zona termicamente afetada do passe de acabamento do aço 9%Ni *Q & T* (temperado e revenido) foi investigada. Oito ciclos térmicos de soldagem a diferentes temperaturas de pico foram simulados computacionalmente e reproduzidos termicamente. A microestrutura dos espécimes reproduzidas foi analisada por meio de microscopia óptica, eletrônica de varredura e de transmissão, difração de raios-X, dilatométrica e saturação magnética. Análises de imagens foram realizadas para avaliar a distribuição, fração volumétrica e tamanho médio da austenita, com comparação direta com os resultados de difração de raios-X. Observa-se que o percentual de austenita presente na zona termicamente afetada é função da temperatura de pico. Além disso, martensita e bainita coalescida se mostram como os principais constituintes da zona termicamente afetada.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF THE HEAT AFFECTED  
ZONE OF THE CAP PASS 9%Ni STEELS WELDED BY THE GMAW PROCESS  
BY PHYSICAL AND COMPUTATIONAL SIMULATION

Mara Cardoso Gonçalves Rios

April/2019

Advisor: João da Cruz Payão Filho

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The 9% Ni steel was developed in the 40's to meet the demands of high strength and great fracture toughness at cryogenic temperatures. Recently, this steel has been used in oil platforms for CO<sub>2</sub> reinjection where contaminants such as H<sub>2</sub>S can be found. The effect of this environment on corrosion resistance and mechanical properties on quenched and tempered 9% Ni steel is still not well known, especially when the welding process is involved, where the microstructure in the region close to the weld can be completely changed. In this work a 9% Ni welded steel tube was used and the heat affected zone of the cap pass of the 9% Ni *Q & T* steel was investigated. Different welding thermal cycles were simulated computationally and physically reproduced. Eight peak temperatures were chosen in order to characterize the main regions of the thermally affected zone. The microstructure of the reproduced specimens was analyzed by optical, scanning and transmission electron microscopy, X-ray diffraction, dilatometry and magnetic saturation. Image analysis was performed to evaluate the distribution, volumetric fraction and mean size of the austenite, with direct correlation with the results of x-ray diffraction. It was observed that the percentage of austenite present in the heat affected zone is a function of the peak temperature. In addition, martensite and coalesced bainite were shown as the main constituents of the heat affected zone.

## ÍNDICE

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>1</b>
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>5</b>
2.1. Aço 9%Ni .....	5
2.2. Microestruturas e tratamentos térmicos do aço 9%Ni .....	9
2.3. Microestruturas da ZTA.....	27
2.4. Simulação de soldagem .....	42
2.4.1. Simulação computacional .....	43
2.4.2. Simulação térmica .....	44
2.5. Difração de raios-X (DRX).....	46
2.6. MET .....	48
2.7. Dilatometria .....	49
2.8. Magnetometria de amostra vibrante .....	50
<b>3. MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>52</b>
3.1 Materiais .....	52
3.2. Simulação computacional .....	54
3.3. Simulação termomecânica .....	58
3.4. Dilatometria .....	61
3.5. Análise microestrutural por Microscopia Óptica (MO).....	62
3.6. Análise Microestrutural por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	63
3.7. Análise Microestrutural por Difração de Raios-X (DRX).....	64
3.8. Saturação magnética .....	64
3.9. Análise microestrutural por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) .....	65
3.10. Ensaio de Dureza .....	66
<b>4. RESULTADOS</b> .....	<b>67</b>
4.1. Simulação computacional .....	67
4.2. Dilatometria .....	69
4.3. Caracterização microestrutural via MO e MEV .....	72
4.4. Difração de raios-X e Saturação magnética.....	82
4.5. Análise de imagens .....	86
4.6. Microscopia eletrônica de transmissão .....	91
4.6.1. Microscopia eletrônica de transmissão da amostra de Tp de 600°C .....	91
4.6.2. Microscopia eletrônica de transmissão da Tp de amostra de 700°C .....	92
4.6.3. Microscopia eletrônica de transmissão da amostra de Tp de 1.370°C .....	98

4.7. Dureza .....	100
4.8. Análise microestrutural do passe de acabamento da junta real.....	100
<b>5. DISCUSSÃO .....</b>	<b>110</b>
5.1. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 500°C .....	110
5.2. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 600°C .....	110
5.3. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 650°C .....	111
5.4. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 700°C .....	112
5.5. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 750°C .....	114
5.6. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 850°C .....	115
5.7. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 1100°C e 1370°C.....	116
5.8. Influência da taxa de aquecimento nas temperaturas $Ac_1$ e $Ac_3$ .....	117
<b>6. CONCLUSÕES.....</b>	<b>119</b>
<b>7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>120</b>
<b>8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>121</b>



## Lista de Figuras

Figura 1- Diagrama Fe-Ni adaptado de [21]. .....	6
Figura 2- Diagrama CCT (a) aço 0,1%C-9,11%Ni (b) aço 0,08%C-8,51%Ni [26].....	7
Figura 3 - Diagrama de resfriamento contínuo do 9%Ni (0,09%C-0,22%Si-0,68%Mn-0,008%P-0,009%S-0,031%Al). Adaptado de [5].....	8
Figura 4- Microestrutura típica do aço 9%Ni temperado e revenido em (a) MO e (b) MEV [11, 31].....	10
Figura 5 - Mapa de EBSD de estrutura martensítica em ripas do aço 9Ni como temperado. Três grãos de austenita prévia estão identificados [33].....	11
Figura 6 - Representação esquemática da estrutura de blocos e pacotes no interior do grão da austenita prévia [33]. .....	12
Figura 7 – (a) e (b) Grãos grandes de austenita prévia de amostras de aço 9%Ni, identificando os quatro pacotes distintos de austenita [33].....	12
Figura 8 – (a) e (b) Grãos pequenos de austenita prévia de amostras de aço 9%Ni, identificando os quatro pacotes distintos de austenita [33].....	13
Figura 9 - Ilustração esquemática que descreve as características cristalográficas das subestruturas da bainita superior e das ripas de martensita em ligas de Fe-9%Ni-C [34]. .....	14
Figura 10 - Ilustração esquemática que descreve a formação de um pacote de bainita superior: (a) para uma força motriz pequena e (b) para uma força motriz grande [34].	15
Figura 11-Micrografia ótica das estruturas bainíticas formadas à 350°C (a) 0,15% de C e (b) 0,5%C em peso e para estruturas de ripas de martensita obtidas por têmpera em água (c) 0,15% C em peso (d) 0,5% C em peso [34]. .....	16
Figura 12- Morfologia da bainita coalescida em uma região de grãos grosseiros (Adaptado de 36). .....	16
Figura 13 - Representação esquemática da formação da bainita coalescida. Adaptado de [36]. .....	18
Figura 14 - Porcentagem de austenita retida à -196 °C vs tempo de revenimento para aços 9%Ni temperados a partir de 843°C, revenidos nas temperaturas indicadas seguido de têmpera a -196°C [2]. .....	19
Figura 15 - Micrografia ótica de aço 9%Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 540 °C [2]. .....	20

Figura 16 - Micrografia eletrônica de transmissão de aço 9% Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 540°C. (A) filmes de carbeto nos contornos das ripas, (B) carbeto precipitado no interior das ripas [2]. .....	20
Figura 17 - Micrografia óptica de aço 9% Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 590°C. Glóbulos de austenita reversa e precipitação de carbonetos são observados primeiramente nos contornos de pacotes de martensita prévia [2]. .....	21
Figura 18 - Micrografia eletrônica de transmissão de aço 9%Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 590°C. Note a presença de alguns grãos livres de discordâncias e carbeto [2]......	22
Figura 19 - Microscopia eletrônica de transmissão de aço 9%Ni temperado (temperatura de austenitização de 870°C) e revenido a 570°C. (a) ripas de martensita prévia e presença de alta densidade de discordância, (b) presença de austenita reversa entre ripas de martensita prévia e (c) presença de austenita reversa entre ripas de martensita prévia (micrografia de campo escuro). Adaptado de [11]......	25
Figura 20 - Micrografias de MEV de amostras revenidas a 600°C e temperadas a partir diversas temperaturas de austenitização (a) 750°C; (b) 800°C; (c) 850°C; (d) 900°C; (e) 1000°C [31]......	26
Figura 21-Micrografias de MEV de amostras revenidas a: (a) 540°C; (b) 570°C; (c) 600°C; (d) 630°C; (e) 650°C; (f) 670°C [31]......	27
Figura 22-Regiões da zona afeta pelo calor. Adaptado de [14]......	28
Figura 23-Diagrama esquemático dos constituintes da ZTA de uma solda multipasse. Adaptado de [41]. .....	30
Figura 24 - Diagrama de resfriamento contínuo simulado da ZTA do 9%Ni [42]. .....	31
Figura 25 - Microestrutura das amostras submetidas às temperaturas de pico de (a) 500°C, (b) 1000°C e (c)1300°C [15]. .....	32
Figura 26 - Microestrutura do aço 9%Ni submetido a temperatura de pico de 600°C (RIC) [16] .....	33
Figura 27 - Microestrutura do aço 9%Ni submetido a temperatura de pico de 900°C (RGF) (a) micrografia via MO e (b) micrografias via MEV [16]. .....	33
Figura 28 - Microestrutura do aço 9%Ni submetido a temperatura de pico de 1200°C (RGG) (a) micrografia via MO e (b) micrografias via MEV [16]......	34
Figura 29- Difratoograma das condições RGGI e RGGGF [16]......	35

Figura 30 - Picos de difração da austenita( $\gamma$ ) e ferrita( $\alpha$ ) para as amostras (a)RGGI e (b)RGGGF nas diferentes condições de ciclos térmicos [16].	36
Figura 31- Difratoograma da condição de RGGIC [16].	37
Figura 32 - Picos de difração da austenita( $\gamma$ ) e ferrita( $\alpha$ ) para as amostras RGGIC nas diferentes condições de ciclos térmicos [16].	37
Figura 33 - Ciclos térmicos simulados na Gleeble [17].	39
Figura 34 - Comparação entre as temperaturas de pico (A) 1450°C e (B) 1250°C [17].	40
Figura 35 - Microestrutura analisada no MEV nas temperaturas de pico de (A) 1400°C e (B) 1250°C. Nital 2% [17].	40
Figura 36 - Análise metalográfica via MO nas Tps de (A)1000°C, (B) 750°C e (C) 400°C. Nital 2%. Aumento de 1.000X [17].	41
Figura 37 – Imagem de MEV das Tps de (a) 1000°C, (b) 750°C e (c) 400°C. Nital 2% [17].	42
Figura 38 - Ilustração esquemática dos principais componentes da Gleeble [46].	45
Figura 39 - Gradiente térmica ao longo do comprimento da amostra e suas respectivas áreas úteis para dois Free Span diferentes. Adaptado de [48].	46
Figura 40- Os raios-X incidentes e os raios X refletidos fazem um ângulo $\theta$ , simétrico ao normal do plano de cristal (a). O pico de difração é observado no ângulo $\theta$ de Bragg (b) [51].	47
Figura 41 - Desenho esquemático de um magnetômetro de amostra vibrante. Adaptado de [56].	50
Figura 42 – (a) Chanfro da junta e (b) distribuição dos passes de solda com raiz soldada pelo processo GTAW e enchimento e acabamento por GMAW no tubo circunferencial de aço 9%Ni temperado e revenido.	53
Figura 43 - Fluxograma da metodologia utilizada na simulação computacional.	56
Figura 44 - Modelo duplo-elipsoide para fonte de calor. Adaptado de [44].	56
Figura 45 - Variação da temperatura de pico com a distância da linha de fusão [41].	57
Figura 46 - Representação esquemática das temperaturas de pico à diferentes distâncias da linha de fusão.	57
Figura 47 – Esquema de montagem do corpo de prova simulado na Gleeble.	59
Figura 48 - Croqui das posições de retirada dos corpos de prova para dilatométrica.	62
Figura 49 - Figura esquemática das regiões da ZTA obtidas na simulação computacional. As setas indicam as temperaturas de pico de interesse, onde foram extraídos o seu respectivo ciclo térmico.	67

Figura 50 - Ciclos térmicos obtidos por simulação computacional referente às temperaturas de pico de 1.370°C, 1.100°C, 850°C, 750°C, 700°C, 650°C, 600°C e 500°C. ....	68
Figura 51 – Curvas de dilatométrica do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à Tp de (a)500°C, (b) 600°C, (c) 650°C e (d) 700°C. (e)750°C, (f) 850°C, (g) 1100°C e (h) 1370°C. ....	71
Figura 52 - Microestrutura do aço 9%Ni temperado e revenido (a) MO e (b) MEV. Ataque Nital 2%. ....	73
Figura 53 - Contornos de grão de austenita prévia do aço 9%Ni temperado e revenido. Reagente para revelar contorno de grão de austenita prévia. ....	74
Figura 54 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 500°C(a) MO e (b) MEV, 600°C(c)MO (d) MEV e 650°C (e) MO e (f) MEV. ....	75
Figura 55 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de temperatura de pico de 700°C(a) MO e (b) MEV. ....	77
Figura 56 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 750°C(a) MO e (b) MEV. ....	78
Figura 57 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 850°C(a) MO e (b) MEV. ....	79
Figura 58 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 1100°C(a) MO e (b) MEV. ....	80
Figura 59 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 1370°C (a)MO e (b) MEV. ....	81
Figura 60 - Difratoograma das amostras de simulação da ZTA e do metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido. ....	82
Figura 61 - Difratoograma obtido por DRX com o ajuste da curva do metal de base por Rietveld. ....	83
Figura 62 - Difratoogramas obtidos por DRX com o ajuste das curvas por Rietveld das amostras de Tps a) 500°C, (b) 600°C, (c) 650°C, (d) 700°C, (e) 750°C, (f) 850°C, (g) 1.100°C, (h) 1.370°C. ....	84
Figura 63 - Relação entre a fração de austenita com a temperatura de pico. ....	85
Figura 64 – Micrografias de microscopia eletrônica de varredura do aço 9%Ni temperado e revenido submetido a temperatura de pico de 500°C de ciclos térmicos de soldagem da ZTA (a) MEV polimento mecânico e ataque Nital2% (b) MEV polimento mecânico e ataque de picral 4% (c) MEV polimento eletrolítico e ataque picral 4%. ....	87

Figura 65 - Medição da austenita na amostra de simulação de ZTA à tp de 500°C no aço 9%Ni (a) Imagem obtida no MEV 20000x and (b) Quantificação da austenita (fase branca colorida em vermelho) em (a) por meio da diferença de níveis de cinza por análise de imagens.....	88
Figura 66 – Micrografias via MEV do aço 9%Ni temperado e revenido submetido a diferentes ciclos térmicos de soldagem na zona termicamente afetada: temperaturas de pico de (a) 500°C, (b) 700°C, (c) 850°C e (d) 1370°C polimento eletrolítico e picral 4%. .....	89
Figura 67 – Histograma das áreas das partículas de austenita no metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido e das amostras de simulação da ZTA. ....	90
Figura 68 - Imagens de MET do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 600°C.(a) Campo claro (b) Padrão de difração da ferrita (c) Padrão de difração da cementita.....	92
Figura 69 - Imagens de MET do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 700°C. (a) austenita presente na matriz ferrítica e (b) imagem em maior aumento da austenita e (c) padrão de difração da austenita e (d) padrão de difração da ferrita.....	93
Figura 70 - Imagem de MET do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 700°C.....	94
Figura 71 - Mapa de EDS de precipitados no interior do grão no modo STEM da amostra de Tp de 700°C considerando os elementos Ni e Mn. ....	95
Figura 72 - Mapa de EDS de precipitados no contorno do grão no modo STEM da amostra de Tp de 700°C considerando os elementos Ni e Mn. ....	96
Figura 73 - Micrografia de MET da amostra de aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de soldagem à temperatura de pico de 700°C. (a) Morfologia das ripas de martensita (b) Padrão de difração das várias ripas de martensita.....	97
Figura 74 - Micrografia de MET da amostra de aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de soldagem à temperatura de pico de 1370°C. Morfologia das ripas de martensita.....	98
Figura 75 - Micrografia de MET da amostra de aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de soldagem à temperatura de pico de 1370°C. (a) Morfologia das ripas de martensita (b) Padrão de difração correspondente.....	99
Figura 76 – Dureza HV10 das amostras de simulação da ZTA e do metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido. ....	100

Figura 77 - Microestrutura da ZTA da solda real nas respectivas distâncias dimensionadas na simulação computacional dos ciclos térmicos submetidos às temperaturas de pico de 500°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 850°C, 1100°C e 1370°C apontadas na Tabela 8.....	101
Figura 78- Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 500°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.....	102
Figura 79 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 600°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.....	103
Figura 80 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 650°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.....	104
Figura 81 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 700°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.....	105
Figura 82 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 750°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.....	106
Figura 83 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 850°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.....	107
Figura 84 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 1100°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.....	108
Figura 85 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 1300°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.....	109
Figura 86 – Relação entre a taxa de aquecimento e as temperaturas de transformação $A_{c1}$ e $A_{c3}$ .....	118

## Lista de Tabelas

Tabela 1- Especificações do aço 9%Ni ASTM A 333 Gr.8. [1,3].	5
Tabela 2-Valores das temperaturas $AC_1$ e $AC_3$ do aço 9%Ni para diversos autores. Adaptado de [16].	8
Tabela 3 - Tratamentos térmicos no aço 8,5%Ni e % de austenita encontrada em cada um deles [27].	23
Tabela 4 - Tenacidade e fração de austenita do aço 9%Ni para diferentes processos de tratamentos térmicos [11].	24
Tabela 5 - Composição do aço 9%Ni como recebido.	53
Tabela 6 – Parâmetros de soldagem utilizados na junta soldada por GTAW na raiz e GMAW nos passes de enchimento e acabamento.	53
Tabela 7 - Parâmetros de soldagem utilizados para a simulação computacional por elementos finitos do cordão de solda do passe 28 (Figura 42 b).	55
Tabela 8 - Distâncias dos ciclos térmicos de soldagem da linha de fusão da solda.	68
Tabela 9 – Ciclos térmicos de soldagem (taxa de aquecimento, temperatura de pico, $T_p$ , tempo na temperature de pico, $t_p$ , e taxa de resfriamento) extraídas da simulação computacional.	69
Tabela 10 - Temperaturas $Ac_1$ , $Ac_3$ , $M_i$ , $M_f$ e $B_i$ determinadas por ensaios de dilatometria no aço 9%Ni temperado e revenido adotando as condições de ciclos térmicos apresentados na Tabela 9.	72
Tabela 11 - Tamanho de grão das amostras de ZTA de aço 9%Ni simuladas fisicamente.	82
Tabela 12 - Fração de austenita medida por DRX nas amostras de ZTA simuladas e no metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido.	85
Tabela 13 - Quantificação da austenita por DRX e análise de imagens das amostras de ZTA simuladas termicamente e do metal de base do aço 9%Ni Q&T.	87
Tabela 14 - Análise de partículas nas amostras de simulação da ZTA e no metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido.	90

## 1. INTRODUÇÃO

O aço 9%Ni vem sendo utilizado para fabricação de tubos de óleo e gás. Atualmente ele está sendo aplicado em plataformas de extração de petróleo nas linhas de injeção de CO<sub>2</sub> e para resistir pressões de 550 bar por apresentar alta resistência mecânica e alta tenacidade em baixas temperaturas. A microestrutura almejada para este aço é obtida ou pelo tratamento térmico de dupla normalização ou pela têmpera e revenido, resultando em uma matriz ferrítica com presença de carbeto e 5-15% de austenita reversa [1-5].

Apesar do aço 9%Ni manter boas propriedades em temperaturas criogênicas, ainda não se conhece bem o seu comportamento em meios corrosivos e já que o sistema em que ele passou a ser utilizado conta com a presença de H<sub>2</sub>S, H<sub>2</sub>O e CO<sub>2</sub> é importante conhecer os seus mecanismos de fragilização pelo hidrogênio para evitar falhas. Estudos apontam que a microestrutura apresenta maior importância na resistência à corrosão sob tensão do que a própria quantidade de níquel [6]. A microestrutura do aço 9%Ni é sensível à composição química e o seu comportamento em relação a diversos tratamentos térmicos vêm sendo estudado por vários autores. É reportado na literatura que a presença de austenita reversa na sua microestrutura final é um dos principais fatores para a sua alta tenacidade à fratura em temperaturas criogênicas [2]. A austenita reversa contribui para a absorção de carbono da matriz e diminuição da precipitação de cementita e funciona como um agente que alivia a tensão durante o ensaio de impacto, por exemplo[7-8]. Quando a ponta da trinca encontra a austenita, durante o teste, esta se transforma em martensita induzida por deformação devido ao alto nível de tensão em que está submetida e muita energia é absorvida. Sendo assim a tensão é aliviada, ocorre um embotamento e a trinca para de crescer. Estudos revelaram também que para garantir a presença de austenita reversa estável (não sendo susceptível à transformação martensítica durante o resfriamento) é necessário que a etapa do tratamento térmico de revenido intercrítico seja realizado à 600°C [9,10,11,12].

Os mecanismos de fragilização por hidrogênio no aço 9%Ni vêm sendo estudados e observou-se que os sítios mais prováveis de acumulação de hidrogênio seriam os contornos das ripas de martensita [6-10]. Kim e colaboradores [13] constataram que para o aço 5,5%Ni na condição QLT, a presença de austenita instável poderia potencializar a fragilização por hidrogênio na microestrutura. A transformação



induzida por deformação da austenita geraria uma martensita rica em hidrogênio, funcionando como um local preferencial para nucleação de trincas.

É conhecido que no processo de soldagem, a formação do cordão de solda, implica na imposição de diversos ciclos térmicos no metal de base e a região que sofre estas variações de temperaturas é conhecida por zona termicamente afetada (ZTA). Este gradiente de temperatura resulta em transformações microestruturais e mudanças nas propriedades mecânicas nesta área [14]. Desta forma é importante conhecer o efeito dos ciclos térmicos de soldagem na microestrutura inicial do aço 9%Ni uma vez que podem impactar diretamente na sua resistência à fragilização por hidrogênio e tenacidade à fratura [15].

A microestrutura formada na ZTA do aço 9%Ni vem sendo investigada por diversos autores. Técnicas avançadas de caracterização, como microscopia eletrônica de varredura (MEV) com EBSD acoplado e microscopia eletrônica de transmissão (MET) na maioria das vezes são requisitadas dada a granulometria refinada da matriz ferrítica (9 ASTM), dimensões diminutas da austenita reversa/retida e dos carbeto e a dificuldade de diferenciá-los. A microestrutura da ZTA do aço 9%Ni traz ainda maiores dificuldades de caracterização, pois, além de possuir uma extensão pequena, entre 2 mm e 3 mm, apresenta um gradiente muito grande de microestrutura resultante dos diferentes ciclos térmicos sentidos em cada ponto, e cujos efeitos na microestrutura ainda não são totalmente conhecidos [14,15]. Nippes, Rodrigues e Pereira [15-17] estudaram a microestrutura da ZTA, porém as fases e constituintes formados em cada condição de temperatura de pico escolhida para simular a ZTA não foram totalmente esclarecidas.

O objetivo deste trabalho é compreender a microestrutura da ZTA do aço 9%Ni para que seja possível no futuro, entender o comportamento quando submetidos a esforços mecânicos e meios corrosivos [2,5,13].

Este estudo apresenta um primeiro, mas detalhado passo na investigação de mudanças microestruturais na ZTA por meio de simulação computacional e mecânica de oito regiões diferentes da ZTA originada pelo passe de acabamento pelo processo GMAW utilizando liga de níquel 625 como metal de adição. Nesta condição o metal de base foi submetido a apenas um ciclo térmico de soldagem, o qual permite avaliar as transformações microestruturais sem entrar em detalhe nos efeitos de reaquecimento (no caso da ZTA dos passes de enchimento). Foi assumido também que a microestrutura do metal de base temperado e revenido (inalterado por nenhum ciclo térmico) é o estado

inicial antes de sofrer a influência do ciclo térmico de soldagem pelo passe de acabamento. Foi utilizado para este trabalho um software comercial baseado em elementos finitos (Sysweld®) para simulação computacional do processo de soldagem e extração dos ciclos térmicos em diferentes pontos/ regiões da ZTA. Para isso as propriedades térmicas do material foram modeladas com *software* JMatPro. A simulação termomecânica foi usada para aplicar os ciclos térmicos obtidos computacionalmente em uma amostra física real. Para avaliar as mudanças microestruturais na ZTA do passe de acabamento, oito temperaturas de pico foram escolhidas, dentre elas algumas contemplam posições acima de  $A_{c3}$ , outras estão entre  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$  e as demais abaixo de  $A_{c1}$ .

Para realizar a simulação computacional, os cordões de solda e a extensão da ZTA foram reproduzidos a partir de uma micrografia de uma solda real. Os parâmetros do processo da soldagem real como aporte de calor, voltagem, velocidade de soldagem, dentre outros também foram utilizados como dados de entrada para a simulação. Além do mais, os passes de raiz e enchimento foram considerados pré-existentes, somente o passe de acabamento foi simulado e por fim os ciclos térmicos foram extraídos de sua ZTA. Foi escolhido o método por elementos finitos para o cálculo dos ciclos térmicos devido a sua melhor precisão quando comparada com outros tipos de modelos como Rosenthal e Rikalín [18,19], os quais a fonte de calor considerada é muito simplificada e as variações das propriedades físicas com a temperatura não são levadas em consideração.

As amostras submetidas à simulação termomecânica na Gleeble® apresentam tanto a microestrutura quanto as propriedades mecânicas homogêneas ao longo da região em uma região específica da amostra, no caso deste trabalho foi obtido um comprimento máximo de 3 mm em uma área de 10 x 10 mm (bem maior do que a mesma região em uma solda real), o que torna a análise microestrutural mais fácil e confiável [20].

Com a ajuda de um dispositivo de dilatométrica acoplado à máquina Gleeble, as temperaturas críticas de transformação,  $A_{c1}$ ,  $A_{c3}$ ,  $M_i$ ,  $M_f$  e  $B_i$  também foram determinadas para cada uma das oito temperaturas de pico escolhidas. A microestrutura das amostras de ZTA simuladas termomecanicamente foi investigada por microscopia óptica, eletrônica de varredura e de transmissão, difração de raios-X e medidas de dureza. Um ponto de foco especial foi dado à análise quantitativa da austenita nas diferentes temperaturas de pico. Foi visto que o ciclo térmico de soldagem altera

drasticamente a fração de austenita e a martensita é a microestrutura predominante na ZTA do passe de acabamento do aço 9%Ni soldado.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Aço 9%Ni

O aço com teor de 9% de níquel foi desenvolvido pela primeira vez pela *International Nickel Company, EUA*, em 1942. Este aço possui excelente tenacidade à fratura à  $-196^{\circ}\text{C}$ , alta resistência mecânica e sua junta soldada não necessita de tratamento térmico de alívio de tensão para espessuras de até 50 mm [3]. Por este motivo estes aços são muito utilizados para construção de vasos de pressão e tubos para transporte de gás natural liquefeito. Atualmente ele vem sendo largamente utilizado em plataformas de petróleo para re-injeção de  $\text{CO}_2$ .

As especificações de composição química e propriedades mecânicas dos materiais segundo a norma ASTM A333 estão descritas na Tabela 1 [1,3].

Tabela 1- Especificações do aço 9%Ni ASTM A 333 Gr.8. [1,3].

Especificações		ASTM
		A 333 grau 8
Composição Química	C	0,13 max.
	Mn	0,90 max.
	Si	0,13 – 0,32
	Ni	8,4 – 9,6
	S	0,025 max.
	P	0,025 max.
Propriedades Mecânicas	Limite de escoamento (MPa)	515
	Limite de resistência (MPa)	690
	Alongamento %	22

Os aços 9%Ni são muito sensíveis à composição química, pequenas alterações nas quantidades dos elementos presentes podem afetar significativamente a qualidade do aço. Enxofre e fósforo devem ser limitados às mínimas quantidades estabelecidas pelas ASTM A333, alumínio e titânio podem ser adicionados para refinar o grão e Mo e Mn, para aumentar a sua resistência e tenacidade em baixas temperaturas [5].

O diagrama de transformação em equilíbrio Fe-Ni, pode ser usado para estimar e prever com certa segurança as temperaturas de transformações de fases do aço 9%Ni de baixo carbono. A Figura 1 mostra o diagrama de equilíbrio proposto por

Swartzendruber [21]. Por ser o níquel um elemento estabilizador da austenita, ao ser adicionado na liga ele abaixa a temperatura de transformação de austenita em ferrita e suprime a transformação para o constituinte perlita em altas temperaturas [5, 22].

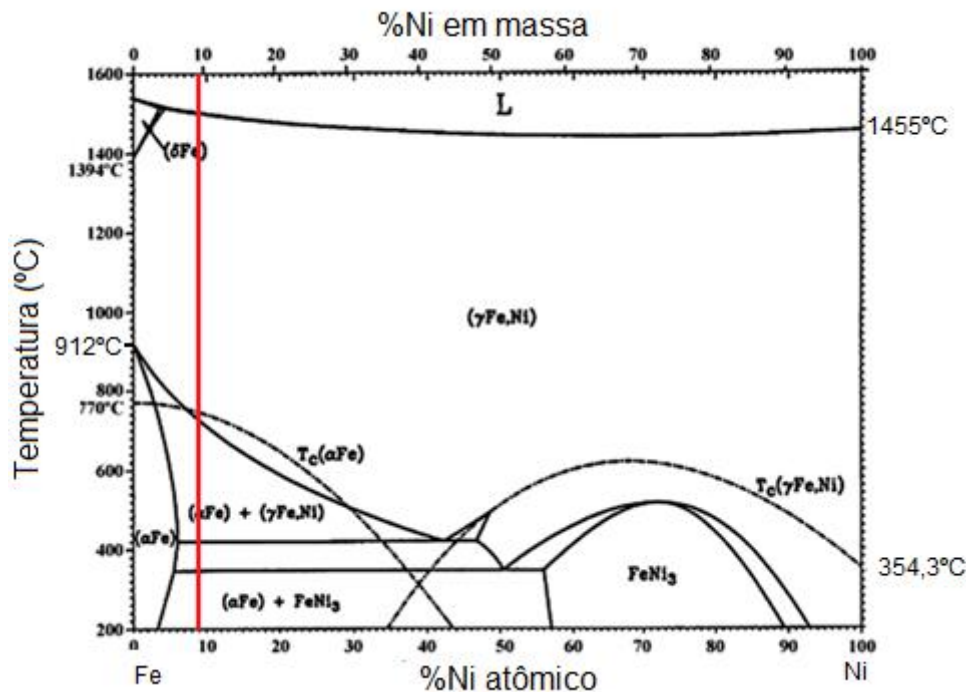


Figura 1- Diagrama Fe-Ni adaptado de [21].

Além de atuar no sentido de retardar a transformação de ferrita e perlita em altas temperaturas, o níquel age na redução da temperatura final de formação da martensita. A estrutura resfriada a partir da temperatura de austenitização e tratada termicamente apresenta uma quantidade substancial de austenita reversa, que permanece estável mesmo em temperaturas criogênicas. A presença da austenita estável melhora indiretamente a resistência ao impacto, pois evita a formação de carbeto de fragilização, uma vez que a sua formação e crescimento envolve a incorporação de carbono e reduzindo a probabilidade de ocorrer trincamento por carbono [23]. Sendo assim, a estrutura de grão fino de níquel-ferrita em aço 9%Ni, tende a ser desprovida de redes de carbeto de fragilização e resulta em excelente resistência ao impacto em baixas temperaturas [2,15,24,25].

Os dois diagramas de resfriamento contínuo (CCT) mostrados na Figura 2 apresentam as curvas de resfriamento e ilustram muito bem a influência da composição

química no aço 9%Ni onde, a principal diferença entre a Figura 2 (a) e a Figura 2 (b) é a adição de manganês.

Nota-se que para baixas taxas de resfriamento, a Figura 2 (a), resulta na presença de bainita (Zw), ferrita (F), perlita (P) e martensita, enquanto que a Figura 2 (b) não ocorre a formação da ferrita e perlita, ocorrendo apenas a presença da martensita e bainita. Desta forma, fica evidente que pequenas modificações na composição química do aço 9%Ni alteram significativamente as fases e constituintes resultantes no resfriamento [26].

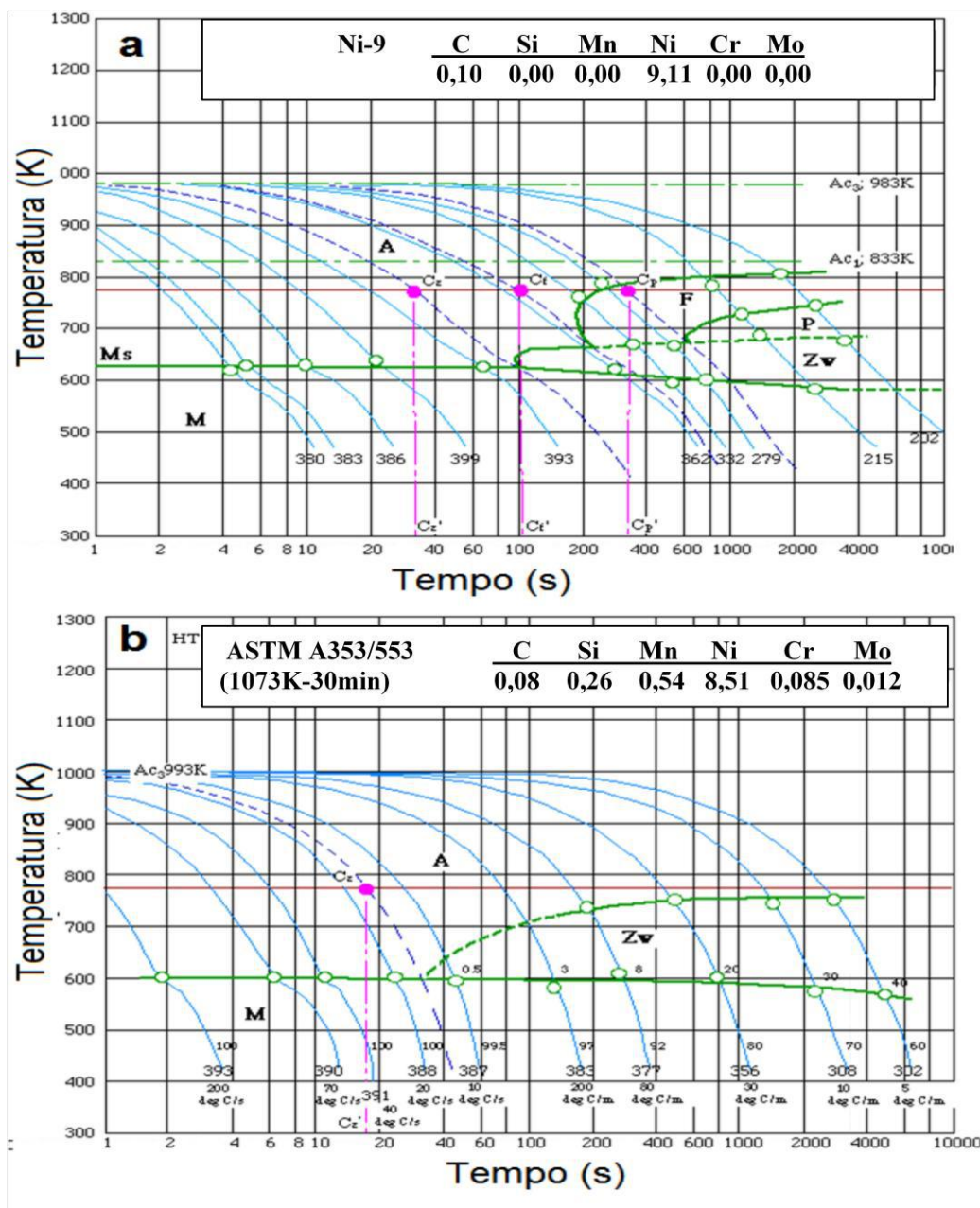


Figura 2- Diagrama CCT (a) aço 0,1%C-9,11%Ni (b) aço 0,08%C-8,51%Ni [26].

A Figura 3 apresenta o diagrama CCT para o aço de composição química 0,09%C-9,02%Ni-0,22%Si-0,68%Mn-0,03%Al-0,008%P-0,009%S. Observa-se que as temperaturas  $Ac_1$  e  $Ac_3$  variam consideravelmente em relação àquelas da Figura 2, o que reforça ainda mais a sensibilidade do aço 9%Ni a pequenas variações de composição química.

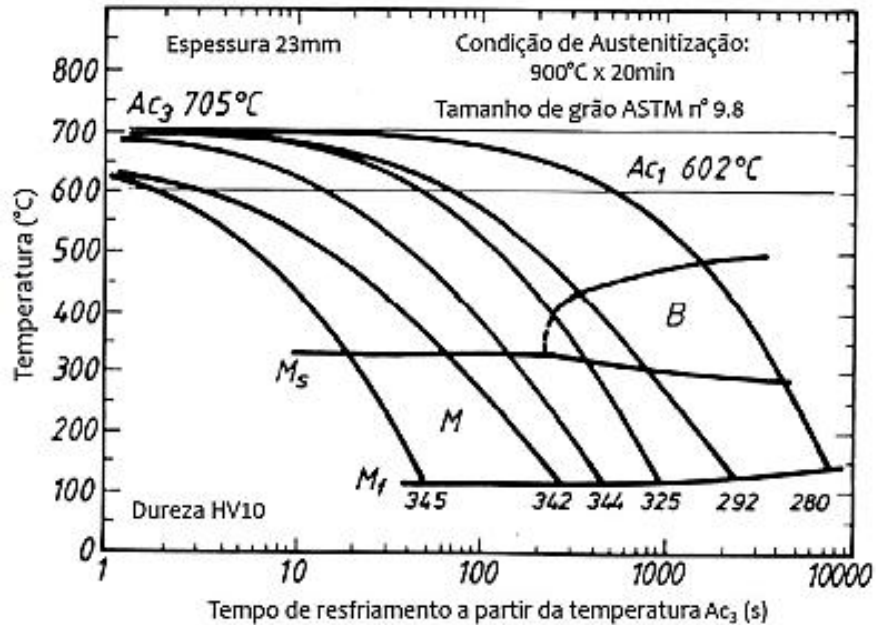


Figura 3 - Diagrama de resfriamento contínuo do 9%Ni (0,09%C-0,22%Si-0,68%Mn-0,008%P-0,009%S-0,031%Al). Adaptado de [5].

Uma vez que as temperaturas de transformação  $Ac_1$  e  $Ac_3$  são muito importantes para o entendimento das fases e constituintes formados no diagrama CCT, Rodrigues [16] apresentou em seu trabalho uma tabela relacionando as temperaturas  $Ac_1$  e  $Ac_3$  aferidas para diferentes composições químicas, como pode ser observando na Tabela 2.

Tabela 2-Valores das temperaturas  $Ac_1$  e  $Ac_3$  do aço 9%Ni para diversos autores. Adaptado de [16].

Composição	$Ac_1$	$Ac_3$	Autor
0,10C-9,11Ni	560	709	[26]
0,08C-8,51Ni-0,54Mn	-	719	[26]
0,1C-8,6Ni-0,54Mn	552	643	[27]
0,001C-8,95Ni-0,85Mn	590	725	[28]
0,1C-8,95Ni-0,85Mn	540	720	[28]
0,066C-9,28Ni-0,65Mn	664	694	[29]
0,09C-9,02Ni-0,68Mn	602	705	[5]
0,043C-9,35Ni-0,64Mn	577	703	[30]
0,036C-9,02Ni-0,70Mn	640	725	[31]

Diante das Figuras 2 e 3, pode-se constatar que para a maioria das faixas de resfriamento aplicadas, a microestrutura final será composta por martensita e bainita, sendo que esta última será tanto maior quanto menor a velocidade de resfriamento e pode-se perceber que elas indicam a dureza final, e que estas diminuem com a presença de bainita.

## 2.2. Microestruturas e tratamentos térmicos do aço 9%Ni

A fim de atender às propriedades mecânicas exigidas pela ASME, *Boiler and Pressure Vessel Code* [3], para aplicação em temperaturas criogênicas, dois processos de tratamentos térmicos devem ser realizados, dupla normalização seguida de revenimento ou têmpera seguida de revenimento. Durante estes tratamentos, os carbetos presentes na estrutura são dissolvidos na austenita, que em virtude de possuir maior percentual de carbono e de níquel, é estável em baixas temperaturas [27].

No primeiro, o aço 9%Ni é aquecido até a temperatura de 900°C, produzindo uma estrutura completamente homogênea, composta por austenita. Posteriormente é realizado a normalização à 790°C, onde os grãos finos de austenita são formados. O resfriamento é seguido ao ar e transforma a austenita em martensita e bainita. Cada temperatura é mantida durante o tempo de 2,4 minutos por milímetro de espessura da placa. Caso o tempo de permanência seja inferior a 15 minutos deve-se prosseguir o resfriamento ao ar. O revenido é realizado entre as temperaturas de 565-605°C, de maneira a promover a fração de 10-15% de austenita estável à temperatura ambiente [1, 5]

Na têmpera e revenido, o aço 9%Ni é elevado até a temperatura de 800-925°C, mantida nesta temperatura até que todo o material esteja uniformemente aquecido e então é realizado a têmpera em água. O revenido deve ser realizado na região intercrítica do campo bifásico ( $\alpha+\gamma$ ), entre 565 e 605°C, de forma a garantir a presença de austenita reversa estável (nos itens a seguir da revisão será explicado o motivo pelo qual esta faixa de temperatura é propícia para garantir a estabilidade da austenita). Ambos os tratamentos térmicos resultam na obtenção de uma microestrutura formada por uma matriz ferrítica, com presença de cementita e 5-15% de austenita [1, 3].

A Figura 4 ilustra a microestrutura do metal de base resultante do processo de têmpera e revenido, e possui microestrutura composta por ferrita, cementita e austenita reversa. Apesar desta indicação, percebe-se que uma diferenciação entre cementita e



austenita não é apontada. Os contornos de grão da austenita prévia podem ser identificados [31].

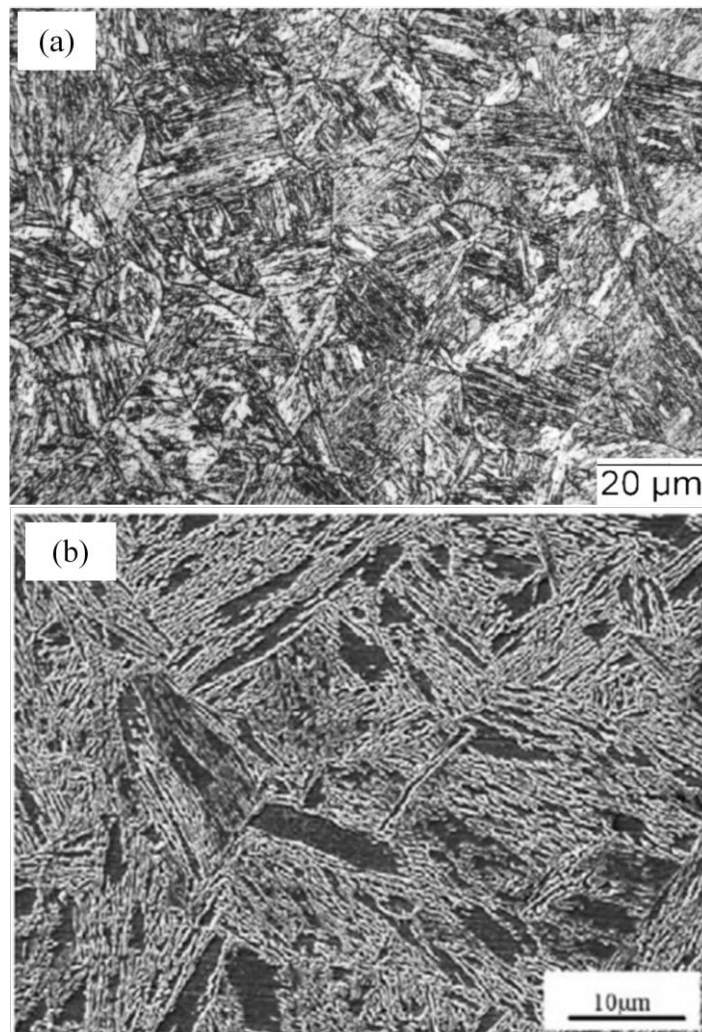


Figura 4- Microestrutura típica do aço 9%Ni temperado e revenido em (a) MO e (b) MEV [11, 31].

Os aços martensíticos conferem alta resistência aos aços estruturais. A transformação espontânea de cúbica de faces centradas (CFC) para cúbica de corpo centrado (CCC) envolve uma tensão que é acomodada pela introdução de uma alta densidade de discordâncias [32].

Quando o teor de carbono é alto ( $> 0,6\%$  em peso em aços Fe-C), a temperatura de transformação martensítica é baixa, os defeitos primários são maclas internas. A martensita "maclada" resultante pode ser muito resistente, mas é geralmente muito frágil, sendo destinada a uso estrutural. Já quando o teor de carbono é relativamente baixo ( $< 0,6\%$  em peso) e a composição química da liga é favorável, a microestrutura

resultante é martensita em forma de ripas ou placas, o que proporciona boa combinação de resistência mecânica e dureza [32].

Kinney e colaboradores [33] propuseram estudar a microestrutura martensítica pois ela possui atraentes propriedades mecânicas, mas é difícil de ser caracterizada. A sua microestrutura é complexa pois a martensita formada possui muitas variantes cristalográficas, 24 no caso da relação comum de Kurdjumov-Sachs (KS), e a maioria ou todas estas aparecem durante a transformação de cada grão de austenita prévia.

A composição química do aço estudado por Kinney e colaboradores [33] é Fe–9%Ni–0,64%Mn–0,23%Si–0,046%C–0,02%Al–0,01%Cr. Em seu trabalho, um primeiro tratamento foi realizado onde as amostras foram conduzidas a austenitização (1200°C por 1 hora e meia) e temperadas a 175°C e então reaustenitizada à temperatura de 1000°C por 5h antes de ser temperada a 15°C, levando a um tamanho de grão austenítico de 200 µm. A microestrutura do aço 9%Ni na condição temperada é martensítica, podendo ter presença de bainita, como mostrado na análise de EBSD da Figura 5.

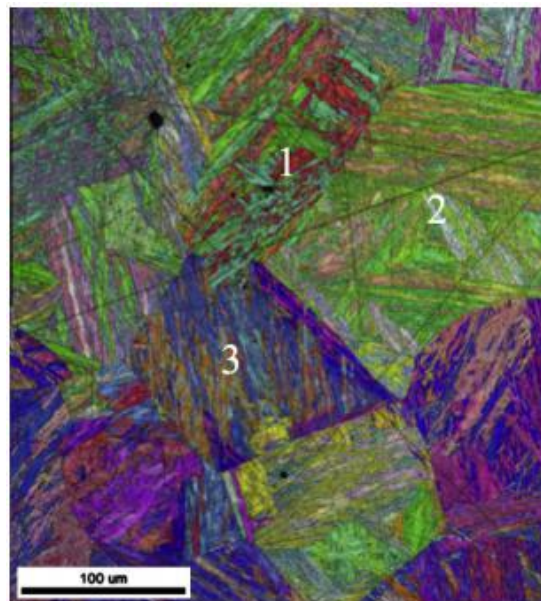


Figura 5 - Mapa de EBSD de estrutura martensítica em ripas do aço 9Ni como temperado. Três grãos de austenita prévia estão identificados [33].

Kinney e colaboradores [33] ainda reportam que a formação da martensita está dividida em três níveis no interior dos grãos austeníticos prévio, que são as ripas, blocos e pacotes, como pode ser observado na Figura 6.

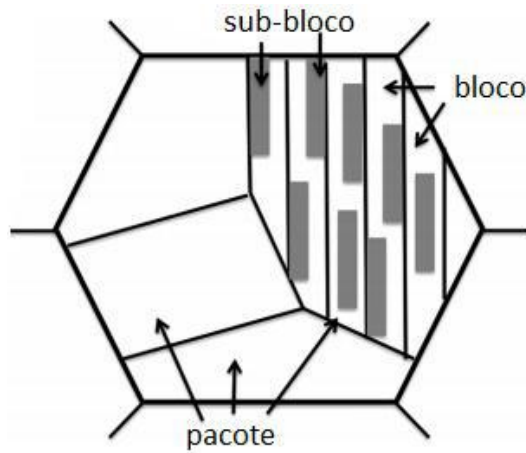


Figura 6 - Representação esquemática da estrutura de blocos e pacotes no interior do grão da austenita prévia [33].

Um segundo tratamento foi conduzido para produzir um grão de austenita prévia pequeno, de 50-100 $\mu$ m. As amostras foram austenitizadas a 1150°C por 2 horas e então temperadas a 10°C. As microestruturas resultantes destes dois tratamentos térmicos foram avaliadas por meio do EBSD, onde as regiões nas quais as placas compartilham um plano comum  $\{0\ 1\ 1\}$  foram localizadas e destacadas. A Figura 7 e a Figura 8 ilustram os quatro pacotes que estão presentes em cada grão de austenita prévia, referentes às amostras contendo grão austenítico de tamanho grande e pequeno e estão em concordância com a aparência de todas as 24 variantes KS.

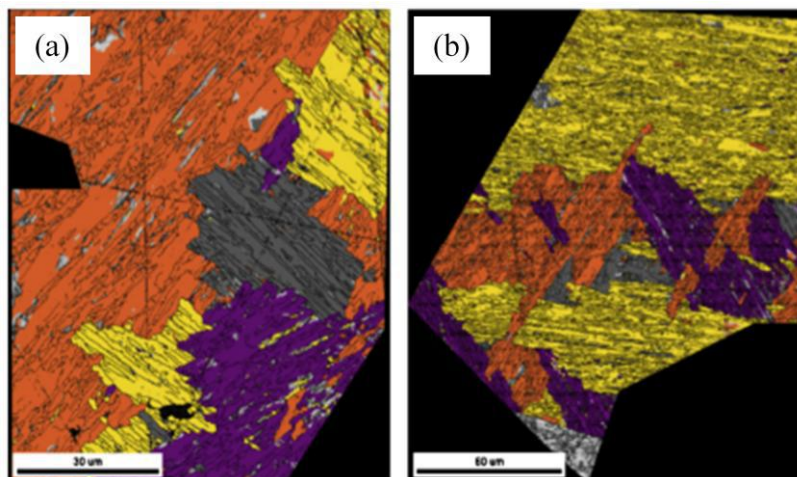


Figura 7 – (a) e (b) Grãos grandes de austenita prévia de amostras de aço 9%Ni, identificando os quatro pacotes distintos de martensita [33].

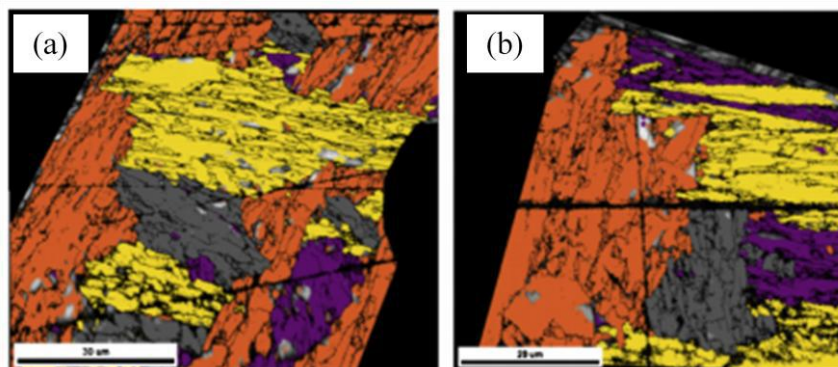


Figura 8 – (a) e (b) Grãos pequenos de austenita prévia de amostras de aço 9%Ni, identificando os quatro pacotes distintos de martensita [33].

Furuhara e colaboradores [34] propuseram o estudo da estrutura bainítica no aço de composição Fe-9%Ni-(0,15-0,5%C) transformada entre as temperaturas de 350°C e 450°C em comparação com a martensita formada. As amostras foram austenitizadas na temperatura de 1150°C e transformadas isotermicamente nas temperaturas de 450°C, 400°C e 350°C, seguidas de têmpera.

O pacote de bainita formado é semelhante às ripas de martensita e é dividido em blocos e obedecem a mesma relação de planos KS. Os pacotes de bainita superior foram caracterizados em três tipos conforme descritos a seguir:

- Tipo A: o pacote contém ripas de apenas duas variantes com uma pequena orientação de baixo ângulo.
- Tipo B: o pacote é dividido em três blocos em que cada um possui orientações completamente diferentes um dos outros, e cada bloco possui sub-blocos.
- Tipo C: o pacote consiste em blocos contendo uma variante única de ripas, variantes em pares maclados são preferencialmente formados.

A Figura 9 ilustra as configurações cristalográficas da bainita. A Figura 9 (d) apresenta uma síntese do efeito do teor de carbono e da temperatura no tipo de formação do pacote de bainita.

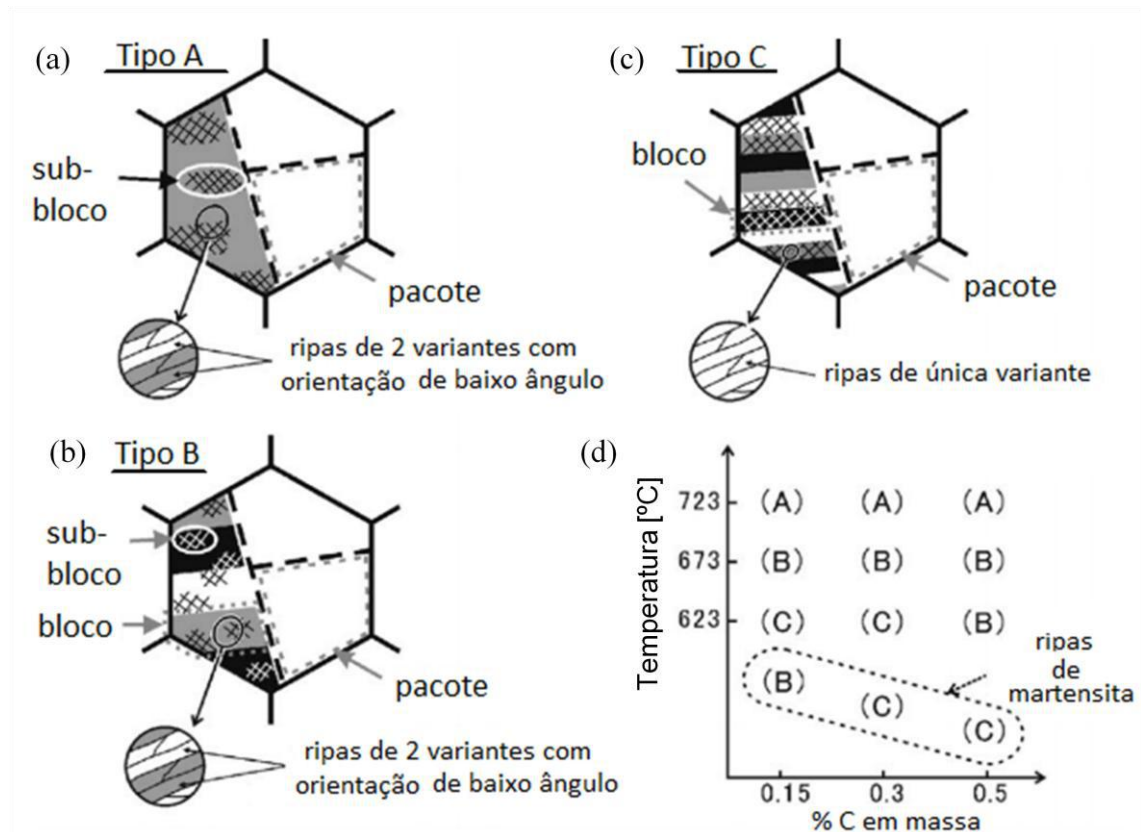


Figura 9 - Ilustração esquemática que descreve as características cristalográficas das subestruturas da bainita superior e das ripas de martensita em ligas de Fe-9%Ni-C [34].

Todas as ligas transformadas a 450°C exibiram um pacote de bainita do tipo (A) e o teor de carbono não influenciou no tipo de bainita formada. Em 400°C e 350°C, a característica cristalográfica do pacote alterou para o tipo (B) ou para (C) e os blocos são grosseiros à medida que o teor de carbono aumenta. Isto acontece devido à força motriz, que diminui com o aumento de carbono a uma temperatura fixa. Para uma pequena força motriz, uma variante específica é selecionada naturalmente a partir do limite de grão da austenita. Durante o desenvolvimento do pacote, os sub-blocos são ocasionalmente formados, embora sua origem ainda não seja bem compreendida [34].

Para o mesmo teor de carbono, ao diminuir a temperatura de transformação, a característica do pacote muda do tipo (A) para (B) e para (C), resultando em refinamento dos blocos. Isto ocorre, pois, mantendo o teor de carbono, a força motriz aumenta com a diminuição da temperatura. Para uma grande força motriz, a diferença na energia de ativação para a nucleação entre variantes da bainita torna-se menor e mais variáveis podem se formar em um contorno de grão de austenita dado, resultando em refino dos blocos [34].

A Figura 10 descreve esquematicamente a formação dos pacotes da bainita superior para diferentes forças motrizes.

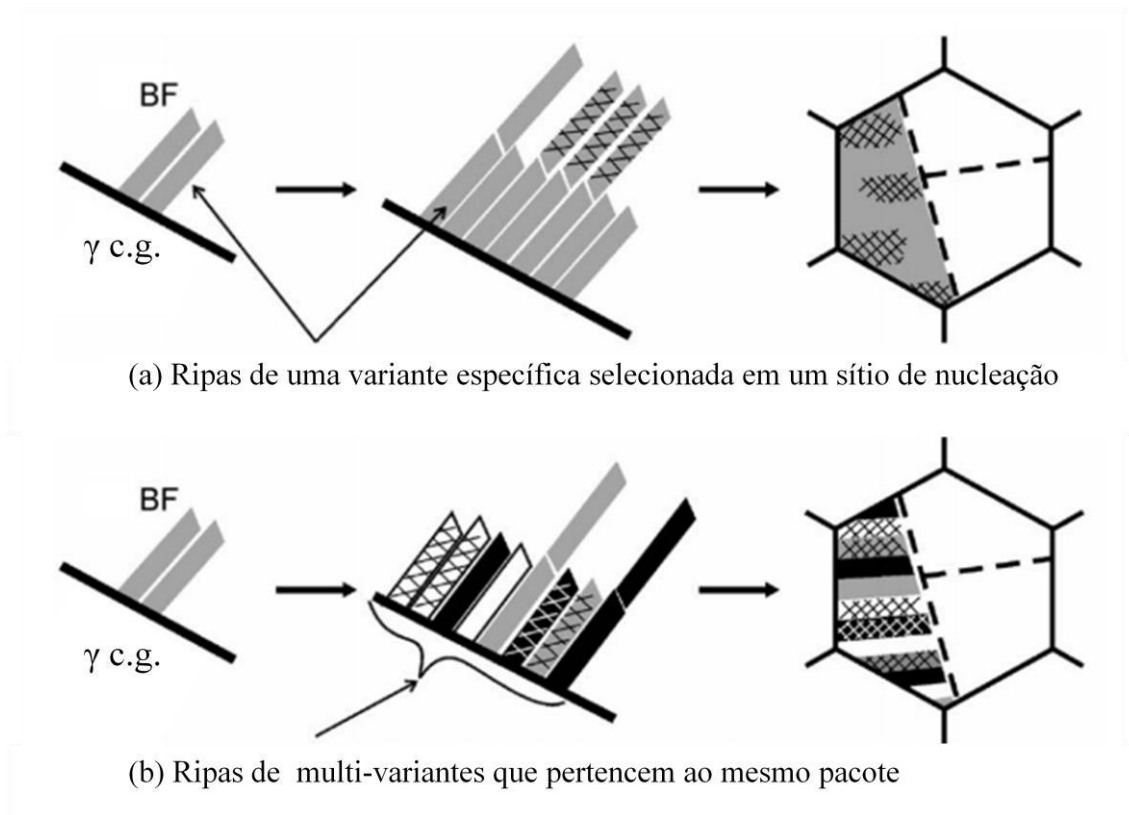


Figura 10 - Ilustração esquemática que descreve a formação de um pacote de bainita superior: (a) para uma força motriz pequena e (b) para uma força motriz grande [34].

A bainita fica mais grosseira enquanto que os pacotes de ripa de martensita são refinados com o aumento do teor de carbono. Um pacote de tipo (B) foi observado na liga de 0,15%C, enquanto o tipo (C) foi obtido nas ligas de carbono mais alto. Apesar destes materiais apresentarem teores de carbono superiores aos requisitos da norma ASTM A333 gr. 8, a relação destes constituintes com o carbono tende a se manter, fazendo que estes conceitos sejam aplicáveis nos aços deste estudo.

A Figura 11 apresenta a microestrutura por microscopia ótica para as ripas de martensita e estruturas bainíticas formadas isotermicamente à 350°C para aços 9%Ni com percentuais de carbono de 0,15 e 0,5%, onde os blocos da bainita são refinados com a diminuição da temperatura e do teor de carbono e os blocos e ripas de martensita são refinadas com o aumento de carbono.

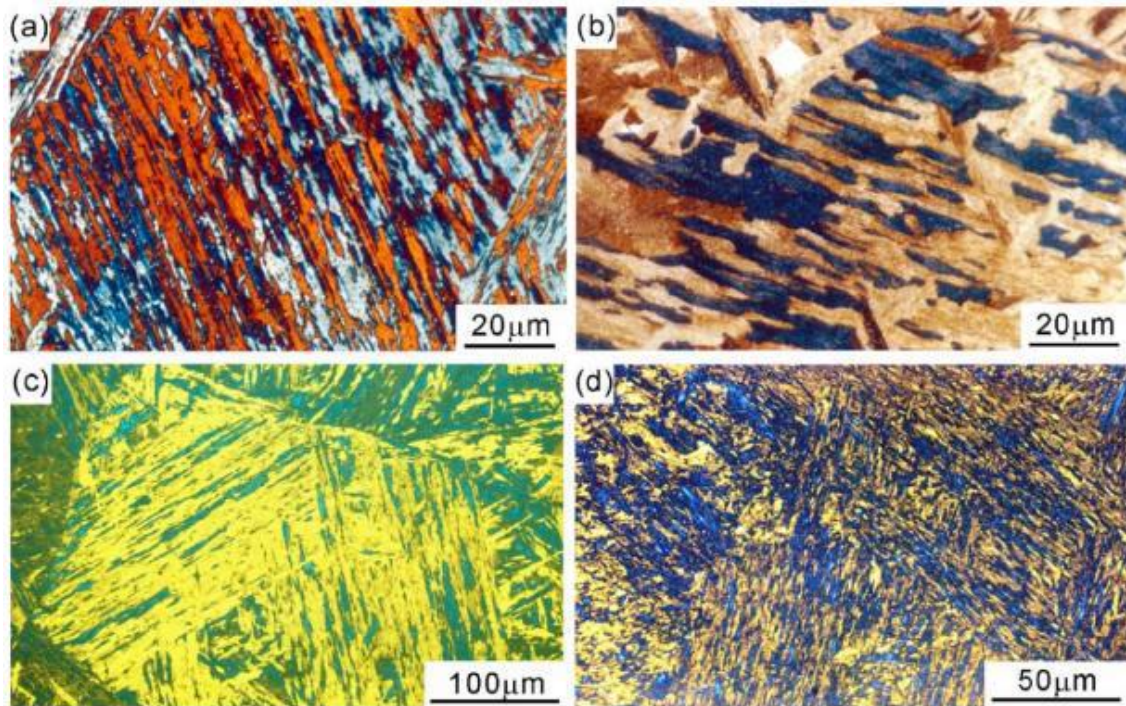


Figura 11-Micrografia ótica das estruturas bainíticas formadas à 350°C (a) 0,15% de C e (b) 0,5%C em peso e para estruturas de ripas de martensita obtidas por têmpera em água (c) 0,15% C em peso (d) 0,5% C em peso [34].

Outra configuração de bainita vem sendo reportada na literatura, a bainita coalescida em aços contendo alto teor de níquel [35-38]. A Figura 12 mostra um exemplo de sua morfologia. Ela é caracterizada por possuir contorno enriquecido em carbono e precipitados de carbeto em seu interior e por ter comprimento médio de 10  $\mu\text{m}$ . A bainita coalescida é geralmente acompanhada pela martensita, bainita superior e/ou inferior e se forma quando Bi e Mi são próximos [35-36].

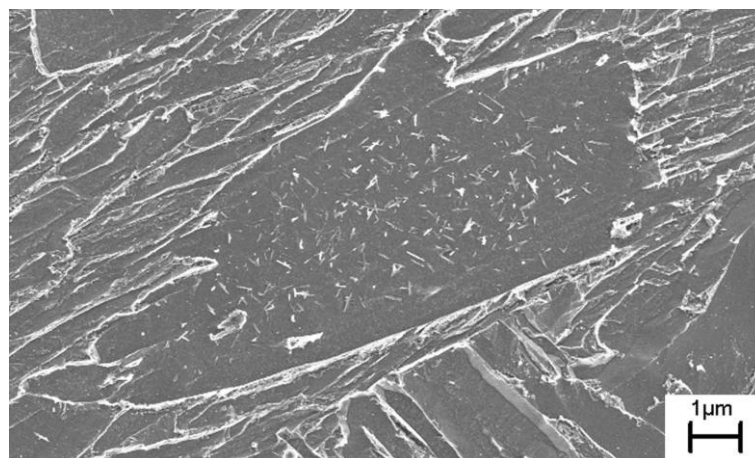


Figura 12- Morfologia da bainita coalescida em uma região de grãos grosseiros (Adaptado de 36).

As placas de bainita coalescida podem ser observadas em escala óptica, porém, precipitados de carbeto em seu interior só podem ser observados usando microscopia eletrônica ou de transmissão. A bainita coalescida consiste na união de finas placas de ferrita (sub unidades) que se formam adjacente umas às outras e nucleiam no contorno de grão da austenita prévia [36].

O mecanismo de formação da bainita coalescida está exemplificado na Figura 13. Ela se origina a partir de ferritas supersaturadas em carbono que possuem a mesma orientação cristalográfica entre si e que, durante o crescimento, coalescem em um único grande grão. Deve então existir uma grande força motriz para promover a formação da placa de bainita grosseira para sustentar o aumento da energia de deformação associado com a união das placas de ferrita supersaturada [35, 36].

No resfriamento, o carbono presente tende a ir para a austenita mais próxima, que se encontra na interface austenita/bainita coalescida, porém, para taxas de resfriamento lentas, a difusão do carbono é baixa e aquele que não consegue migrar para o contorno da bainita coalescida precipita em forma de carbeto em seu interior [36].

A princípio, suspeitou-se que esta nova microestrutura poderia ser martensita autorevenida pelo fato da temperatura de início da sua formação ser próxima de  $M_i$ , mas posteriores análises mostraram que esta hipótese era equivocada, o tamanho da bainita coalescida (de até aproximadamente 13  $\mu\text{m}$  de comprimento e 4  $\mu\text{m}$  de largura) e a ausência de ripas no interior do seu grão não são esperados na martensita autorevenida. Além do mais, observou-se que a sua fração aumenta com a diminuição da taxa de resfriamento, oposto do que acontece com a fração de martensita [38].

Em seu estudo, Keehane colaboradores [35] constataram que a bainita coalescida é prejudicial à tenacidade ao impacto e leva a uma diminuição da tensão de limite de escoamento, mas, combinada à microestrutura martensítica confere boa combinação entre resistência mecânica e tenacidade.



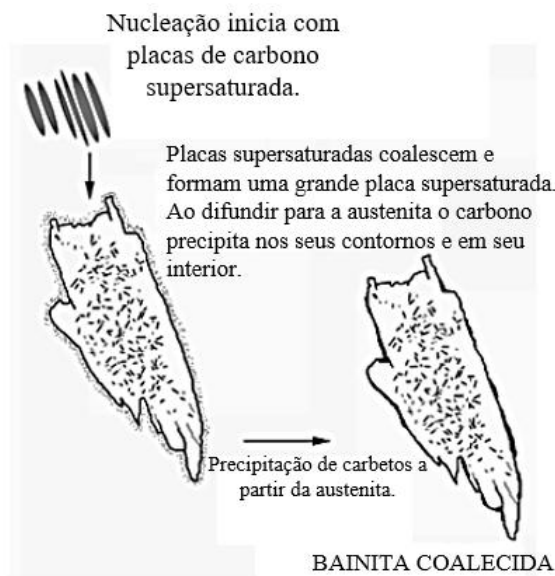


Figura 13 - Representação esquemática da formação da bainita coalescida. Adaptado de [36].

Tentando entender o efeito das temperaturas de revenido na microestrutura do aço 9%Ni, Strife e Passoja [2] estudaram o efeito do tratamento térmico com e sem revenido na microestrutura do aço 9%Ni. Para estabelecer os parâmetros de tratamentos térmicos, as temperaturas críticas foram determinadas por dilatométrica nas amostras austenitizadas a 900°C e temperadas em água. Os valores de  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$  obtidos foram 590°C e 740°C respectivamente.

Foram realizados vários tratamentos térmicos de revenimento a fim de alterar a fração da austenita retida. Foi constatado que o tempo e a temperatura de revenido influenciam na quantidade de austenita reversa formada. A Figura 14 mostra os resultados obtidos dos tratamentos térmicos realizados.

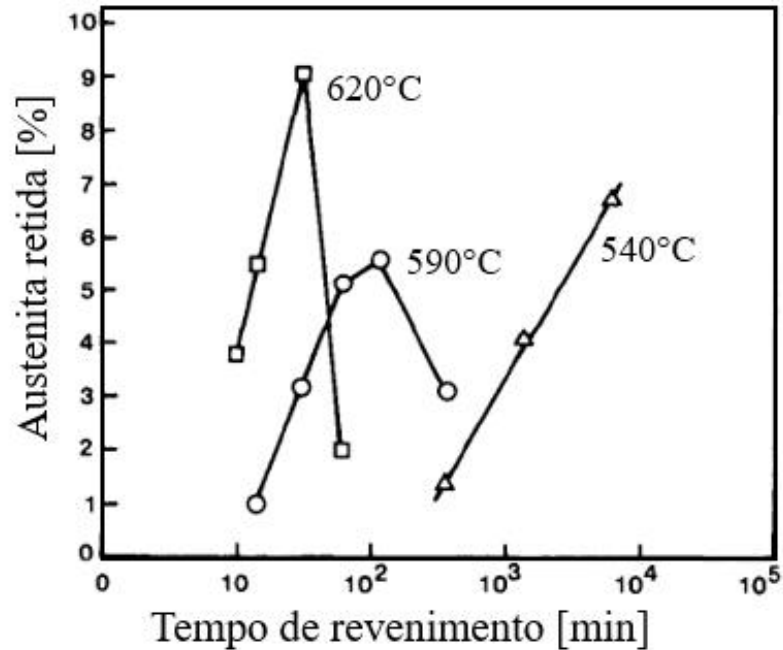


Figura 14 - Porcentagem de austenita retida à -196 °C vs tempo de revenimento para aços 9%Ni temperados a partir de 843°C, revenidos nas temperaturas indicadas seguido de têmpera a -196°C [2].

É possível perceber que a quantidade de austenita reversa atinge um máximo para certa temperatura e tempo de revenimento e o tempo que leva a maximização da austenita reversa diminui à medida que a temperatura de revenido aumenta. Isto ocorre, pois, a austenita que se forma inicialmente é estável, rica em elemento de liga. À medida que a temperatura de revenido aumenta, a austenita continua a crescer e o soluto que estava em seu interior passa a ser distribuído em um volume maior. Sendo assim a estabilidade da austenita diminui e a austenita fica susceptível a se transformar em martensita durante o resfriamento [2].

Strife e Passoja [2] ainda constataram que quando o revenimento foi realizado à 540°C por uma hora, a quantidade de austenita reversa obtida por meio de ensaio de difração de raios-X foi de 0,5%, houve recuperação parcial das discordâncias e a precipitação generalizada de carbeto foi maior do que a observada à 590°C, que possui maior porcentagem final de austenita. A Figura 15 mostra a microestrutura obtida por microscópio óptico reportada por Striffe e Passoja [2] que, apesar de afirmarem a presença de carbeto, não os sinalizam na micrografia.

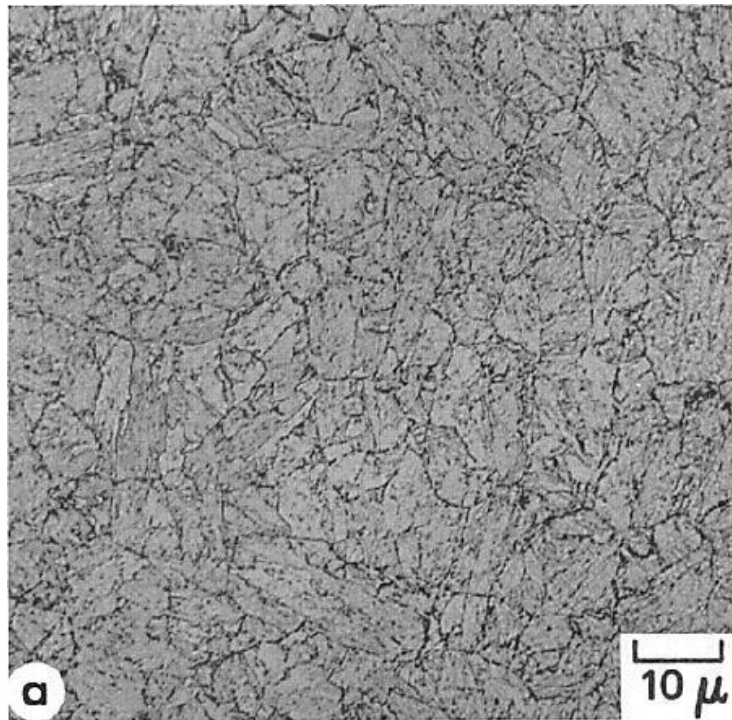


Figura 15 - Micrografia óptica de aço 9%Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 540 °C [2].

A Figura 16 apresenta a micrografia resultante da análise por microscópio eletrônico de transmissão. A densidade de discordâncias variou de ripa para ripa e carbeto em forma de filmes foram observados nos contornos das ripas e em forma de precipitados no interior das ripas.

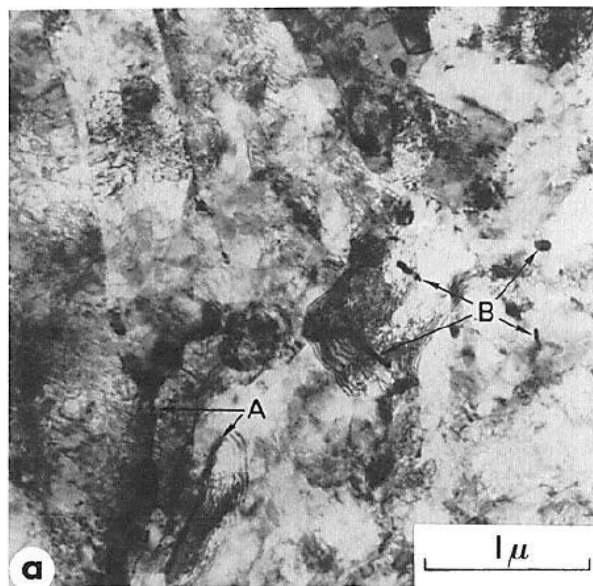


Figura 16 - Micrografia eletrônica de transmissão de aço 9% Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 540°C. (A) filmes de carbeto nos contornos das ripas, (B) carbeto precipitados no interior das ripas [2].

Já no revenido à 590°C durante uma hora, foi encontrado 5,2% de austenita reversa por difração de raios-X. A precipitação de carbeto foi menos pronunciada quando comparada à 540°C, vide Figura 17. Apesar de reportarem que os glóbulos de austenita reversa podem ser observados nos contornos dos pacotes de martensita prévia e apesar da notável diferença da sua microestrutura em relação à Figura 15, não é apontado com clareza a sua posição e nem a distinção entre a austenita e os carbeto são evidenciados.

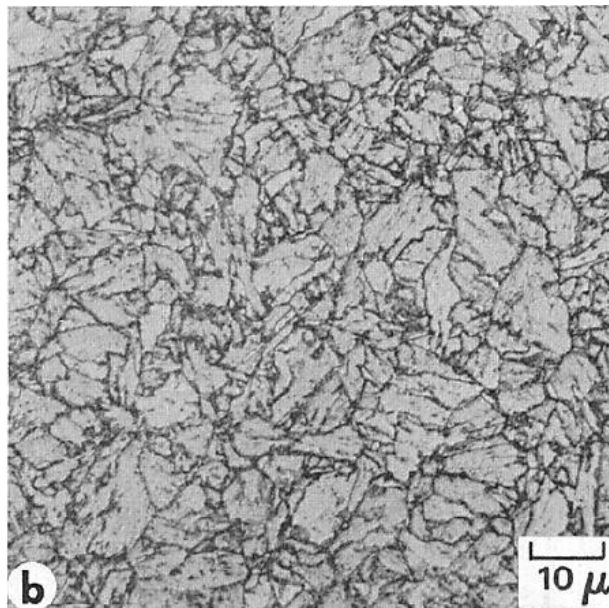


Figura 17 - Micrografia óptica de aço 9% Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 590°C. Glóbulos de austenita reversa e precipitação de carbeto são observados primeiramente nos contornos de pacotes de martensita prévia [2].

A Figura 18 mostra a análise realizada em microscopia eletrônica de transmissão onde se observou maior recuperação e alguns grãos apresentaram-se livres de discordâncias. A estrutura de ripas permaneceu e não ocorreu precipitação de filmes de carbeto nos contornos das ripas. Ou seja, o revenido a 590°C propiciou o crescimento da austenita, que por sua vez está associada à incorporação de carbono, suprimindo a precipitação da cementita, diferentemente do revenido à 540°C.

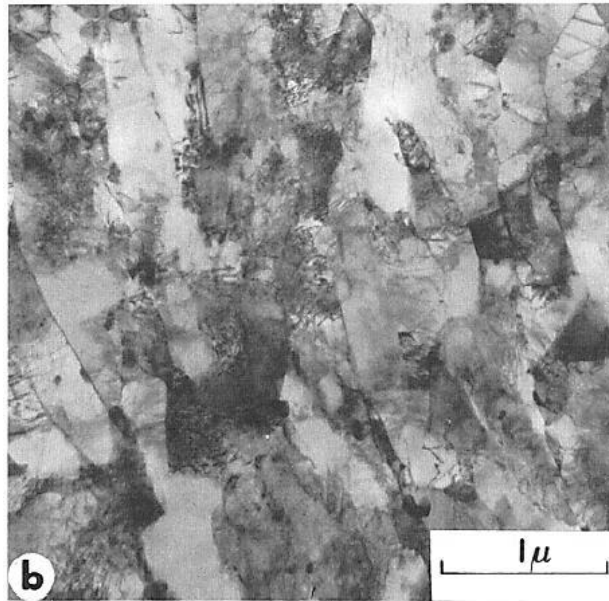


Figura 18 - Micrografia eletrônica de transmissão de aço 9%Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 590°C. Note a presença de alguns grãos livres de discórdâncias e carbeto [2].

Strife e Passoja [2] ainda observaram a microestrutura do aço 9%Ni temperado por microscopia eletrônica de transmissão. Eles notaram que a estrutura martensítica possuía elevada densidade de discórdâncias e estava posicionada em paralelo. A precipitação de carbeto não foi constatada nesta condição.

Brophy e Miller [27] estudaram a influência de tratamentos térmicos na microestrutura do aço com faixa de composição química de 3 a 10% de níquel e identificaram que as composições que atingiram melhores propriedades mecânicas em temperaturas criogênicas foram aquelas que continham a fração de 8 a 10% de níquel.

Foram conduzidos ensaios dilatométricos com taxa de aquecimento igual a 2°C/min e taxa de resfriamento de 0,4°C/min e as temperaturas críticas de transformação  $Ac_1$  e  $Ac_3$  obtidas para o aço 8,5%Ni foram iguais a 550°C e 730°C, respectivamente. Os tratamentos térmicos realizados no aço 8,5%Ni e a quantidade de austenita encontrada em cada um por meio de análises na difração de raios-X estão presentes na Tabela 3.

Tabela 3 - Tratamentos térmicos no aço 8,5%Ni e % de austenita encontrada em cada um deles [27].

Tratamento térmico	%Austenita
Normalização de 900°C a 790°C- Sem revenimento	10
Normalização de 900°C a 790°C + revenimento à 425°C por uma hora	5
Normalização de 900°C a 790°C+ revenimento à 565°C por uma hora	12
Normalização de 900°C a 790°C+ 565°C+ revenimento à 425°C por uma hora	15

A partir do aço 9%Ni normalizado de 900°C a 790°C, contendo 10% de austenita, foi observado que ao realizar o revenido à temperatura de 425°C, a austenita remanescente caiu para 5%, ou seja, se tornou instável e metade dela se decompôs. Já quando foi aplicada uma temperatura de revenido mais alta, de 565°C, a fração de austenita além de não perder estabilidade, aumentou de volume, passando de 10 para 12%. Ao aplicar um segundo revenido de 425°C sobre este último obteve-se uma quantidade de austenita ainda maior, 15% [27].

Brophy e Miller [27] reportaram que a microestrutura do aço 8,5%Ni normalizado é constituída por martensita, ferrita e alguma austenita e que a microestrutura típica do aço normalizado, revenido a temperaturas abaixo da temperatura crítica  $A_{c1}$  é composta por ferrita e carbetos.

Já quando a temperatura de revenimento excede  $A_{c1}$ , a maioria dos carbetos é convertida em austenita estável e a microestrutura resultante consiste em ferrita, austenita e algum carboneto remanescente. Somente após revenimento à 595°C que o último traço de carbetos se transforma em austenita estável e a microestrutura final é constituída por ilhas de austenita em uma matriz ferrítica. Esta é a estrutura que alcança a melhor resistência ao impacto na menor temperatura.

A microestrutura após o revenimento à 620°C consiste em ferrita, austenita e martensita. Uma vez que a temperatura do revenimento é maior, a austenita que se formou à 595°C cresce e perde sua estabilidade devido a diluição dos elementos de liga, com isso, durante o resfriamento ela se transforma em martensita.

Zhang e colaboradores [39] avaliaram o efeito da taxa de aquecimento de 2, 5, 10, 20 e 40°C/s no revenimento da austenita reversa para o aço 9%Ni e observaram que a quantidade de austenita reversa atinge um máximo para taxas de aquecimento em torno de 10°C/s e sua distribuição ocorre de maneira uniforme em todos os tipos de contornos (contornos de ripas de martensita e contornos de grãos de austenita prévia).

Da mesma forma, em um estudo do aço inoxidável martensítico Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si, Dong-Seok Leem [40] constataram que as temperaturas de início e fim da transformação austenítica aumentam com o aumento da taxa de aquecimento até 10°C/s e, acima deste valor, as temperaturas não variaram com a variação da taxa de aquecimento. Por este motivo, os autores concluíram que, para taxas de aquecimento menores que 10°C/s a reversão de austenita ocorre de maneira difusional, enquanto que para valores maiores que 10°C/s, a reversão da austenita ocorre de maneira adifusional (por cisalhamento). Os autores ainda observaram que a taxa de aquecimento afetou a difusão dos átomos de carbono e a austenita retida atuou como sítio preferencial para nucleação da austenita reversa, aumentando assim sua quantidade na microestrutura. Contudo, a formação de austenita reversa atinge maiores quantidades, valores próximos a 8%, por meio de mecanismo difusional, este sendo afetado pela taxa de aquecimento.

Zhang e colaboradores [11] estudaram a influência entre os tratamentos térmicos de têmpera, têmpera intercrítica e revenido (Q-IQ-T) com a têmpera e revenido (Q-T) na microestrutura e nas propriedades mecânicas do aço 9%Ni. As microestruturas foram analisadas por microscopia óptica e eletrônica de transmissão e a fração de austenita foi medida por meio do ensaio de difração de raios-X. O Q-IQ-T foi realizado à 820°C, 670°C e 570°C, respectivamente e a têmpera e revenido foi conduzida à 820°C e 570°C. A Tabela 4 apresenta a fração de austenita e a energia de impacto em ambos tratamentos térmicos. Pode-se perceber que a tenacidade em temperaturas criogênicas foi melhorada com aplicação da têmpera intercrítica que por sua vez possui maior porcentagem de austenita.

Tabela 4 - Tenacidade e fração de austenita do aço 9%Ni para diferentes processos de tratamentos térmicos [11].

	% Austenita	Ec <sub>v</sub> à -196°C [J]
Q-T	0,9 ± 0,5	96 ± 3
Q-IQ-T	9,8 ± 0,5	201 ± 5

Para a condição temperado e revenido, mesmo tratamento térmico empregado no aço deste estudo, a microestrutura reportada por Zhang e colaboradores [11] é composta por ferrita e 0,9% de austenita. A presença de cementita não foi citada.

Com o auxílio do microscópio eletrônico de transmissão observou-se que as ripas de martensita prévia possuem alta densidade de discordâncias e também foi

possível detectar a presença de austenita reversa (campo claro e escuro) entre as ripas de martensita prévia, como mostra na Figura 19.

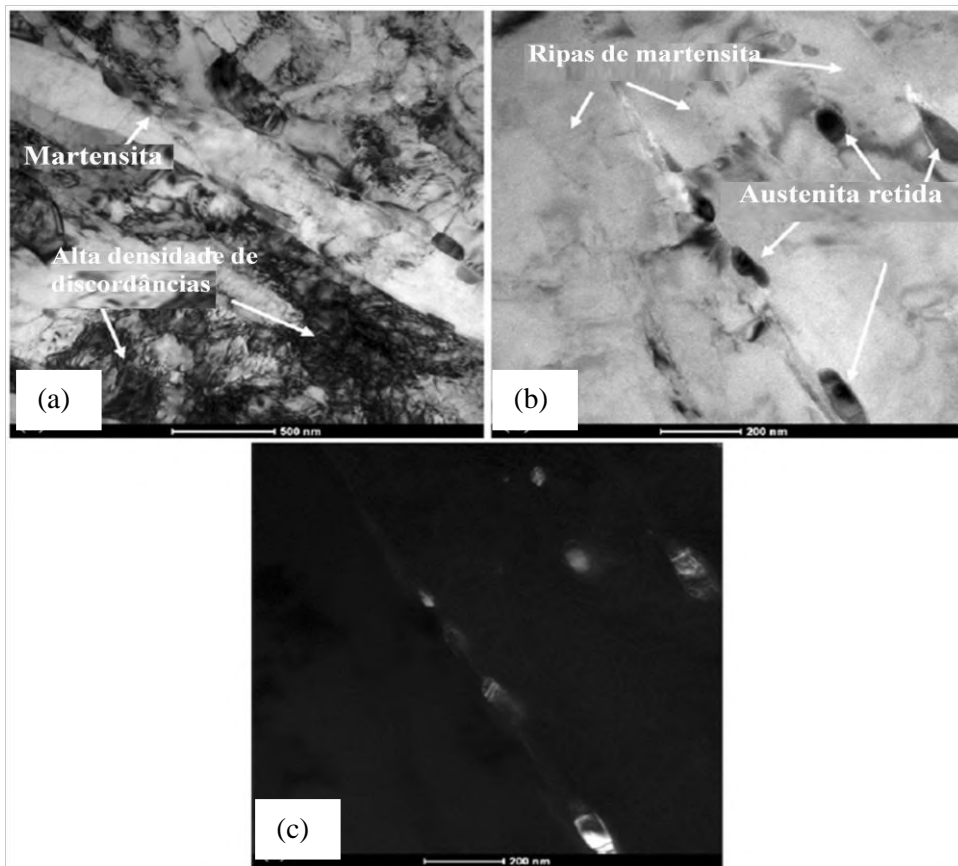


Figura 19 - Microscopia eletrônica de transmissão de aço 9%Ni temperado (temperatura de austenitização de 870°C) e revenido a 570°C. (a) ripas de martensita prévia e presença de alta densidade de discordância, (b) presença de austenita reversa entre ripas de martensita prévia e (c) presença de austenita reversa entre ripas de martensita prévia (micrografia de campo escuro). Adaptado de [11].

Yang et al. [31], avaliaram a influência das temperaturas de austenitização e de revenimento para aço 9%Ni (0,036%C, 0,10%Si, 0,70%Mn, 0,096%Mo, 0,0068%P, 0,005%S e 9,02%Ni). Eles perceberam que a temperatura de austenitização influencia fortemente na fração volumétrica de austenita reversa obtida após o revenido a 600°C. Observou-se que ela aumenta à medida que a temperatura aumenta de 750°C para 900°C, onde atinge seu máximo. Para temperaturas de austenitização maiores que 900°C, a tendência da quantidade de austenita reversa é diminuir.

Isto ocorre, pois, além dos grãos de austenita prévia e de “pacotes” de martensita funcionarem como sítios preferenciais para nucleação da austenita reversa, o refino do grão proporcionado por temperaturas menores que 900°C, permitem um aumento da



densidade destes sítios. A Figura 20 apresenta a análise realizada no microscópio eletrônico de varredura (MEV) em que avalia a presença de austenita em diferentes temperaturas de austenitização. É possível notar que os grãos ficam grosseiros a partir de 900°C.

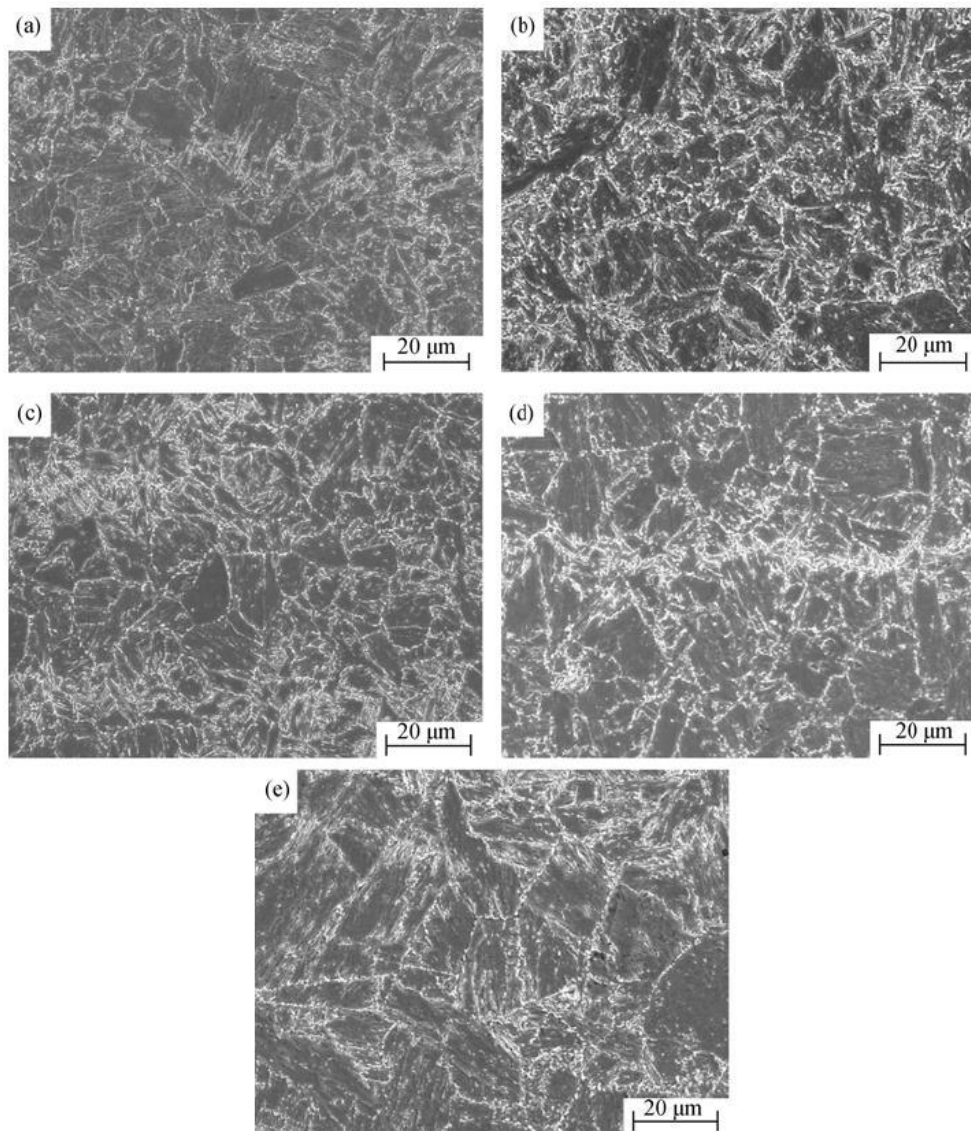


Figura 20 - Micrografias de MEV de amostras revenidas a 600°C e temperadas a partir diversas temperaturas de austenitização (a) 750°C; (b) 800°C; (c) 850°C; (d) 900°C; (e) 1000°C [31].

Yang e colaboradores [31] também estudaram o efeito da temperatura de revenido na formação da austenita reversa. Eles observaram que a austenita se forma em contornos de grãos de austenita prévia e em contornos de “pacotes” de martensita. Foi avaliada a faixa de temperatura entre 540-630°C de revenido. Percebeu-se que, com o aumento da temperatura de revenido, parte da austenita torna-se instável e transforma-se

em martensita não revenida durante o resfriamento. A microestrutura resultante é formada por ripas grosseiras de martensita com austenita reversa e martensita não-revenida nos contornos das ripas de martensita. O estudo também mostrou que a austenita formada no revenimento em temperaturas abaixo de 600°C apresentou maior estabilidade. A Figura 21 ilustra o fenômeno observado para diferentes temperaturas de revenimento.

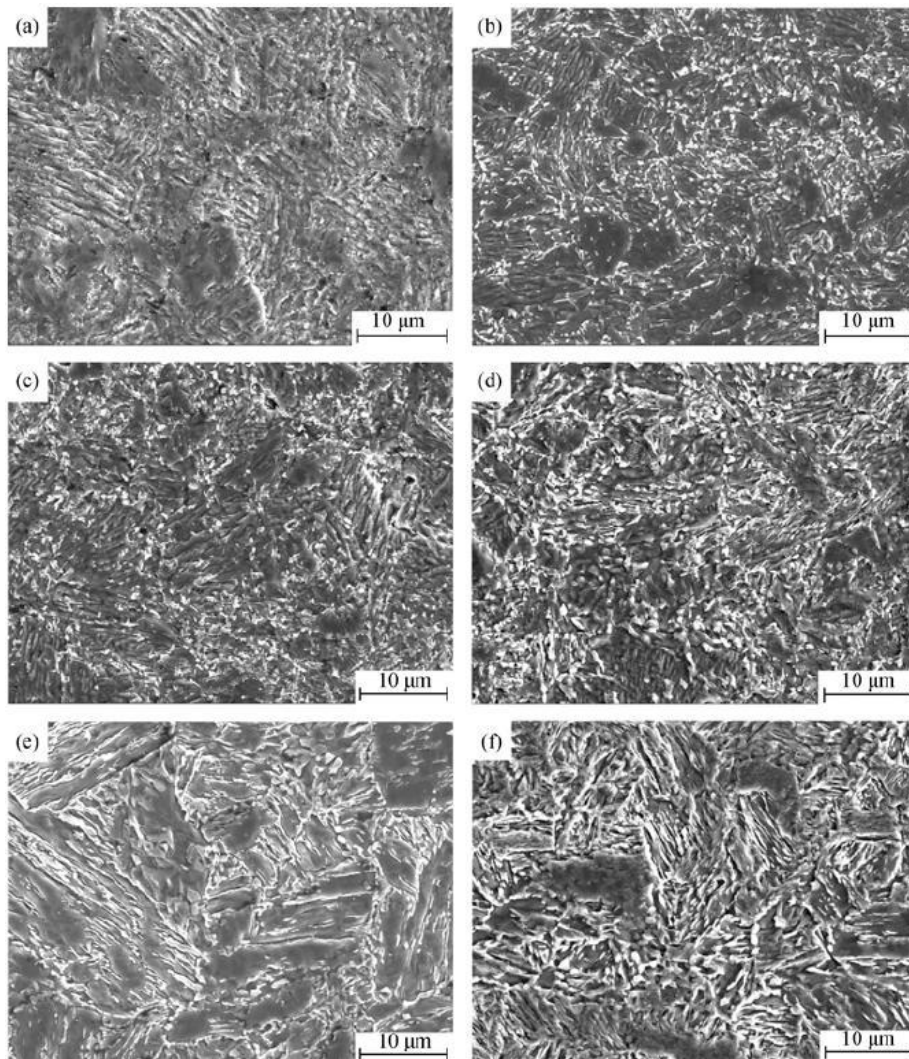


Figura 21-Micrografias de MEV de amostras revenidas a: (a) 540°C; (b) 570°C; (c) 600°C; (d) 630°C; (e) 650°C; (f) 670°C [31].

### 2.3. Microestruturas da ZTA

É conhecido que o processo de soldagem impõe altas temperaturas entre as partes que são unidas. Cada ponto distante do centro do cordão experimenta um ciclo térmico de aquecimento e resfriamento à diferentes temperaturas de pico, levando assim

a uma mudança na microestrutura do metal de base e conseqüentemente alterações em suas propriedades mecânicas e metalúrgicas. Esta região que experimentou mudança microestrutural devido ao efeito de aquecimento e resfriamento rápidos de ciclos térmicos de soldagem é conhecida por zona termicamente afetada (ZTA). Ela é caracterizada por possuir uma microestrutura heterogênea e é de suma importância compreender as suas transformações microestruturais para entender o seu comportamento quando submetido à esforços mecânicos e ao meio agressivo (corrosão) [14].

A ZTA pode ser classificada em diferentes regiões devido às características conferidas por cada faixa do gradiente de temperatura experimentada por ela. A Figura 22 ilustra as diferentes regiões que constituem a zona termicamente afetada para de único passe para um aço carbono, relacionadas aos intervalos de temperatura do seu diagrama de equilíbrio [14]. Ela é classificada em região de grãos grosseiros (RGG), grãos finos (RGF), região intercrítica (RIC), indicada como parcialmente transformada, e a região subcrítica (RS), indicada como região revenida ou esferoidizada [14].

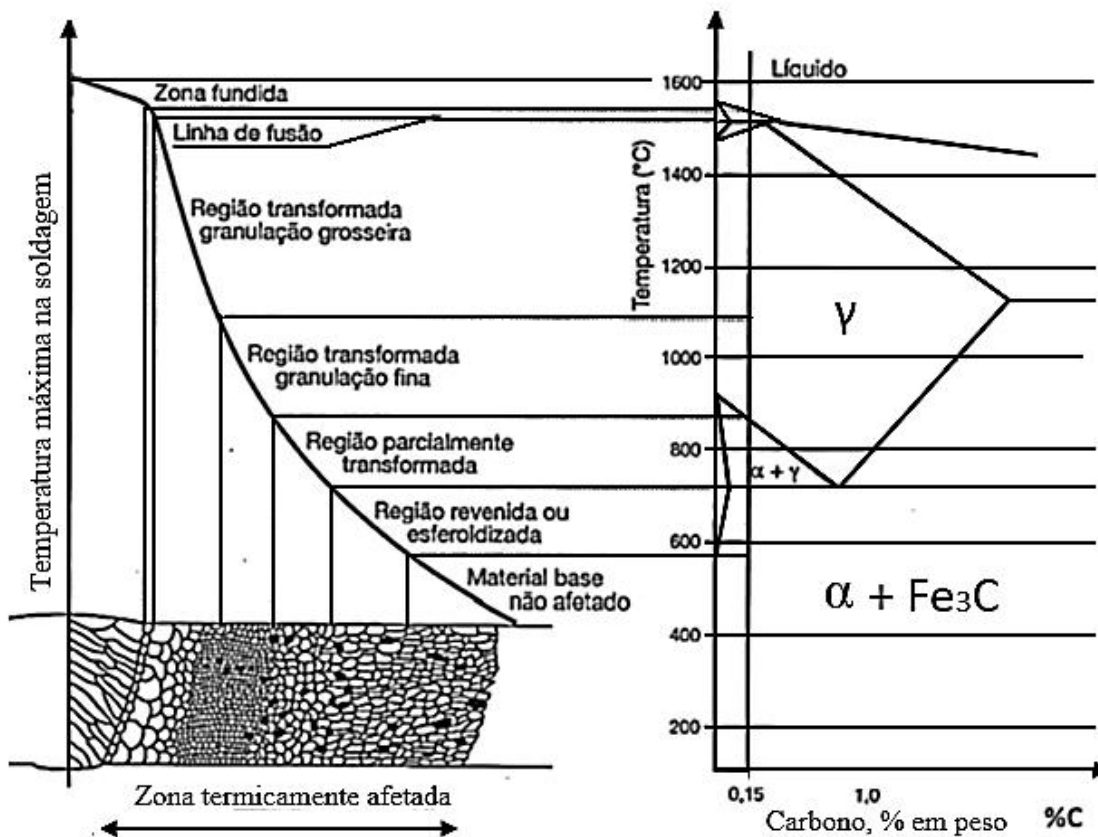


Figura 22-Regiões da zona afeta pelo calor. Adaptado de [14].

A região de grãos grosseiros, como o nome já diz, é caracterizada por apresentar grãos de austenita prévia com granulação grosseira, 1 a 3 ASTM. A faixa de temperatura que compreende esta região está entre 1100°C e 1450°C. Nesta região há dissolução completa da maioria dos precipitados, como carbonetos, nitretos e carbonitretos [14].

A região de grãos finos compreende a faixa de temperatura acima de  $A_{c3}$  até aproximadamente 1100°C e não é esperado crescimento dos grãos austeníticos [14].

A região intercrítica está compreendida entre  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$ , onde a microestrutura é parcialmente transformada em austenita, que está enriquecida em carbono e com isso apresenta geralmente maior temperabilidade. A microestrutura resultante dependerá da composição química, principalmente do carbono, e tenderá a ser uma região que apresenta uma mistura de microestruturas. Pode ocorrer também aumento da densidade de discordâncias e coalescência dos precipitados [14].

A região subcrítica é a região abaixo de  $A_{c1}$ , onde ocorre um revenimento da microestrutura. Em aços endurecidos por precipitação, pode ocorrer um envelhecimento e por consequência diminuição da dureza e da tenacidade [14].

Quando a soldagem é de multipasses cada região da ZTA sofre influência dos ciclos térmicos dos passes subsequentes podendo alterar e gerar inúmeras microestruturas. Consequentemente a dureza e a tenacidade também são alteradas [14].

A Figura 23 mostra a nomenclatura utilizada das regiões reaquecidas. A região 5, RGG, é a região de grãos grosseiros inalterados reaquecida acima de uma temperatura específica de crescimento de grão ou não reaquecida. A região de grãos refinados reaquecidos supercriticamente, RGRRS, é a região reaquecida acima de  $A_{c3}$ . A região de grãos grosseiros reaquecido intercriticamente, RGGRI, é a região reaquecida entre  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$ . A RGGRS (região de grãos grosseiros reaquecidos subcriticamente) é a região reaquecida abaixo de  $A_{c1}$  [14].

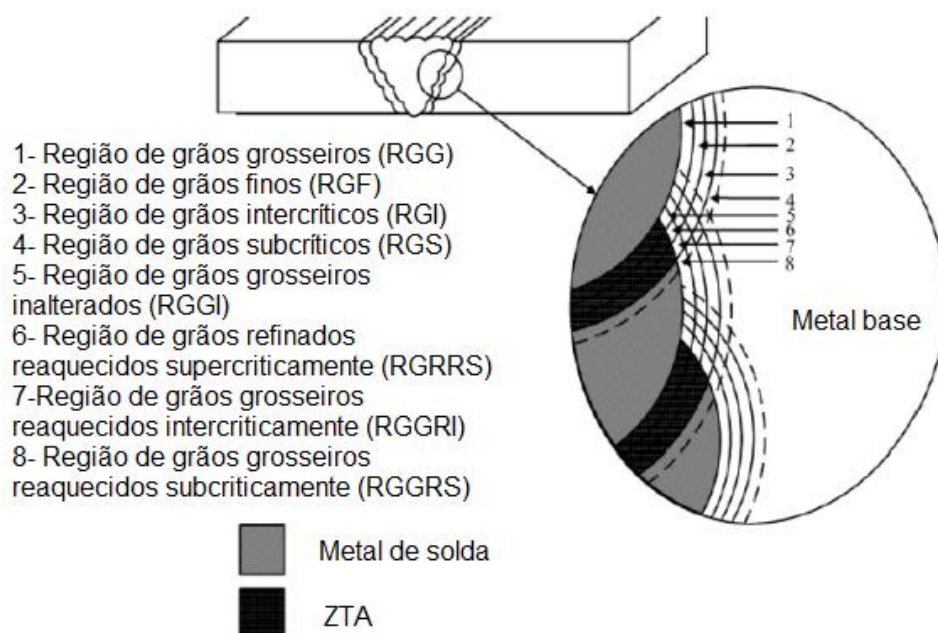


Figura 23-Diagrama esquemático dos constituintes da ZTA de uma solda multipasse. Adaptado de [41].

Partin [11] aponta que, para não alterar as propriedades do aço 9%Ni na soldagem, deve-se utilizar o aporte térmico baixo e optar por soldagem multipasse. Utilizando baixo aporte de calor, o crescimento dos grãos será restrito bem como a zona afetada termicamente.

Em juntas soldadas de aço 9%Ni, a ZTA é composta majoritariamente por martensita revenida originada pelo reaquecimento imposto pelos múltiplos passes e uma vez que a porcentagem de carbono é baixa, a martensita é caracterizada por possuir alta tenacidade, não sendo necessário tratamento pós soldagem [11].

A microestrutura tanto da solda quanto da ZTA é determinada pela taxa de resfriamento, especialmente em aços tratados termicamente. Yan e colaboradores [42] propuseram um diagrama de resfriamento contínuo da ZTA simulada, que está presente na Figura 24. Devido ao fato do aço 9%Ni ser muito temperável, é possível prever a partir da velocidade de resfriamento que, mesmo em taxas de resfriamento lentas a microestrutura resultante será martensítica.

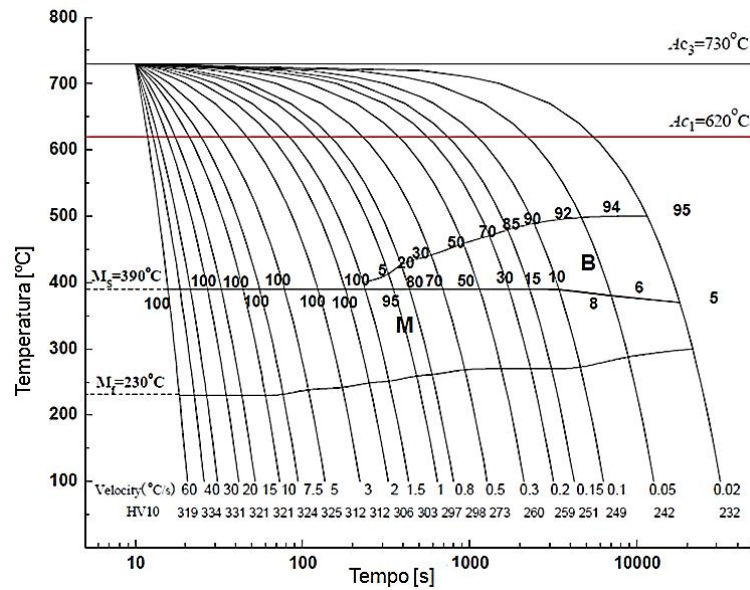


Figura 24 - Diagrama de resfriamento contínuo simulado da ZTA do 9%Ni [42].

Com o intuito de estudar a microestrutura da ZTA no aço 9%Ni, Nippes e colaboradores [15] realizaram simulações de ciclos térmicos na *Gleeble® Machine*. Por meio de dilatometria, utilizando alta taxa de aquecimento (350°C/s) e baixa taxa de resfriamento (3°C/s) foram extraídas as temperaturas críticas  $Ac_1$ , igual a 618°C,  $Ac_3$  igual a 666°C e  $Ms$  igual a 354°C.

Os ciclos térmicos de soldagem utilizados foram calculados utilizando os dados de estudos anteriores, para placas de 12,5 mm de espessura [43]. A temperatura inicial da placa foi de 22°C e as distâncias de 10,4; 7,9 e 7,4 mm da linha central da solda foram escolhidas para produzir as temperaturas de pico de 500°C, 1000°C e 1300°C respectivamente.

Nippes et al. [15] mostraram que a microestrutura da amostra submetida à temperatura de pico de 500°C não sofreu alterações significativas em relação ao tamanho de grão, dureza e energia de impacto quando comparadas ao metal de base. Porém, o volume de austenita, medido por difração de raios-X, reduziu de 9,4 para 3,9%.

O corpo de prova quando submetido a temperatura acima de  $Ac_3$ , 1.000°C, apresentou refino de grão devido à transformação da ferrita em austenita durante o aquecimento. Por meio de medidas de microdureza, constataram que a máxima dureza obtida foi alcançada por 100% de transformação em martensita e ao que tudo indica, a relativa baixa taxa de resfriamento associada com o ciclo térmico de 1.000°C não proporcionaram significativo revenimento da martensita [15].

A microestrutura do aço 9%Ni submetida ao ciclo térmico de 1.300°C foi completamente alterada. Os valores de microdureza medidos nesta amostra apresentaram valores um pouco abaixo dos avaliados à 1.000°C, porém bem maiores que os da condição do material como recebidos [15].

A Figura 25 mostra as microestruturas resultantes das amostras submetidas às temperaturas de pico de 500°C, 1.000°C e 1.300°C. Nota-se que a microscopia óptica não revela com detalhes a microestrutura das amostras simuladas, como quantidade e disposição de austenita e carbeto e, portanto, não mostrou ser uma boa ferramenta para caracterizá-la.

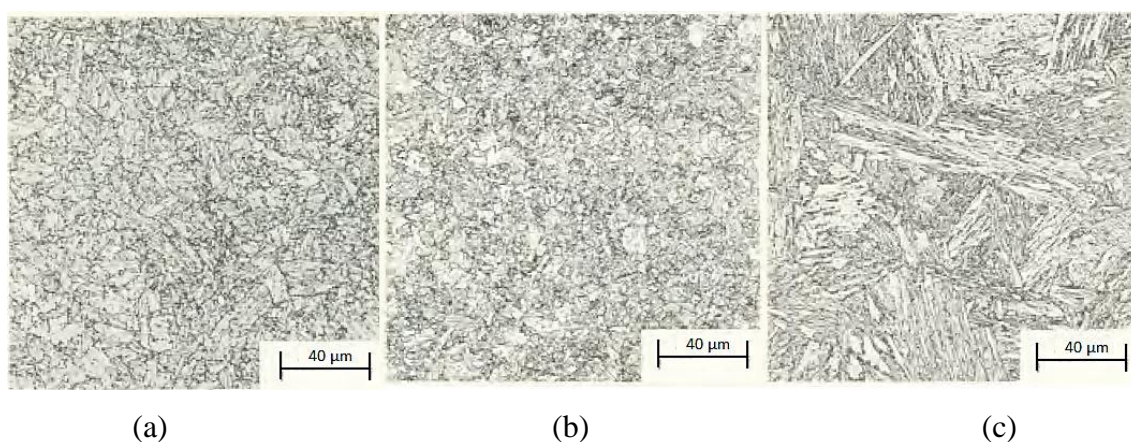


Figura 25 - Microestrutura das amostras submetidas às temperaturas de pico de (a) 500°C, (b) 1000°C e (c) 1300°C [15].

Rodrigues [16], com o intuito de avaliar as transformações de fase das zonas termicamente afetadas simuladas, realizou simulações no equipamento Gleeble® XTMS com difração de raios-X síncrotron in situ no aço 9%Ni. Por meio de dilatométrica, utilizando taxa de aquecimento de 10°C/min foram extraídas as temperaturas críticas  $Ac_1$ , igual a 541°C,  $Ac_3$  igual a 711°C,  $M_i$  igual a 467°C e  $M_s$  igual a 338°C.

Foram realizados ciclos térmicos que simularam um e dois passes a fim de reproduzir as diferentes regiões da ZTA. As temperaturas de pico escolhidas para representar um passe foram, 1200°C (RGG), 900°C (RGF) e 600°C (RIC) [16].

As microestruturas referentes à região intercrítica (RIC-600°C), região de grãos finos (RGF-900°C) e região de grãos grosseiros (RGG-1200°C), foram avaliadas via microscopia óptica e eletrônica de varredura e estão presentes nas Figuras 26, 27 e 28.

A microestrutura da condição da RIC não apresentou diferenças em relação à condição como recebido, sendo composta por ferrita e austenita reversa. Foi constatado também que os valores de energia de impacto, dureza e o aspecto da fractografia são muito próximos também, da condição como recebido [16].

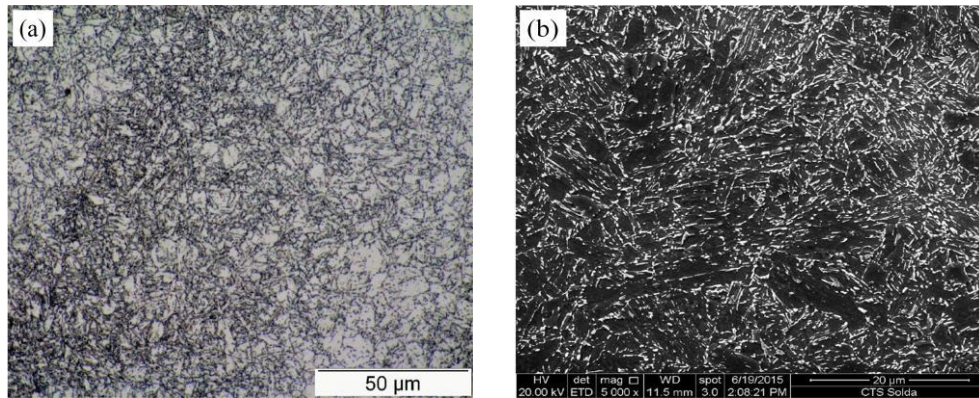


Figura 26 - Microestrutura do aço 9%Ni submetido a temperatura de pico de 600°C (RIC) [16]

A região de grãos finos (RGF) apresentou refino dos grãos com um aspecto mais bainítico do que martensítico. Os pontos claros são creditados à presença de cementita na bainita já que o percentual de austenita nesta condição é muito baixo. A dureza apresentou um pequeno aumento e a energia de impacto se mostrou menor do que a situação de RIC [16].

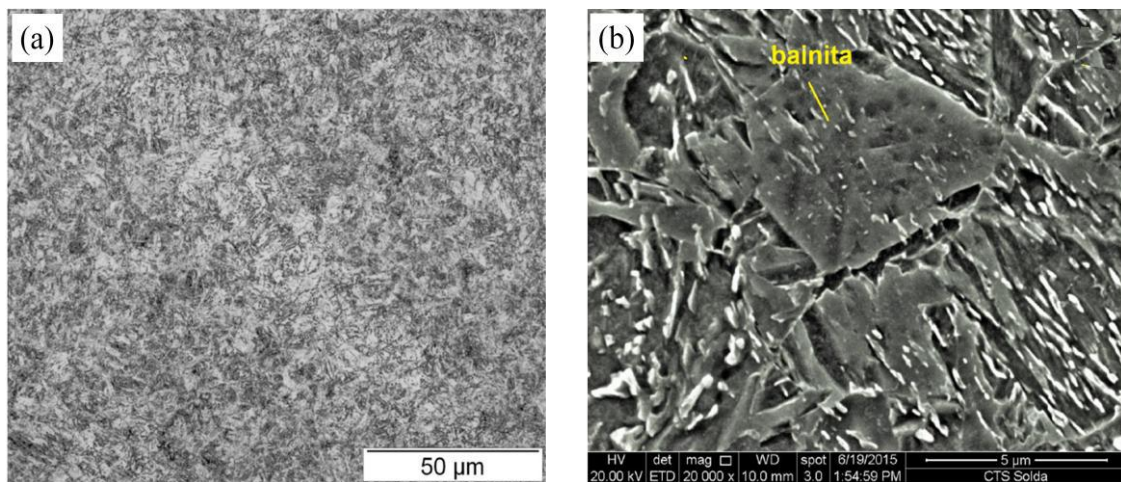


Figura 27 - Microestrutura do aço 9%Ni submetido a temperatura de pico de 900°C (RGF) (a) micrografia via MO e (b) micrografias via MEV [16].



A microestrutura da RGG é composta majoritariamente por martensita, com alguma bainita, e os grãos grosseiros são facilmente observados. Os valores de dureza e energia de impacto são pertos daqueles obtidos na RGF [16]. A Figura 28 (a) apresenta com detalhe a martensita reportada por Rodrigues [16] via microscopia óptica e em (b) via eletrônica de varredura.

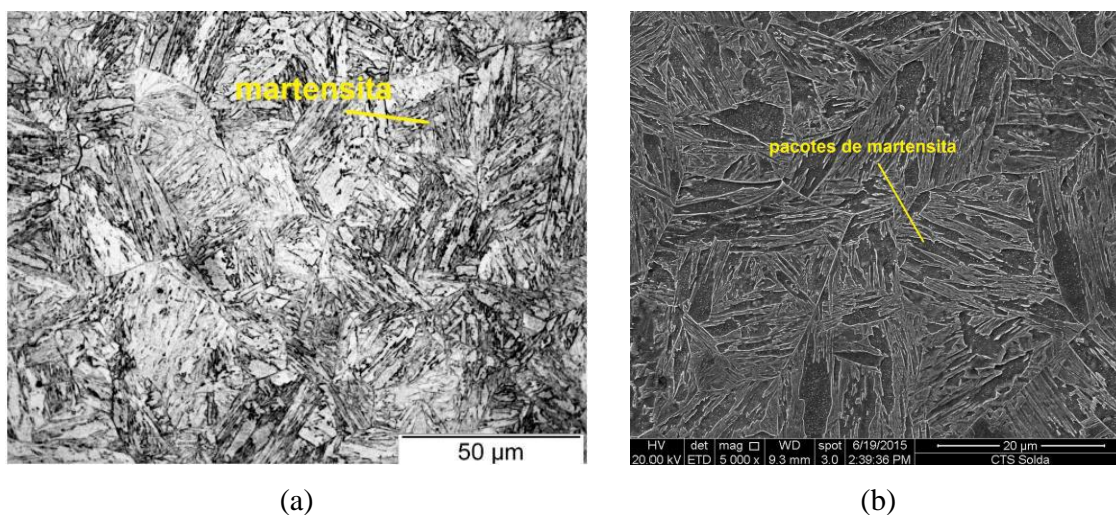


Figura 28 - Microestrutura do aço 9%Ni submetido a temperatura de pico de 1200°C (RGG) (a) micrografia via MO e (b) micrografias via MEV [16].

Rodrigues [16] ainda observou a presença do constituinte A-M na condição de revenido a 600°C e uma vez que este caso apresentou um dos maiores valores de energia de impacto em temperaturas criogênicas, o constituinte A-M pode não ser o único agente causador da fragilização ao revenido à 400°C.

O segundo ciclo de soldagem após o primeiro ciclo térmico ter sido conduzido à temperatura de pico de 1200°C, foi realizado às temperaturas de pico de 1200°C (região de grão grosseiro inalterada, RGGI), 900°C, (região de grão grosseiros reauecida na região de grão fino, RGGGF) e 600°C (região de grão grosseiro reauecida na região intercrítica, RGGIC) [16].

O difratograma das amostras simuladas nas condições de duplo ciclo, RGGI e RGGGF não apresentaram picos de austenita. Nem mesmo o aquecimento a 900°C no segundo ciclo levou a formação da austenita reversa. Contudo, toda a austenita se transformou em martensita no resfriamento [16].

A Figura 29 mostra os difratogramas das condições de RGGI e RGGGF.

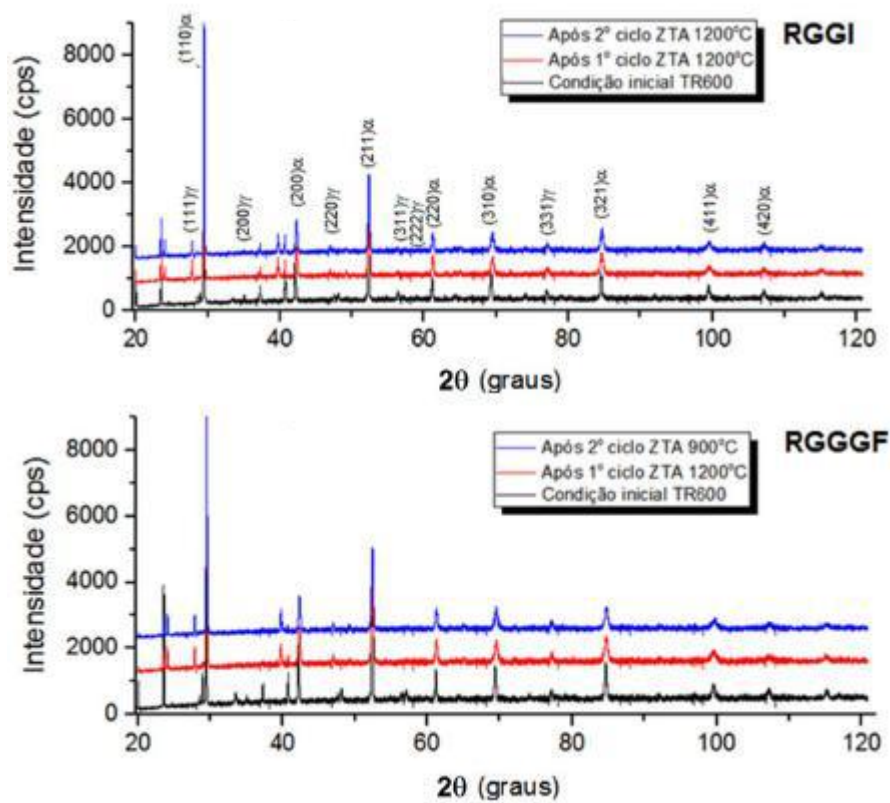


Figura 29- Difratoograma das condições RGGI e RGGGF [16].

Analisando o comportamento de cada ciclo em detalhe, Rodrigues [16] percebeu que já no primeiro ciclo térmico à 1200°C não houve formação da austenita, fato este que permaneceu após o segundo passe à 1200°C e 900°C, como mostrado na Figura 30.

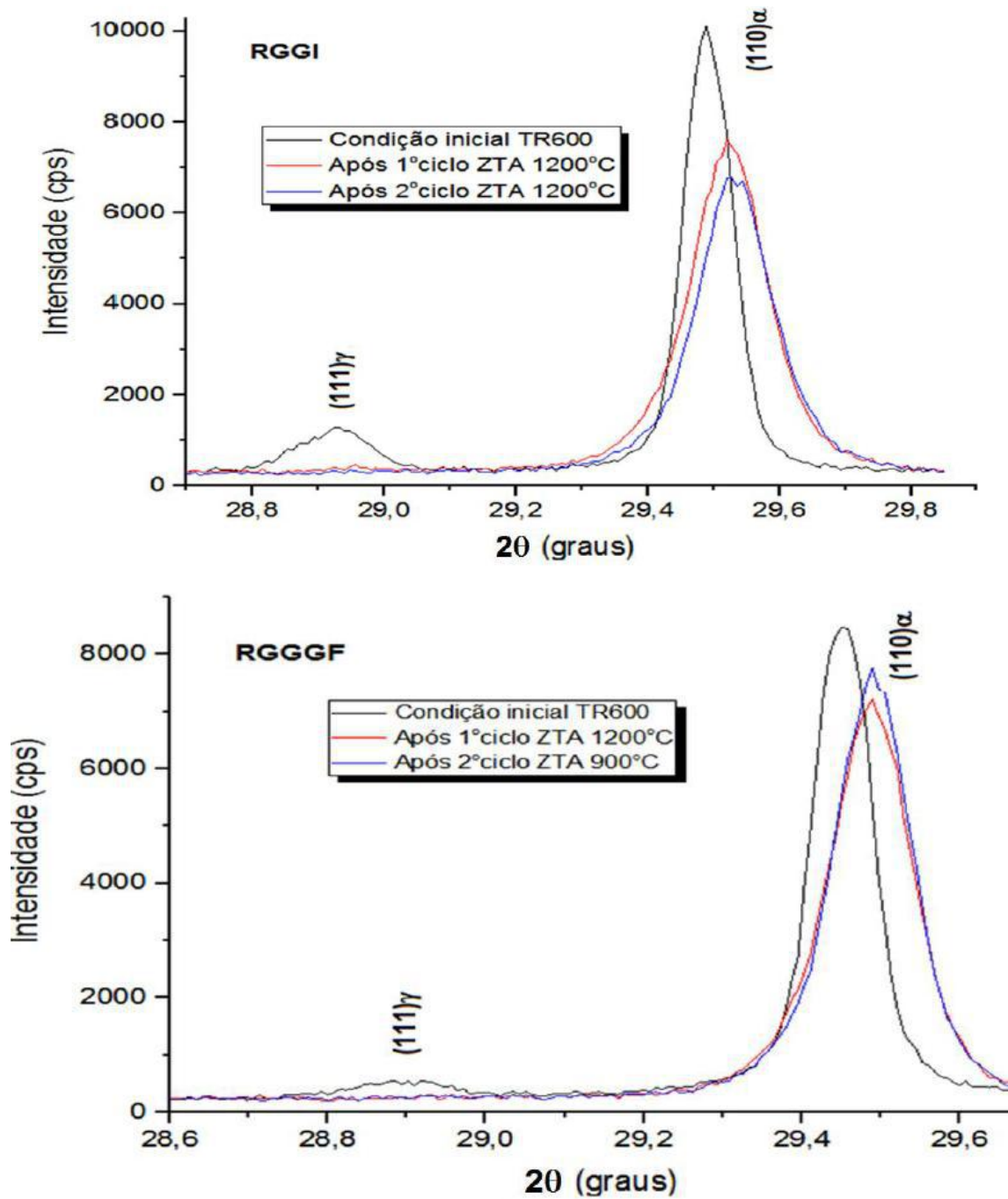


Figura 30 - Picos de difração da austenita( $\gamma$ ) e ferrita( $\alpha$ ) para as amostras (a)RGGI e (b)RGGGF nas diferentes condições de ciclos térmicos [16].

Já na condição de RGGIC, Figura 31, o processo de reversão da austenita foi observado durante o segundo ciclo de aquecimento simulado à 600°C, sendo confirmado na Figura 32.

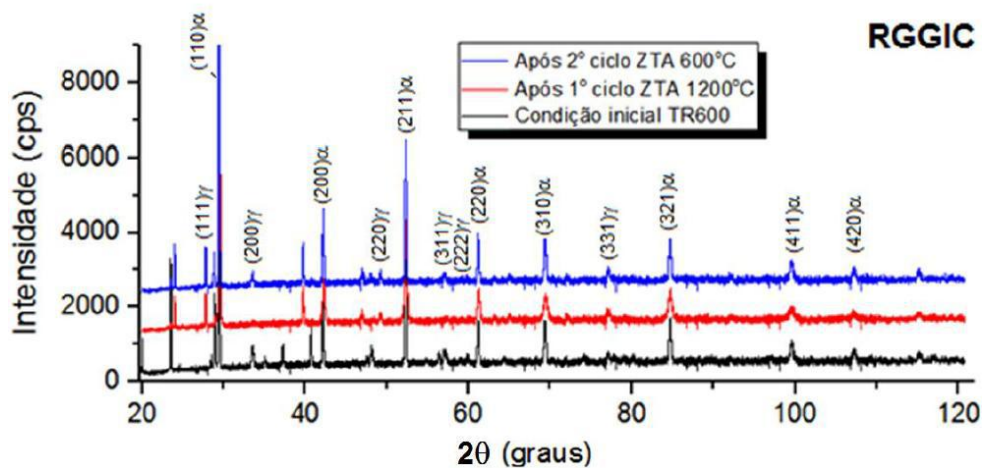


Figura 31- Difratoograma da condição de RGGIC [16].

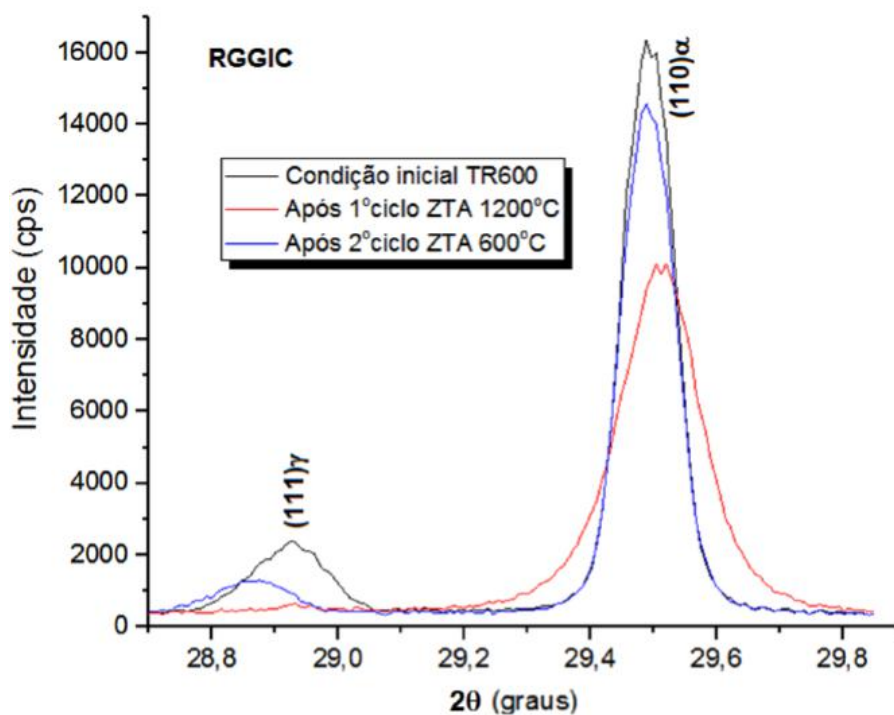


Figura 32 - Picos de difração da austenita( $\gamma$ ) e ferrita( $\alpha$ ) para as amostras RGGIC nas diferentes condições de ciclos térmicos [16].

Este fato deve ter ocorrido, pois, quando a amostra foi submetida ao primeiro ciclo, à 1.200°C, o tempo para a austenita redistribuir o carbono e o níquel não foi suficiente e o reaquecimento à 600°C propiciou condições termodinâmicas favoráveis para uma nova nucleação da austenita [16].

Rodrigues [16] ainda presumiu que as partículas claras presentes nas imagens microscopia eletrônica de varredura das amostras de simulação da ZTA fossem

austenita. Ao quantificá-las, encontrou valores muito acima do esperado, indicando que a contagem foi superestimada. Porém, como os carbeto não foram diferenciados, a análise levou em consideração os carbeto e austenita e desta forma a quantificação por imagem somente da austenita não pôde ser conduzida.

Pereira [17] também se propôs a estudar as diferentes microestruturas da ZTA do aço 9%Ni com o intuito de avaliar o seu comportamento em relação ao efeito da fragilização por hidrogênio.

Foi utilizado o sistema Gleeble® 3800 e foi seguido o modelo de Rikaly 3D para a simulação dos ciclos térmicos e o modelo de Rosenthal para obter as distâncias das temperaturas de pico de cada região da ZTA em relação à linha de fusão. O aporte de calor adotado foi de 2,5KJ/mm, com taxa de aquecimento de 150°C/s e com tempo de permanência de 1 segundo na temperatura de pico [17].

As temperaturas de pico para a análise das regiões da ZTA foram escolhidas de acordo com o diagrama de equilíbrio Fe-Ni (Figura 1) onde  $Ac_1$  e  $Ac_3$ , são 345°C e 720°C, respectivamente.

As temperaturas de transformação foram retiradas do *Atlas of continuous cooling transformation diagrams for engineering steels*, da *British Steel Company* e por meio do diagrama TTT para o aço 9%Ni, em que o material foi aquecido até a temperatura de 790°C e então resfriado à taxa de 500°C/min.  $M_i$ ,  $M_f$ ,  $Ac_1$  e  $Ac_3$  foram definidas como 340°C, 135°C, 520°C e 720°C, respectivamente.

As regiões da ZTA foram simuladas considerando apenas um único passe de soldagem. Desta forma as temperaturas de pico escolhidas foram: 1450°C referente à região próxima à linha de fusão (RLF), 1250°C, à região de grãos grosseiros (RGG), 1000°C, à região de grãos finos (RGF), 750°C à região intercrítica (RIC) e 400°C, à região subcrítica (RSC) [17].

A Figura 33 mostra as temperaturas das curvas de resfriamento dos ciclos térmicos para cada temperatura de pico. As temperaturas de transformação obtidos do diagrama TTT foram adicionadas como referência para as fases formadas em cada ciclo térmico.

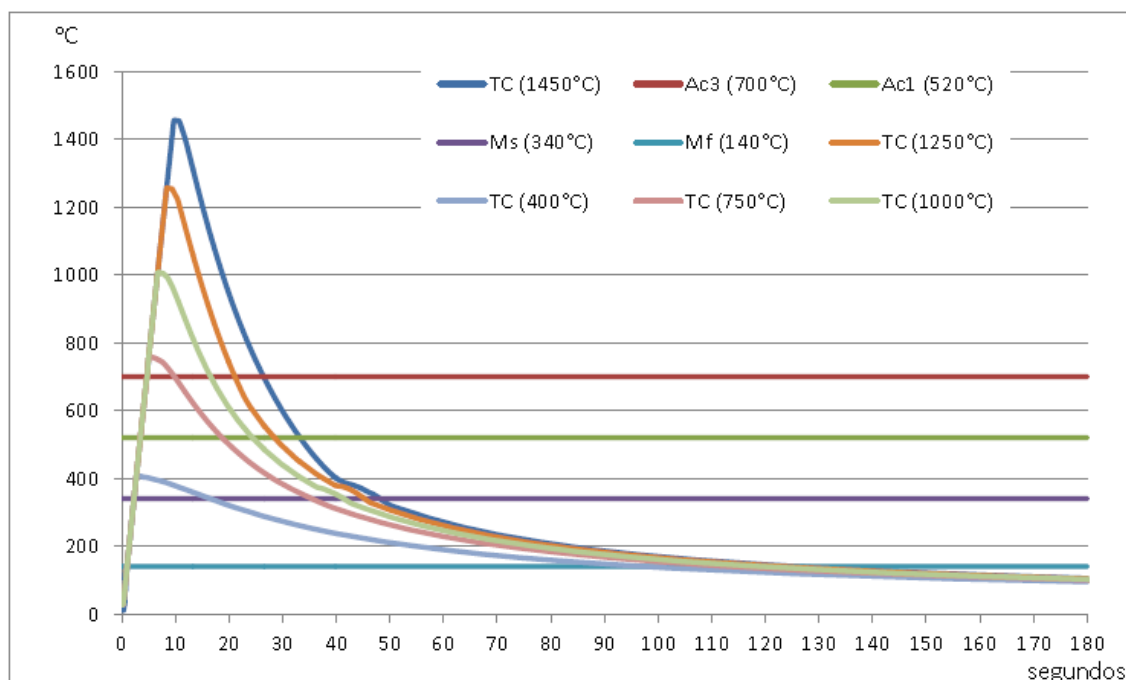


Figura 33 - Ciclos térmicos simulados na Gleeble [17].

As análises microestruturais foram realizadas por meio de microscopia óptica e eletrônica de varredura. Segundo Pereira [17], a microestrutura resultante dos corpos de prova submetidos à temperatura de pico acima de  $Ac_3$  é composta majoritariamente por martensita na forma de pacotes que cresceram a partir do contorno de grão da austenita e que também é limitada por ele.

A temperatura de pico de  $750^{\circ}C$  foi considerada neste trabalho como região intercrítica, porém ela corresponde à região de grãos finos uma vez que está acima da  $Ac_3$  considerada, de  $720^{\circ}C$ . A sua microestrutura confirma esta posição uma vez que é composta majoritariamente por martensita. Fica evidente a importância da realização da dilatométrica com as condições de soldagem (altas taxas de aquecimento e baixas taxas de resfriamento) para a correta determinação das temperaturas de transformação,  $Ac_1$  e  $Ac_3$  para determinar com precisão a localização correspondente de cada temperatura de pico, acima de  $Ac_3$ , abaixo de  $Ac_1$  ou situada entre elas.

A microestrutura da amostra submetida à temperatura de pico de  $1450^{\circ}C$  apresentou tamanho de grão austenítico maior do que a  $1250^{\circ}C$ , o que já era esperado pois quanto maior temperatura de pico, maior é a energia fornecida para o grão da austenita crescer. A Figura 34 mostra a comparação do grão austenítico entre as temperaturas de pico de  $1450^{\circ}C$  e  $1250^{\circ}C$ .

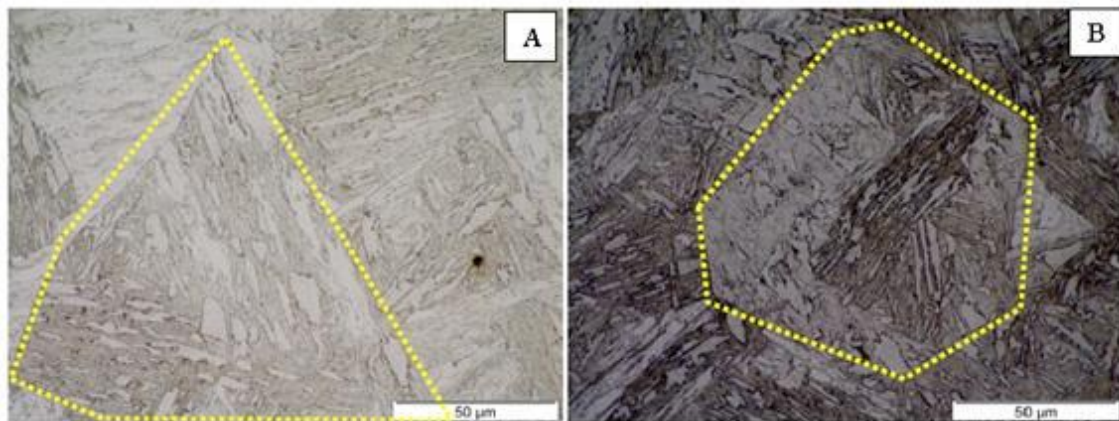


Figura 34 - Comparação entre as temperaturas de pico (A) 1450°C e (B) 1250°C [17].

As micrografias da Figura 35 apresentam os pacotes de martensita formados a partir do contorno de grão da austenita. Contudo nota-se que quanto maior a temperatura de pico ( $T_p$ ), maior é o tamanho de grão austenítico e maiores são os blocos de martensita formados durante o resfriamento [17].

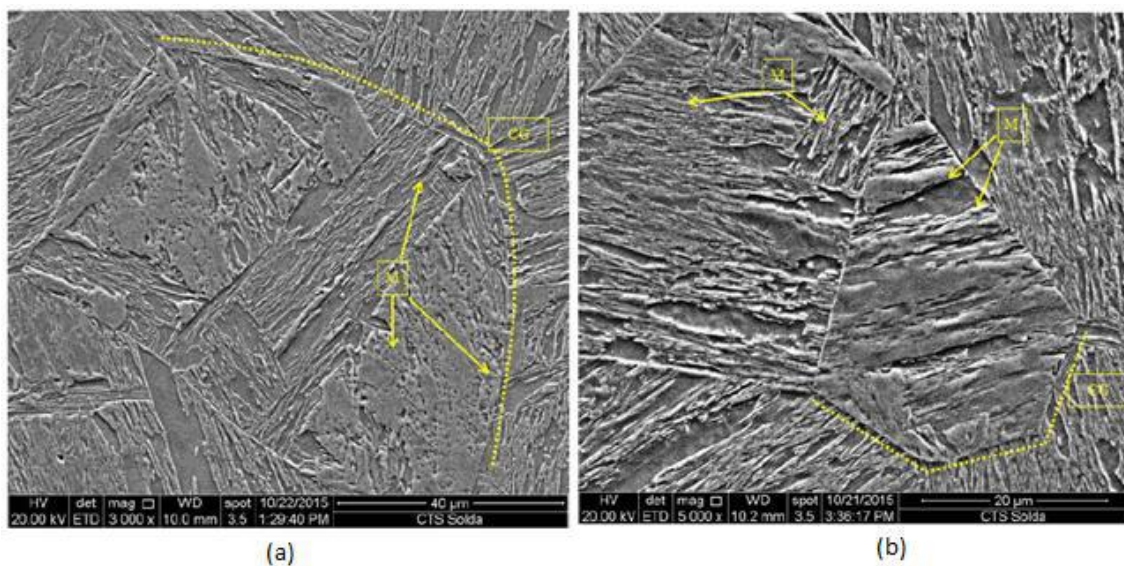


Figura 35 - Microestrutura analisada no MEV nas temperaturas de pico de (A) 1400°C e (B) 1250°C. Nital 2% [17].

A Figura 36 apresenta as análises das  $T_p$ s de 1.000°C, 750°C e 400°C observadas no microscópio óptico. Observa-se que as microestruturas à 1.000°C e 750°C são semelhantes, apresentando grãos finos. A amostra submetida à  $T_p$  de 400°C, não apresentou diferença significativa em relação ao metal de base, pois não ultrapassou a temperatura  $A_{c1}$ .

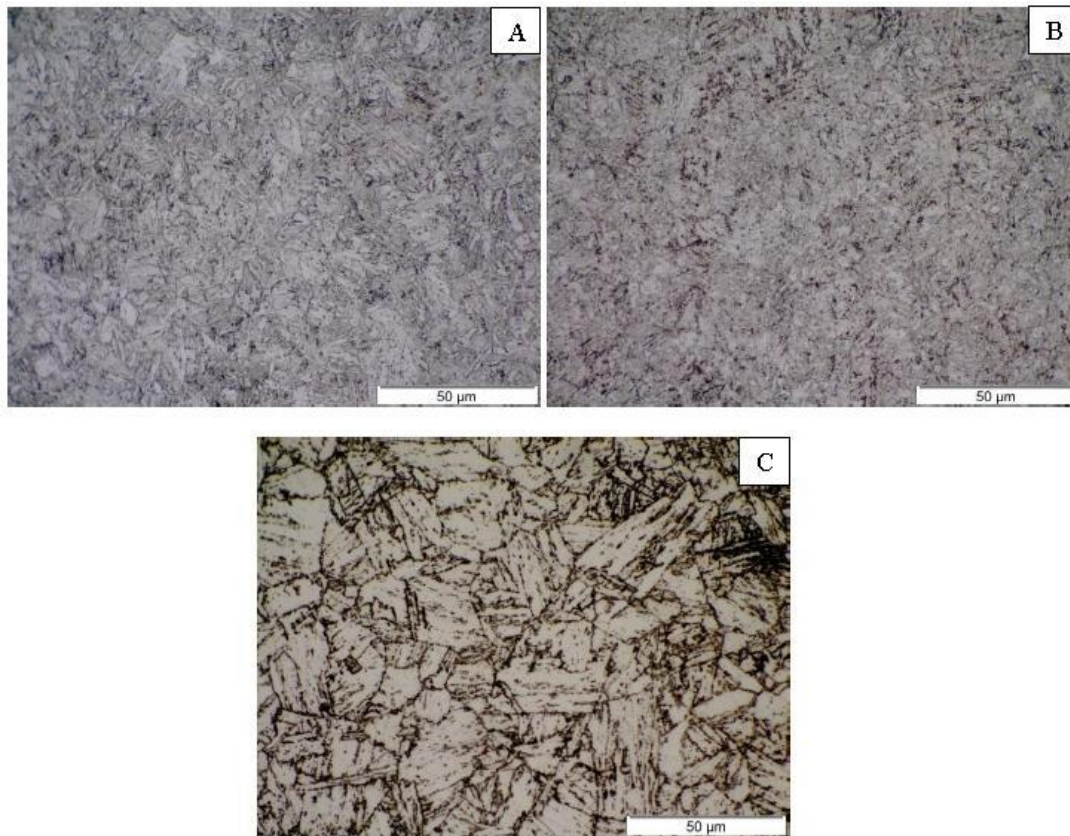


Figura 36 - Análise metalográfica via MO nas Tps de (A)1000°C, (B) 750°C e (C) 400°C. Nital 2%. Aumento de 1.000X [17].

A dureza da amostra simulada na Tp de 1.000°C é maior do que a das Tp de 1.450°C e 1.250°C, pois, durante o resfriamento, a martensita tem dificuldades de crescer uma vez que é limitada pelo pequeno contorno de grão austenítico e assim se dá o surgimento sucessivo de novas agulhas de martensita. Logo, a resistência mecânica é maior neste caso. O mesmo ocorre à temperatura de pico de 750°C [17].

Na avaliação da microestrutura da amostra simulada na temperatura de pico de 400°C, Figura 37-c, Pereira [17] notou indício de precipitação de carbeto no contorno de grão da austenita prévia e nas agulhas finas de martensita e ele sugeriu que os pontos mais claros podem ser designados por austenita residual. Esta amostra apresentou dureza baixa, o que está em conformidade com o estudo de Nippes [15], em que a dureza diminui devido ao revenimento da martensita na Tp de 500°C.



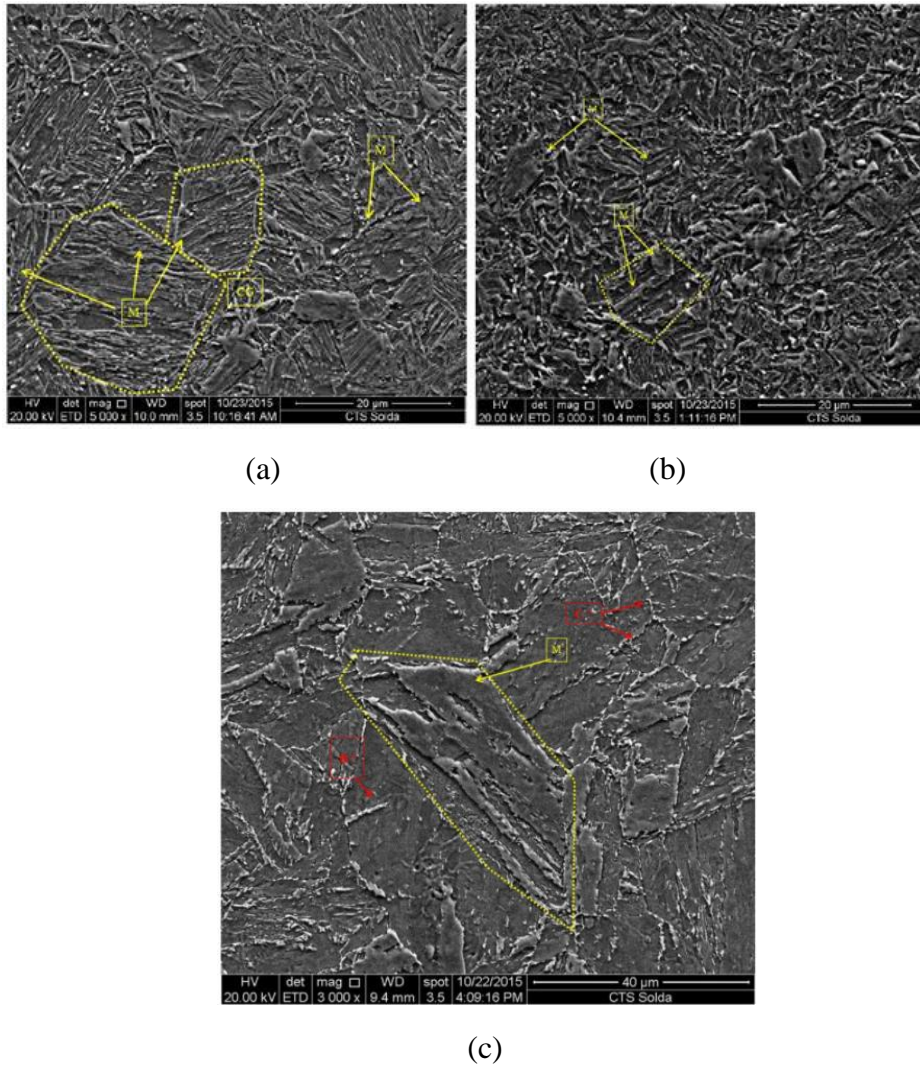


Figura 37 – Imagem de MEV das Tps de (a) 1000°C, (b) 750°C e (c) 400°C. Nital 2% [17].

As temperaturas de transformações  $M_i$ ,  $M_f$ ,  $Ac_1$  e  $Ac_3$  foram definidas como 340°C, 135°C, 520°C e 720°C respectivamente. Pode-se observar pelo gráfico da Figura 33 que as taxas de aquecimentos foram iguais, o que demonstra coerência com a premissa adotada de 150°C/s. As temperaturas de pico mais elevadas tiveram uma curva de resfriamento mais acentuado. Ainda, as Tps iguais a 1450°C, 1250°C, 1000°C e 750°C se encontram acima de  $Ac_3$  e portanto, foram austenitizadas completamente.

#### 2.4. Simulação de soldagem

Os processos de soldagem são complexos uma vez que envolvem ciclos térmicos de aquecimento e resfriamentos rápidos. Atualmente, diversos autores vêm recorrendo à

simulação matemática e ou computacional, para prever a influência dos fluxos de calor impostos no metal de solda e no metal de base (zona termicamente afetada) durante os processos de soldagem [15-17,20,43- 45].

Diante das alterações microestruturais no metal de base decorridas do processo de soldagem e da necessidade de compreendê-las bem, a simulação computacional tem sido aliada à simulação termomecânica e vem se tornando uma excelente alternativa para reproduzir uma região ou um ponto específico da ZTA em uma amostra real, em uma área muito maior do que a observada na junta soldada [15-17]. A descrição mais detalhada da simulação computacional e termomecânica estão presentes nos itens a seguir.

#### 2.4.1. Simulação computacional

Os processos de soldagem envolvem análises físicas complexas e diante disto houve a necessidade de criar modelos numéricos que descrevessem o comportamento do sistema para facilitar o seu entendimento e diminuir os custos com a produção [20].

Rosenthal [18] e Rykalin [19] no final dos anos 30 baseados na teoria de Fourier, propuseram equações de fluxo de calor em movimento em soldagem levando em consideração as propriedades físicas, a espessura do metal a ser soldado e os principais parâmetros de soldagem tais como temperatura de preaquecimento, energia e o próprio processo de soldagem. No modelo de Rosenthal, um sistema de coordenadas é fixado sobre a fonte da solda onde a origem dos eixos é o ponto entre o arame e a peça a ser soldada e o sistema se move à medida que a fonte produz o cordão de solda. Rosenthal assumiu sistema estacionário e temperatura infinita na fonte de calor. A curva é construída levando em consideração o aporte térmico, a temperatura de pré-aquecimento, velocidade de soldagem, distância do ponto da ZTA até o centro do cordão de solda e a eficiência do arco [18]. É reportado na literatura que este modelo está sujeito a erros quando se trata de temperaturas próximas à linha de fusão e da zona termicamente afetada uma vez que não leva em consideração a correta distribuição de calor no arco e adota fonte de calor com temperatura infinita [20,44,45].

O modelo de Rykalin adota a fonte de calor perpendicular ao eixo da solda e considera as propriedades como a condutividade térmica, a densidade e o calor específico do material que está sendo ensaiado, porém não leva em consideração as suas variações com a temperatura. A curva é levantada considerando a temperatura de pico, o

aporte térmico, a temperatura de pré-aquecimento, a taxa de aquecimento e a espessura da chapa [19].

Para contornar os problemas relacionados à previsão de fluxo de calor obtida pelos modelos matemáticos, têm-se optado pela utilização de elementos finitos devido a sua maior precisão, que leva a uma reprodução mais fiel da realidade mediante os parâmetros variados de processo de soldagem [45]. Com o avanço da tecnologia, programas computacionais puderam ser desenvolvidos, como por exemplo, o Sysweld®, que utiliza o modelo de fonte de calor móvel no formato de duplo elipsóide Goldak [44] que, apesar de ser uma abstração simples da complexa interação de físicas envolvidas na soldagem a arco, apresenta boa capacidade de representar diferentes processos de soldagem.

#### 2.4.2. Simulação térmica

O uso de simuladores termomecânicos vem sendo adotados por diversos autores para replicar condições de processos reais tais como laminação a frio e ou a quente, forjamento, fusão e soldagem (simulação de zona afetada pelo calor em passe único ou em multipasses) [16,17,43]. Nippes e Savage [43] foram os pioneiros no uso do simulador térmico *Gleeble* para avaliar a microestrutura da ZTA em amostras de impacto Charpy entalhados.

O principal objetivo da simulação térmica é reproduzir de maneira fiel os processos físicos e mecânicos de um material, para obter a mesma microestrutura e propriedades mecânicas alcançadas de quando ele é submetido ao processo real [46].

O aquecimento no sistema *Gleeble* é realizado por efeito Joule e por condução, e a taxa de aquecimento pode chegar até 10.000°C/s. A amostra é posicionada entre garras de cobre que são responsáveis pelo resfriamento da peça. A Figura 38 mostra uma ilustração esquemática da disposição da amostra no servo hidráulica da *Gleeble* [46].

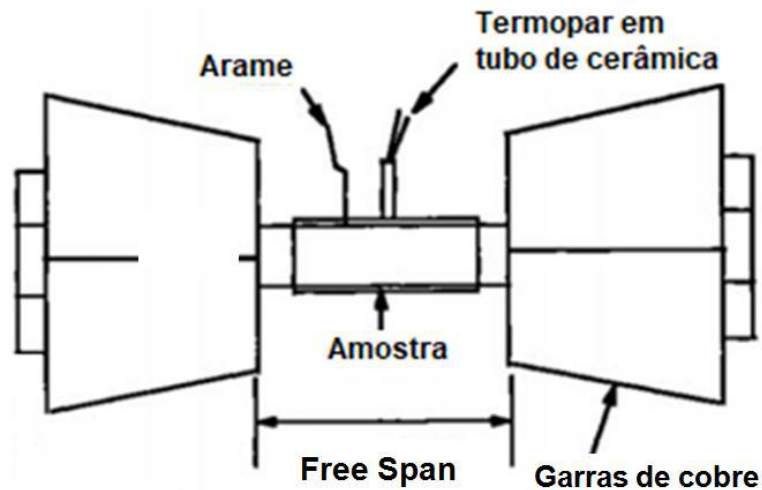


Figura 38 - Ilustração esquemática dos principais componentes da Gleeble [46].

Durante o aquecimento a corrente flui na direção axial do corpo de prova gerando planos isotérmicos na região aquecida. Durante o resfriamento, as garras de cobre auxiliam na obtenção precisa de altas taxas de resfriamento, pois possuem alta condutividade térmica. Também pode ser utilizado gás inerte, água e ou nitrogênio líquido para aumentar a refrigeração. A temperatura pode ser monitorada por meio de termopar ou pirômetro [47].

O centro da amostra experimenta a temperatura máxima pois é o ponto mais afastado das garras. Quanto mais próximo um ponto da amostra estiver da garra de cobre, menor é a temperatura de pico atingida. Desta forma, o *free span* (distância entre as garras de cobre) apresenta um perfil isotérmico e, quanto maior ele for, maior é a área útil alcançada, ou seja, maior a área submetida à mesma temperatura de pico (com variação máxima de 10°C), conforme apresentado na Figura 39. A região da amostra que está em contato direto com a garra se mantém em temperatura ambiente devido à eficiência do resfriamento das garras. É possível também utilizar extensômetros e dilatômetros para testes precisos de dilatação e deslocamento [46].

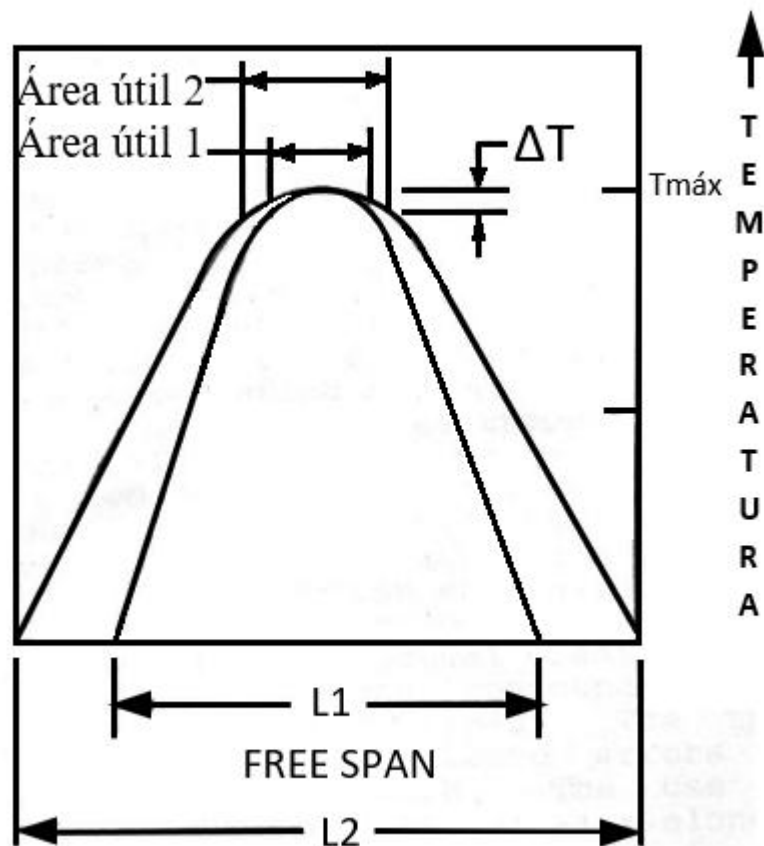


Figura 39 - Gradiente térmica ao longo do comprimento da amostra e suas respectivas áreas úteis para dois Free Span diferentes. Adaptado de [48].

## 2.5. Difração de raios-X (DRX)

A técnica de difração de raios-X (DRX) representa o fenômeno de interação entre um feixe incidente de raios-X e os elétrons dos átomos componentes de um material, em que a detecção dos fótons difratados constituem o feixe difratado [49-51].

Segundo Jenkins e Snyder [49], os fótons de raios-X após colidirem com o elétron da amostra muda sua trajetória, mas mantém o mesmo comprimento de onda da radiação incidente. Se os átomos que geram este espalhamento estiverem arranjados de maneira sistemática, como em uma estrutura cristalina, pode-se verificar que as relações de fase entre os espalhamentos se tornam periódicas. Com isso, o fenômeno de difração de raios-X é observado em vários ângulos de incidência do feixe desde que seu comprimento de onda  $\lambda$ , seja da ordem de grandeza das distâncias entre os centros espalhadores  $-d$ , como resultado de uma interferência construtiva e ocorrendo nas

direções de espalhamento que satisfazem a Lei de Bragg, como mostra a Figura 40. A Lei de Bragg é expressa pela Equação:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (1)$$

onde,  $\lambda$  corresponde ao comprimento de onda da radiação incidente, “n” à ordem de difração (número inteiro), “d” à distância interplanar para o conjunto de planos hkl da estrutura cristalina e  $\theta$  ao ângulo de incidência dos raios-X (entre o feixe incidente e os planos cristalinos [51]).

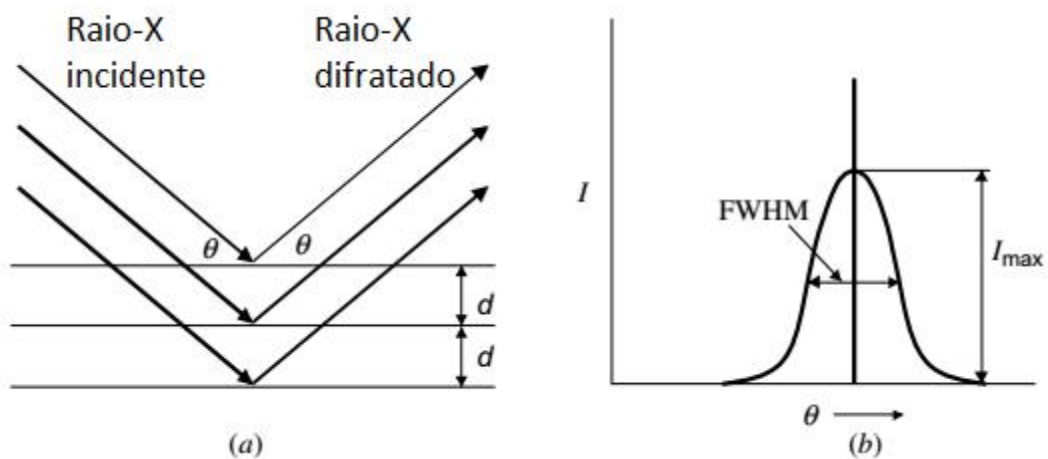


Figura 40- Os raios-X incidentes e os raios X refletidos fazem um ângulo  $\theta$ , simétrico ao normal do plano de cristal (a). O pico de difração é observado no ângulo  $\theta$  de Bragg (b) [51].

Cada sólido cristalino possui um arranjo de átomos ordenados e únicos, ou seja, cada cristal possui características específicas de espaçamento interplanar, planos de difração, propriedades da célula unitária do cristal e padrão de difração. Desta maneira os feixes difratados possibilitam a identificação dos compostos cristalinos por meio das posições angulares e intensidade relativa dos feixes. Ao realizar uma varredura na amostra em uma faixa de ângulo  $2\theta$ , irá aparecer um pico de intensidade referente à austenita e ferrita, por exemplo, nos seus ângulos correspondentes [49-51].

A técnica de difração de raios-x pode ser usada para identificação de fases, determinação de parâmetros da célula unitária, estudos relacionados a transformação de fases em temperaturas elevadas, avaliação de tensão residual e avaliação de textura [49-51].

## 2.6. MET

A microscopia eletrônica de transmissão (MET) é uma ferramenta fundamental para caracterização de materiais já que permite não só visualizar a morfologia como também permite identificar defeitos, estrutura cristalina, relações de orientação entre fases, entre outros. É um instrumento poderoso para análise química, qualitativa e quantitativa, com alta resolução espacial [52].

O microscópio eletrônico de transmissão consiste em uma coluna de alto vácuo que contém um canhão de elétrons e um conjunto de lentes eletromagnéticas, uma lente objetiva, lentes intermediárias e uma lente protetora. As lentes controlam o foco, intensidade de iluminação e magnificação [52].

O MET é utilizado para a caracterização de materiais em escala nanométrica e ou subatômica. Por meio dele obtêm-se imagens de altíssima resolução, atingindo entre 0,8 e 2,2 Å [52]. Os feixes de elétrons atravessam uma amostra fina, os feixes transmitidos e difratados são detectados e assim as imagens são formadas [52].

Para a formação de imagens a partir de sistema de iluminação de feixe paralelo existem três mecanismos de contraste no MET: o contraste de absorção, para amostras amorfas, onde os elétrons são espalhados elasticamente, o contraste de fases, obtido pelo contraste da interferência de ondas de elétrons difratados espalhados e, por último, o contraste por difração, o mais utilizado para formação de imagens em materiais cristalinos, metálicos ou não metálicos. Uma vez que os elétrons possuem comprimento de onda pequeno, a difração dos feixes sai quase rasante aos planos difratantes, a depender da orientação dos planos da amostra, haverá contraste. No contraste por difração temos dois modos de formação de imagem: campo escuro, formado pelos elétrons difratados e o campo claro, formado pelos elétrons transmitidos [52].

No modo de operação STEM (*scanning transmission electron microscopy*) o sistema de iluminação usado é convergente, ou seja, forma um feixe pontual que varre a amostra e a inclinação não varia. Nas imagens de alta resolução, por exemplo, posições reais de colunas atômicas são detectadas, o que já não é possível na microscopia eletrônica no modo em paralelo, na qual se tem uma maior área para ser analisada e as reais posições dos átomos são dificultadas pelo padrão de interferência gerado [52].

A preparação das amostras analisadas por MET é uma etapa fundamental para o sucesso da análise pois a probabilidade que um elétron incidente em uma amostra tem de sofrer colisões com os seus átomos é proporcional ao trajeto percorrido. Sendo assim

as amostras devem ser finas o suficiente para que a chance de interação (colisões) se mantenha pequena. A espessura das amostras deve variar entre 500 e 5000Å, dependendo do material e da tensão aplicada [53].

As amostras de espessura pequena para análise no MET podem ser preparadas das seguintes maneiras: réplicas, folhas finas.

A réplica é uma técnica que se baseia na deposição de uma fina camada sobre a superfície da amostra, que em seguida é retirada ou por lavamento ou por dissolução do substrato. Usam-se polímeros (dissolvidos em solventes orgânicos), deposição de carbono por evaporação em vácuo, ou ainda óxidos, por anodização do alumínio. São utilizados principalmente para a análise de metais e superfícies fraturadas [53].

O método de folhas finas foi utilizado neste trabalho e nele, os metais possuem dimensões de um disco de 3 mm de diâmetro e a região a ser analisada deve possuir uma espessura da ordem de 100 nm, de modo que seja transparente ao feixe de elétrons. O processo de preparação deve se dar de forma que preserve as características da amostra maciça, sem modificar a mesma [53].

O corte é realizado por serras especiais ou eletroerosão, para se obter uma fatia fina da amostra. Em seguida, fabrica-se um disco de 3 mm de diâmetro, com um punhão em tubo similar a um furador de papel. Por processos abrasivos, obtém uma espessura da ordem de 10 a 1 µm. A seção transparente aos elétrons, de espessura da ordem de 100 nm, é geralmente obtida por ataque eletroquímico, mas podem ser utilizados abrasão e feixe de íons para realizar o furo e obter a espessura necessária [53].

## 2.7. Dilatometria

A dilatometria é uma técnica utilizada para medir as propriedades térmicas dos materiais. Monitora-se o comportamento volumétrico dos aços de acordo com a temperatura em que estão sendo submetidos e as temperaturas de início e fim de formações das fases podem ser extraídas. Este ensaio se baseia em acoplar um extensômetro no material na região de direção do aquecimento e registrar os comprimentos atingidos à medida que este é aquecido. Forma-se um gráfico entre a variação de volume versus a temperatura ( $dl/l_0 \times T$ ) e as inflexões observadas referentes as expansões e contrações do material são diretamente relacionadas com as fases formadas no aquecimento e no resfriamento. Ao aquecer um aço que na temperatura ambiente possui microestrutura ferrítica, cúbica de corpo centrado, por exemplo, este se



transforma em uma estrutura mais compacta, cúbica de faces centrada, e uma contração volumétrica do aço e sua temperatura de formação é esperada [54,55].

## 2.8. Magnetometria de amostra vibrante

A Magnetometria de Amostra Vibrante (Vibrating Sample Magnetometry, VSM), é uma técnica que permite aferir medidas magnéticas precisas, possui baixa fonte de erros, é de simples manuseio e de baixo custo. No equipamento VSM, Figura 41, a amostra é presa na extremidade de uma haste rígida, que por sua vez é posicionada entre bobinas de detecção que aplicam um campo magnético perpendicular à direção de vibração da amostra. A amostra é magnetizada e, de acordo com campo magnético aplicado possui seus momentos magnéticos orientados que são lidos pelo sensor permitindo que seu cálculo seja feito [56].

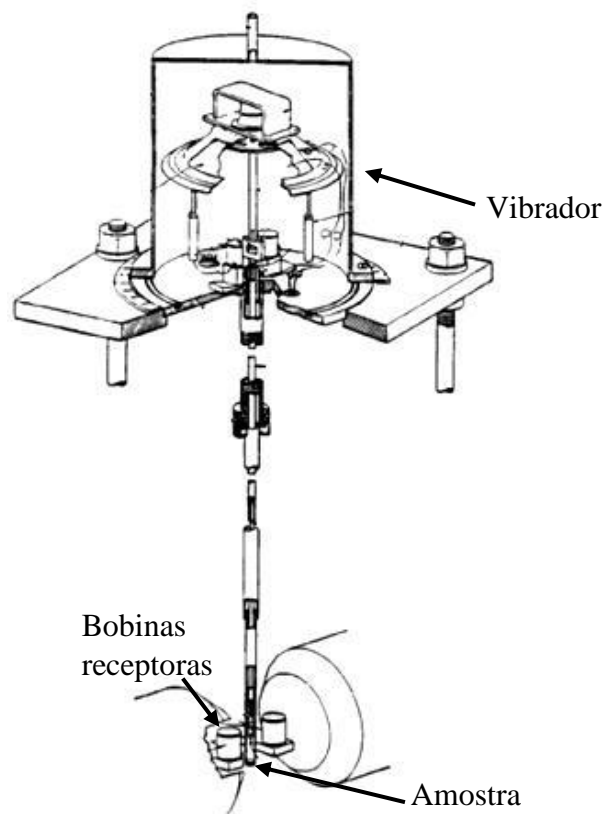


Figura 41 - Desenho esquemático de um magnetômetro de amostra vibrante. Adaptado de [56].

Quando a amostra vibra em certa frequência  $f$ , uma voltagem é induzida nas bobinas coletoras. Como esta voltagem está diretamente relacionada com o momento

magnético, este aparato permite que uma variação de fluxo magnético da amostra seja detectada nas bobinas [57].

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

Este tópico apresenta a metodologia que foi aplicada para caracterização da zona termicamente afetada do passe de acabamento, referente à influência de um único passe na junta do aço 9%Ni, soldada pelo processo GMAW. Este processo foi escolhido por se tratar de uma técnica amplamente utilizada e de fácil operação, o que permite um monitoramento mais confiável dos reais parâmetros de soldagem. Serão expostos os procedimentos adotados para a etapa de simulação computacional no *software* Sysweld® e simulação termomecânica na *Gleeble* ®. Serão apresentadas as técnicas de caracterização microestrutural utilizadas nos diferentes ciclos térmicos ensaiados, referentes às regiões da ZTA.

As amostras de simulação da ZTA foram obtidas por meio de corte abrasivo (Isomet) para evitar que possíveis alterações microestruturais pudessem ser induzidas durante o seccionamento, como por exemplo, transformação da austenita em martensita por deformação mecânica.

#### 3.1 Materiais

Para o desenvolvimento deste trabalho uma junta tubular circunferencial de topo com 219,1 mm de diâmetro nominal, 31,7 mm de espessura e comprimento de 300,1 mm de um aço 9% níquel temperado e revenido (classificação ASTM A333 Gr.8) foi soldada nos passes de raiz e reforço da raiz com o processo GTAW (*Gas Tungsten Arc Welding*), com o equipamento da Miller modelo PIPEWORKX 400 e os passes de enchimento e acabamento foram realizados pelo processo GMAW (*Gas Metal Arc Welding*), com o equipamento da Kemppi modelo PRO 420. O metal de adição utilizado foi a liga de níquel 625 (classificação AWS A5.14 ER NiCrMo-3).

O tratamento térmico utilizado na fabricação do aço 9%Ni foi o de têmpera e revenido, onde o metal foi elevado à temperatura de  $800 \pm 15^{\circ}\text{C}$  e temperado em água. O revenido foi realizado entre as temperaturas 565-605°C, na região intercrítica de forma a garantir a presença de austenita reversa estável.

A composição química do aço 9%Ni como recebido, medida por espectrometria de fluorescência de raios X, está presente na Tabela 5:

Tabela 5 - Composição do aço 9%Ni como recebido.

Composição química (% peso)					
C	Ni	Mn	Si	Mo	Al
0,061	9,70	0,607	0,279	0,142	0,0218

A Figura 42 (a) e (b) apresenta o croqui do chanfro da junta soldada e a distribuição dos seus passes de solda. Pode-se observar que na soldagem de múltiplos passes, a maior parte da extensão da ZTA sofreu influência de mais de um ciclo térmico, salvo o passe de acabamento. Desta forma para avaliar as mudanças microestruturais do aço 9%Ni em relação aos ciclos térmicos sofridos por um cordão de solda, somente o passe de acabamento foi alvo do estudo. A ZTA do passe 28 foi escolhida para análise. A Tabela 6 apresenta os parâmetros do processo da soldagem.

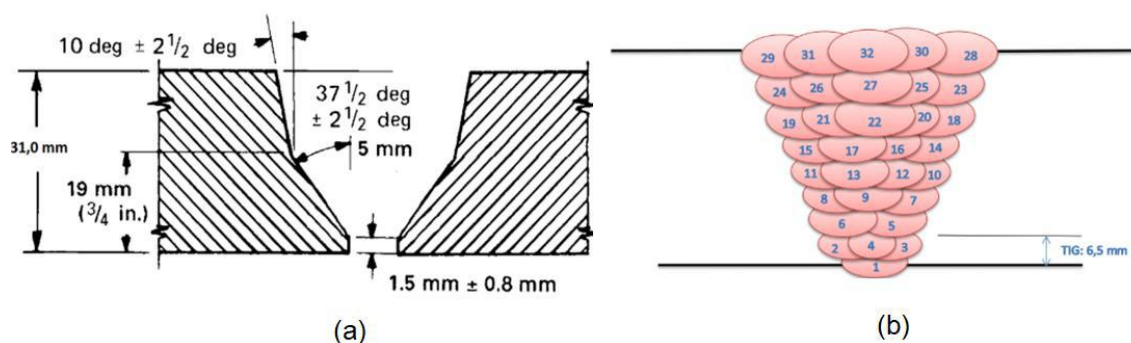


Figura 42 – (a) Chanfro da junta e (b) distribuição dos passes de solda com raiz soldada pelo processo GTAW e enchimento e acabamento por GMAW no tubo circunferencial de aço 9%Ni temperado e revenido.

Tabela 6 – Parâmetros de soldagem utilizados na junta soldada por GTAW na raiz e GMAW nos passes de enchimento e acabamento.

Passe	Corrente [A]	Tensão [V]	Velocidade [mm/s]	Aporte de calor [Kj/mm]
Raiz	125,6	10,85	0,91	1,53
Reforço da raiz	125,8	10,83	1,21	1,16
Enchimento	109,9	25,81	2,33	1,30
Acabamento	114,9	25,65	3,77	0,81

A secção transversal da junta GMAW soldada foi preparada metalograficamente com lixas de até 1.200# e polimento em pasta de diamante com panos de 1 e 3  $\mu\text{m}$ . Foi utilizado ataque nital 2% para revelar a microestrutura. A microestrutura da zona termicamente afetada do passe 28 (Figura 42 (b)) foi analisada por microscopia eletrônica de varredura, onde aumentos de 5, 10 e 20 mil vezes foram empregados.

### 3.2. Simulação computacional

A simulação computacional foi realizada pela equipe do LNTSold abrangendo apenas o último passe de acabamento da junta soldada e usando o software comercial Sysweld (ESI Group), que é baseado no método de elementos finitos.

A Figura 43 apresenta um fluxograma esquemático com as etapas seguidas para a realização da simulação computacional. A primeira etapa se refere a modelagem do material, isto é, compilar dados de propriedades físicas, químicas e metalúrgicas significativas para a resolução que se deseja (térmica, termomecânica, termometalúrgica-mecânica). As propriedades fundamentais para simulação térmica são condutividade térmica, densidade e calor específico. Para adicionar a resolução mecânica do problema seria necessário adicionar dados de limite de escoamento, encruamento do material, coeficiente de expansão térmica e módulo de elasticidade. Porém, tanto as propriedades para simulação térmica quanto mecânica são na verdade função da temperatura, o que torna muito complexo a obtenção de dados experimentais. Por fim, para se adicionar a evolução metalúrgica de fases no aço é necessário adicionar dados referentes a diagramas de transformação de fase (diagrama de equilíbrio, tempo temperatura transformação (TTT) e transformação em resfriamento contínuo (TRC – em inglês CCT)). É importante ressaltar que a evolução de fases também interfere na resolução térmica e mecânica, pois cada fase terá propriedades próprias. Por exemplo, a austenita e ferrita possuem coeficientes de condução e expansão térmica bem diferente. Neste trabalho, o foco da simulação foi a resolução do problema termometalúrgico. Os dados dessa compilação podem vir de bibliografia, de resultados experimentais ou ainda de outras ferramentas de simulação. No caso desse estudo foi utilizado o software JmatPro (Sente Software) para obtenção dessas propriedades para composição química e histórico de processamento do aço 9%Ni estudado. Assim, foram extraídos os valores de densidade, calor específico e condutividade térmica em função da temperatura e também dados do diagrama TRC considerando o tamanho de grão de 40  $\mu\text{m}$  - referente

a dados experimentais da região de grãos grosseiros na junta soldada para alimentar um modelo de transformação de fases em resfriamento rápido. Em seguida, por meio de uma macrografia, foi realizada a modelagem geométrica da junta soldada real, onde as dimensões da junta, dos passes e da ZTA foram extraídas. A etapa seguinte é referente a inserção dos parâmetros da soldagem conforme condição experimental real. Estes parâmetros já foram previamente expostos na Tabela 6. Os parâmetros principais de soldagem (corrente, tensão e velocidade de soldagem), bem como dados da geometria do cordão, são necessários para a etapa seguinte de modelagem da fonte de calor móvel. A Tabela 7 apresenta os dados da soldagem real utilizadas para a simulação computacional. Quanto mais refinada é a malha maior é a precisão da simulação naquela região. Desta forma para a simulação computacional, a malha foi refinada na área de interesse, ou seja, na ZTA.

Tabela 7 - Parâmetros de soldagem utilizados para a simulação computacional por elementos finitos do cordão de solda do passe 28 (Figura 42 b).

Comprimento do tubo [mm]	31
Raio do tubo [mm]	109,55
Temperatura de interpasse [°C]	100
Aporte de calor do cordão depositado [Kj/mm]	0,85
Tensão [V]	25,5
Velocidade de soldagem [mm/s]	3,48
Extensão da ZTA [mm]	3,305

Nesse estudo, foi utilizado o modelo de fonte de calor móvel no formato de duplo elipsóide, proposto por Goldak [44], que, apesar de ser uma aproximação simples das complexas interações físicas envolvidas na soldagem à arco, apresenta boa capacidade representar diferentes processos de soldagem. Para se ter validade na simulação é necessário calibrar a fonte de calor móvel, alterando seus parâmetros geométricos e de distribuição de aporte de calor, conforme pode ser observado na Figura 44, de modo a conseguir a melhor coincidência possível entre a linha de fusão observada na macrografia e na simulação computacional.

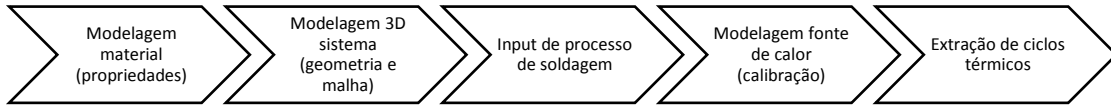


Figura 43 - Fluxograma da metodologia utilizada na simulação computacional.

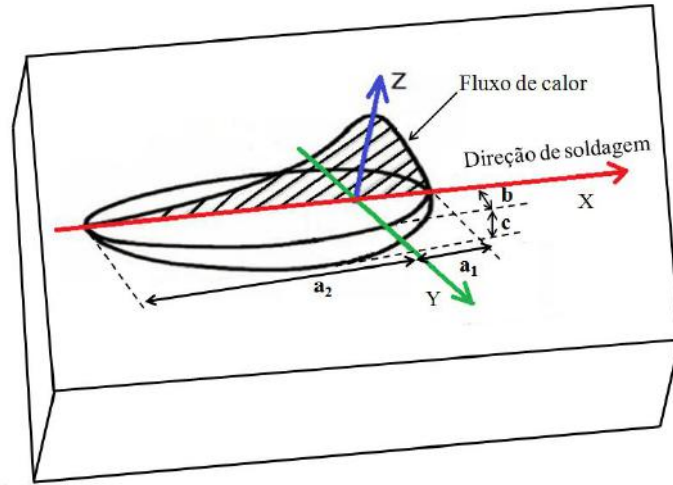


Figura 44 - Modelo duplo-elipsoide para fonte de calor. Adaptado de [44].

Ao fim da simulação, é possível extrair o ciclo térmico de cada nó da malha. Para esse estudo, o objetivo era selecionar os nós que possuíssem temperaturas de pico referente à diferentes regiões da zona termicamente afetada.

A ZTA formada por um passe de solda possui um gradiente de temperatura de pico que decresce à medida que se afasta da linha de fusão como se pode observar no exemplo da Figura 45. Para monitorar as principais microestruturas presentes na ZTA, foram extraídos ciclos térmicos de oito temperaturas de pico em função da distância da linha de fusão. A microestrutura resultante em cada temperatura de pico foi caracterizada e a sua correspondente na solda real foi identificada.

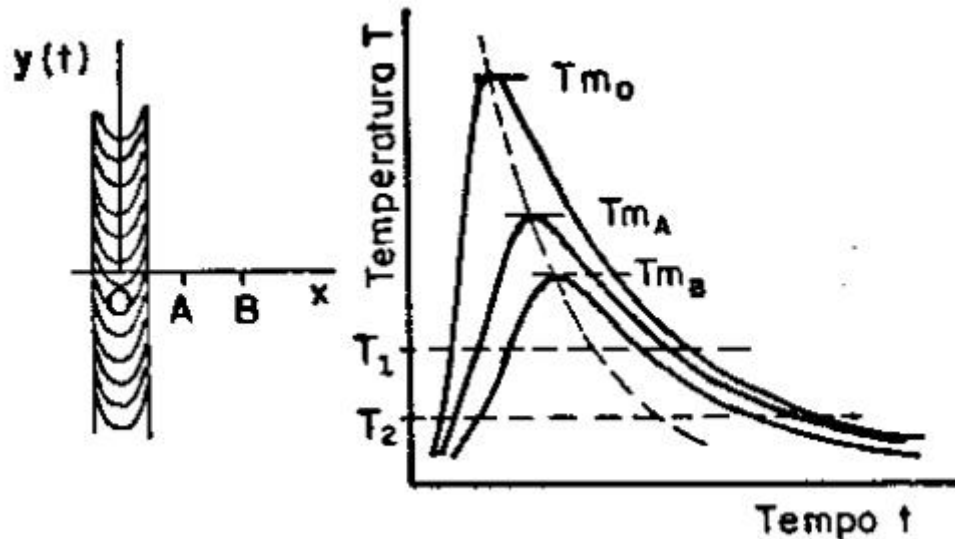


Figura 45 - Variação da temperatura de pico com a distância da linha de fusão [41].

Conforme mencionado, as temperaturas de pico foram escolhidas visando abranger as diversas regiões da zona termicamente afetada. Um refino maior foi conduzido próximo à região intercrítica, onde, no equilíbrio aponta estar entre 602 e 705°C [5] onde pode ter maior variação do número de fases formadas e o efeito da temperatura de pico na quantidade de austenita pode ser monitorado melhor. A Figura 46 apresenta um desenho esquemático das oito temperaturas de pico escolhidas para análise microestrutural.

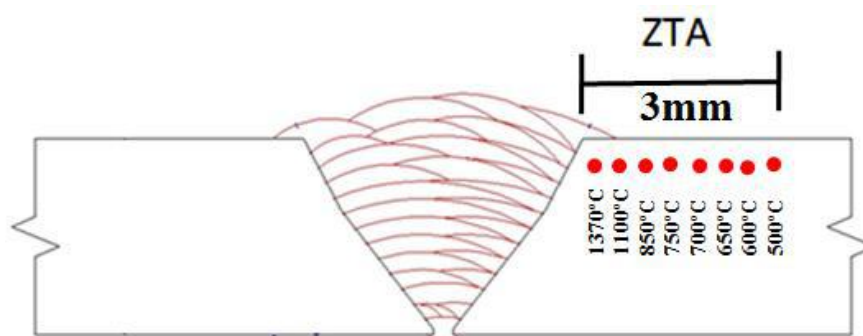


Figura 46 - Representação esquemática das temperaturas de pico à diferentes distâncias da linha de fusão.

Estas temperaturas de pico foram escolhidas com o objetivo de avaliar a microestrutura nas seguintes condições:



- TP de 1.370°C- Temperatura mais próxima da temperatura liquidus do aço 9%Ni (1455°C). Crescimento máximo do grão [16,17];
- TP de 1.100°C- Temperatura em que o grão é menor que a média do tamanho de grão grosseiro [1,16];
- TP de 850°C- Temperatura que abrange a região de grãos finos, pois está compreendida um pouco acima de  $A_{c3}$ , que pode atingir 765°C pelo efeito da taxa de aquecimento [58];
- TP de 750°C- Temperatura próxima à  $A_{c3}$  (765°C) esperava-se que sua microestrutura fosse composta majoritariamente por austenita reversa [58];
- TP de 700°C- Temperatura compreendida na região intercrítica, superior à de revenimento, mais próxima de  $A_{c3}$ . Pretende-se avaliar a austenita formada nesta condição, uma vez que suspeita-se que ela tenha baixa estabilidade quando submetida à temperatura maior que 600°C [2,27]
- TP de 650°C- Temperatura intercrítica que pode conferir estabilidade à austenita [22,27];
- TP de 600°C- Temperatura utilizada para o tratamento térmico de revenido intercrítico, que pode conferir a maior estabilidade na austenita reversa formada [5,22,27,31];
- TP de 500°C- Temperatura subcrítica próxima de  $A_{c1}$  [15].

### 3.3. Simulação termomecânica

Os ciclos térmicos obtidos pela simulação computacional no Sysweld® foram reproduzidos no simulador termofísico Gleeble® Machine 38000. Foi utilizado corpo de prova retangular, de 10 mm largura, 10 mm de altura e 72 mm de comprimento para permitir a adequação das taxas de resfriamento impostas. Se o comprimento do corpo de prova fosse muito maior do que 72 mm, o resfriamento teria que ser realizado a taxas mais elevadas devido a maior quantidade de material possível de escoamento do calor e não seria possível atingir temperaturas acima de 1.300°C por exemplo. Já se fosse menor que 72 mm a falta de material adjacente a região aquecida permitiria o acúmulo excessivo de calor, impedindo a obtenção da taxa de resfriamento desejada. Para monitorar a temperatura do corpo de prova durante a simulação termomecânica, um termopar foi soldado no centro da amostra. O termopar do tipo R foi utilizado para as temperaturas de pico de 1.370 e 1.100°C por resistir a temperaturas de até 1.480°C sem

fundir, já as demais temperaturas de pico foram monitoradas com termopar do tipo K (que resiste até 1.260°C). A Figura 47 ilustra a composição do ensaio, onde os termopares estão soldados no corpo de prova que por sua vez está posicionado entre as garras de cobre no simulador termomecânico Gleeble.



Figura 47 – Esquema de montagem do corpo de prova simulado na Gleeble.

Após simulação termomecânica, os corpos de provas para análise metalográfica foram cortados ao centro e sua superfície transversal foi analisada. Os corpos de prova de simulação da ZTA referente às temperaturas de pico de 1.370, 700 e 600°C foram analisados via microscopia eletrônica de transmissão (MET) e demandaram área útil de 3 mm para obtenção de corpos de prova suficiente para a análise. A complexa preparação e a pequena área de análise (região fina) que envolve as amostras de MET, fizeram com que fosse necessário obter pelo menos 3 corpos de prova, por condição, a fim de garantir regiões suficientes para analisar e encontrar o que se deseja.

Para que fosse possível atingir a área útil de 3 mm com a simulação termomecânica, com o equipamento Gleeble foi preciso adequar as taxas de resfriamento impostas pelo ciclo térmico no corpo de prova. Contudo foi necessário aumentar a frequência de leitura das temperaturas, ajustar o *free span* e o comprimento do corpo de prova de acordo com a temperatura de pico atingida.

Na temperatura de pico de 1.370°C, o controle do ciclo térmico foi dificultado pelas altas taxas de aquecimento e resfriamento impostas bem como pela alta temperatura atingida. Foi então utilizado amostras de dimensão de 10 mm x 10 mm x 72 mm e *free span* de 10 mm, de modo que as garras de cobre ficaram mais próximas para atingir as taxas de resfriamento mais elevadas e o

comprimento do CP permitiu acomodação do calor no centro da amostra. Já a 700 e 600°C, por se tratar de temperaturas mais baixas e por ter um ciclo térmico com taxa de resfriamento menor que à de 1.370°C, o comprimento do corpo de prova e o *free span* foram, 73,20 mm e 11,2 mm, respectivamente, para evitar um superaquecimento no centro da amostra e que as taxas de resfriamento fossem adequadas.

Foi avaliado por meio da implementação de um termopar às distâncias de 1,5; 2,0 e 2,5 mm do centro da amostra e somente a posição à 1,5 mm deste obteve o menor gradiente de temperatura, 10°C, em relação a temperatura alcançada no centro (de pico), constituindo a área útil considerada para este trabalho de 3 mm.

### 3.4. Dilatometria

Ensaio de dilatométrica foram conduzidos segundo a norma ASTM A1033-10 [59] no simulador termofísico Gleeble® Machine 38000 do Senai-RJ. Os corpos de prova de dimensão XXX foram retirados na parte externa do tubo a fim de evitar segregação formada em seu interior devido ao seu processo de conformação. A Figura 48 mostra o esquema da posição de retirada dos corpos de prova. Os ciclos térmicos das oito temperaturas de pico foram reproduzidos em duplicata, considerando as altas taxas de aquecimento e resfriamento dos ciclos térmicos de soldagem simulados computacionalmente no software Sysweld® a fim de avaliar as temperaturas de transformação,  $Ac_1$ ,  $Ac_3$ ,  $M_i$ ,  $M_f$ ,  $B_i$ .

Neste trabalho, a determinação das temperaturas de transformação,  $Ac_1$  e  $Ac_3$  foi realizada pelo método das derivadas, proposto por Siefert [60], a fim de diminuir a subjetividade relacionada à sua detecção mediante ao ponto de inflexão da curva no aquecimento. Neste método, diferente do proposto pela norma ASTM A1033-10, a temperatura em que ocorre mudança de fase é detectada por meio da derivada primeira da curva de dilatométrica, ponto em que esta deixa de ser constante quando há transformação de fase.

Para o resfriamento, um tratamento adicional dos dados foi necessário visto que estes apresentaram ruídos e a diferenciação de transformação de fase em temperaturas mais baixas, como por exemplo a transformação bainítica e martensítica, foi estimada. A derivada de segunda ordem foi calculada nos dados tratados e as temperaturas de transformação foram obtidas com maior precisão.

As temperaturas de transformação foram determinadas por meio de uma média dos valores encontrados nos dois ensaios de dilatométrica. Os corpos de prova utilizados para o ensaio de dilatométrica são cilindros vazados de diâmetro de 10 mm, com uma redução de área central maciça, de diâmetro de 5 mm, com comprimento total de 84 mm.

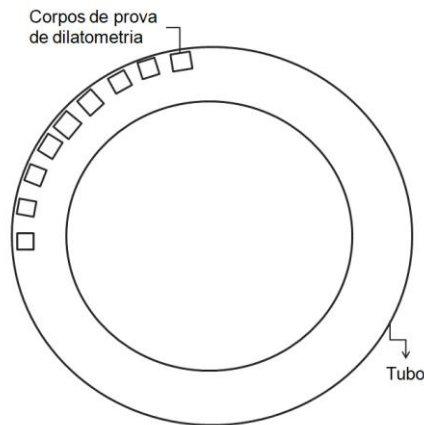


Figura 48 - Croqui das posições de retirada dos corpos de prova para dilatométrica.

### 3.5. Análise microestrutural por Microscopia Óptica (MO)

Todas as amostras simuladas na Gleeble foram avaliadas por microscopia óptica. A preparação metalográfica foi realizada seguindo as etapas de lixamento nas sequências de #100, #220, #320, #400, #500, #600 e #1200. Após lixamento, os corpos de prova foram polidos com pasta de diamante na ordem de 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ .

Para as medições do tamanho de grão, as amostras foram atacadas para revelar contorno de grão de austenita prévia com solução de 4 g de ácido pícrico, 4 g de cloreto férrico e 200 ml de água destilada. Utilizou-se também detergente comercial neutro, como agente hidrofílico. Sobre a amostra já polida, depositou-se o detergente neutro e com o auxílio de uma pinça tenaz um chumaço de algodão foi imergido na solução e pincelou-se a amostra por 3 minutos. O ataque foi interrompido por água corrente e álcool e posterior secagem. Os contornos de grão foram medidos pelo método dos interceptos, de acordo com a norma ASTM E112 [61].

Para análise da microestrutura foi utilizado o reagente químico Nital 2%.

### 3.6. Análise Microestrutural por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Todas as amostras simuladas termomecanicamente no equipamento *Gleeble Machine* foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura. Foram avaliados tamanho, formato. A composição química (por meio do EDS) não foi satisfatória uma vez que não foi possível detectar carbono e diferença de concentração de níquel entre a austenita e ferrita. Por se tratar de um grão muito pequeno, da ordem de até 1  $\mu\text{m}$ , o feixe de elétrons em formato de gota seleciona, além da austenita alguma porção da matriz e a diferença da composição química não pôde ser observada. A preparação metalográfica das amostras seguiu a mesma rotina utilizada para o MO (seção 3.2.2).

Para a detecção da austenita na microestrutura, além do lixamento e polimento utilizado para análises de microscopia óptica, as amostras foram polidas eletroliticamente com o objetivo de remover a camada superficial deformada mecanicamente durante a etapa de preparação mecânica. A solução utilizada é composta por 9% de ácido perclórico e 91% de ácido acético. O polimento eletrolítico foi realizado no equipamento Electro Met™ Polisher Etcher em uma voltagem constante de 30V por 10 minutos à 20°C. Sob a superfície polida eletroliticamente, foi utilizado o ataque picral por ser revelador característico da austenita. Diferente da superfície polida mecanicamente o ataque picral sob o polimento eletrolítico permitiu que os precipitados, possivelmente cementita e a austenita fossem distinguidos pela coloração, onde, acredita-se que os constituintes brancos são austenita enquanto que a cementita é cinza claro. Sendo assim, a quantificação da austenita foi realizada por meio de análise de imagens levando-se em consideração a diferença de cor entre as fases. Para a quantificação da austenita foram realizadas 20 imagens via MEV no aumento de 5.000x de cada temperatura de pico a fim de obter estatística dos dados. Os equipamentos de microscopia eletrônica de varredura utilizados foram o microscópio FEI modelo Inspect S50 e o TescanVega. Foi utilizado o software de análise de imagens ImageJ para quantificação e dimensionamento da austenita. As imagens foram binarizadas, ou seja, transformadas em escala de cinza e por meio da ferramenta “Threshold” foram selecionadas as partículas brancas. Com a ajuda da função “Analyse particles” os itens, fração de área, circularidade e tamanho (área) das partículas foram selecionados e as partículas brancas (austenita foram contabilizadas e caracterizadas).

### 3.7. Análise Microestrutural por Difração de Raios-X (DRX)

As oito amostras de ZTA simuladas e o metal base do aço 9%Ni tiveram seus difratogramas obtidos por difração de raios-X. As amostras foram polidas eletroliticamente a fim de que a camada superficial deformada por preparação metalográfica mecânica fosse removida. Foi utilizado o difratômetro Xpert-Pro do Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano), usando radiação de Co, de  $K\alpha$  de 1,78901Å e  $K\beta$  de 1,62083Å. O intervalo de varredura do goniômetro foi de 45° a 125°, com passo do ângulo  $2\theta$  de 0,019°, no modo escaneamento contínuo.

As frações volumétricas das fases ferrita e austenita foram obtidas por meio do refinamento de Rietveld com o auxílio do programa de análise de difratogramas, Xpert-Pro da PANalitical. Para isso, foi inserido no programa um padrão das fases que se desejava encontrar, austenita e ferrita. O refinamento de Rietveld [62] foi realizado de forma que o difratograma calculado com base na estrutura cristalina inserida se aproximasse o máximo possível do difratograma analisado.

### 3.8. Saturação magnética

A análise de saturação magnética foi utilizada a fim de verificar a fração da fase paramagnética, no caso a austenita, do aço 9%Ni. Ela foi realizada somente no metal de base visto que não foi possível obter amostras de simulação da ZTA nas dimensões específicas para este ensaio.

Uma amostra de aço 9%Ni temperada e revenida foi temperada em nitrogênio líquido a partir de 800°C a fim de se obter uma amostra de referência, 100% ferrítica (magnética). O ensaio foi então realizado com a amostra temperada e com o metal de base. A diferença de magnetismo entre estas amostras correspondeu à fração de austenita no metal de base. O ensaio foi realizado no magnetômetro de amostra vibrante do laboratório de ensaios não destrutivos, corrosão e soldagem da UFRJ, LNDC da marca Bruker's TRACER III-SD. Foi utilizado amostras de 3 mm de diâmetro e 1,5 mm de altura, para diminuir o efeito de borda. O ensaio obteve duração de 12 minutos e o momento magnético máximo obtido, correspondendo à condição 100% magnética, foi de 218,14 emu/g.

Após o ensaio, o software do equipamento forneceu a magnetização de saturação ( $M_s$ ) de cada uma das amostras mas o seu valor também calculado por meio do gráfico

$m_s/kg$  x campo aplicado, onde ele é identificado pela projeção do patamar superior da curva no eixo y.

A fração de fase paramagnética ( $f_{PARA}$ ) foi calculada por meio das Equações 1 e 2 descritas a seguir, onde, com base no valor de saturação máxima a diferença entre o valor da magnetização da amostra em análise ( $m_s$ ) para a magnetização de saturação intrínseca da fase ferromagnética ( $m_{s0}$ ) corresponde à fração da fase paramagnética (neste caso a austenita).

$$f_{FERROM} = m_s/m_{s0} \quad \text{Equação 1}$$

$$f_{PARA} = 1 - f_{FERROM} \quad \text{Equação 2}$$

Sendo que:

$m_s$ = magnetização da amostra a ser analisada

$m_{s0}$ = magnetização correspondente à 100% da fase ferromagnética

$f_{PARA}$ = fração de fase paramagnética

$f_{FERROM}$ = fração de fase ferromagnética na amostra de análise

### 3.9. Análise microestrutural por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

As análises no MET foram conduzidas nos CPs que foram submetidos à temperatura de pico de 600°C, 700°C e 1.370°C a fim de analisar a presença da cementita, austenita e das ripas de martensita.

A preparação das amostras foi realizada segundo a técnica de folhas finas. Cada amostra simulada termomecanicamente foi usinada na sua área útil em um torno mecânico até atingir o diâmetro de 3 mm. Três discos de aproximadamente 0,5 mm foram seccionados com disco de corte fino, Isomet®, e sua espessura foi reduzida à 100  $\mu m$  na sequência de lixas de 300#, 600# e 1200#. O acabamento final foi realizado no pano de polimento de 1  $\mu m$ . Por fim foi realizado um furo com ataque eletrolítico, no equipamento Tenupol® utilizando a solução de 9% de ácido perclórico e 91% de ácido acético. Os parâmetros utilizados para a realização do furo foram: voltagem de 20,5 V, luz e fluxo de 40 e temperatura de 15°C.

As microestruturas das amostras de condição de simulação de ciclo térmico de soldagem foram observadas no microscópio de transmissão modelo FEI TECNAI T20



de 200Kv. Devido ao pequeno tamanho dos precipitados de cementita e da austenita, o padrão de difração foi obtido com o menor tamanho de diafragma possível para garantir abrangência somente na fase ou precipitado, ou seja, para evitar padrões de difração policristalinos contendo vários grãos e ou precipitados e assim facilitar a análise.

Para análise dos padrões de difração foi utilizado o software cristalográfico Carine, onde a partir das medições de duas distâncias interplanares e o ângulo entre elas foi possível indexar a austenita, cementita e ferrita. Para a análise, os parâmetros de rede utilizados para ferrita (CCC) e austenita (CFC) foram obtidos por meio dos difratogramas do ensaio de difração de raios-X, 2,86Å e 3,58Å respectivamente. Os parâmetros de rede da cementita (ortorrômbica) foram obtidos na literatura,  $a=5,05 \text{ \AA}$ ,  $b=6,76 \text{ \AA}$  e  $c=4,53 \text{ \AA}$ .

### 3.10. Ensaio de Dureza

A fim de se obter uma propriedade característica do material, foram realizadas dez medições de dureza Vickers com a carga de 10 kgf (HV10) no durômetro Cote de bancada, segundo a norma ASTM E92 [63] em cada corpo de prova simulado termicamente e no metal base.

## 4. RESULTADOS

Este tópicos apresentará os resultados obtidos da caracterização microestrutural da ZTA do aço 9%Ni referente a um passe de solda por microscopia óptica, eletrônica de varredura e transmissão, difração de raios-X, dilatometria e dureza. A saturação magnética também foi utilizada como um método complementar para confirmar a fração de fase paramagnética no metal de base.

### 4.1. Simulação computacional

A Figura 49 apresenta o aspecto final do resultado da simulação, vista perpendicularmente à solda, exibindo os campos de temperatura (mapa de cores) máxima (pico) alcançado em cada nó da malha na região próxima ao cordão de solda. Foi observado o bom ajuste entre a linha de fusão advinda da macrografia e a isoterma de fusão (1.490°C) resultante da simulação. Além disso, indicam-se com setas os nós que representam as temperaturas de interesse e de onde foram extraídos os ciclos térmicos para simulação física no sistema Gleeble®.

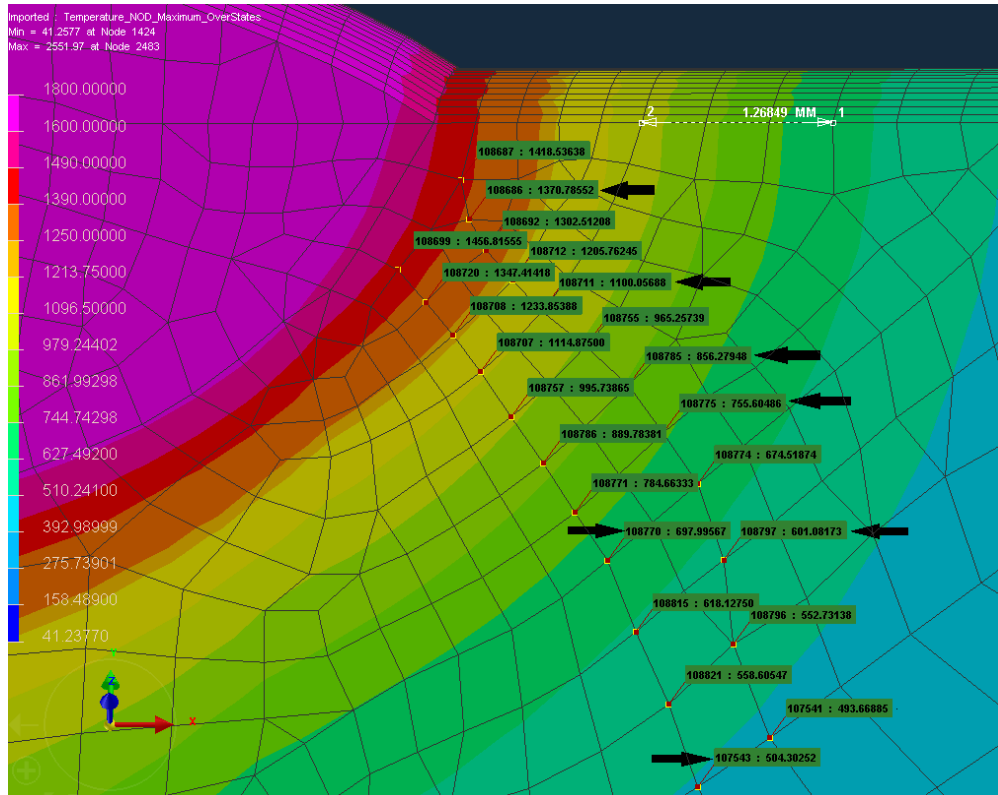


Figura 49 - Figura esquemática das regiões da ZTA obtidas na simulação computacional. As setas indicam as temperaturas de pico de interesse, onde foram extraídos o seu respectivo ciclo térmico.

Observa-se que à medida que se afasta da linha de fusão a temperatura de pico diminuiu. A Tabela 8 apresenta a distância de cada uma das oito temperaturas de pico em estudo em relação à linha de fusão.

Tabela 8 - Distâncias dos ciclos térmicos de soldagem da linha de fusão da solda.

Temperatura de pico [°C]	1.370	1.100	850	750	700	650	600	500
Distância da linha de fusão [mm]	0,21	0,91	1,67	2,06	2,42	2,59	2,88	3,39

A Figura 50 apresenta o perfil dos ciclos térmicos extraídos dos nós da malha da simulação computacional. Observa-se na Figura 49 que as linhas em que os ciclos térmicos foram retirados não constavam a temperatura de pico de 650°C. Desta forma, esta temperatura de pico foi retirada de um perfil de gradiente de temperaturas em uma região mais afastada e por isto apresentou uma defasagem de tempo em relação aos demais, mantendo o perfil do ciclo térmico, o que não comprometeu a análise.

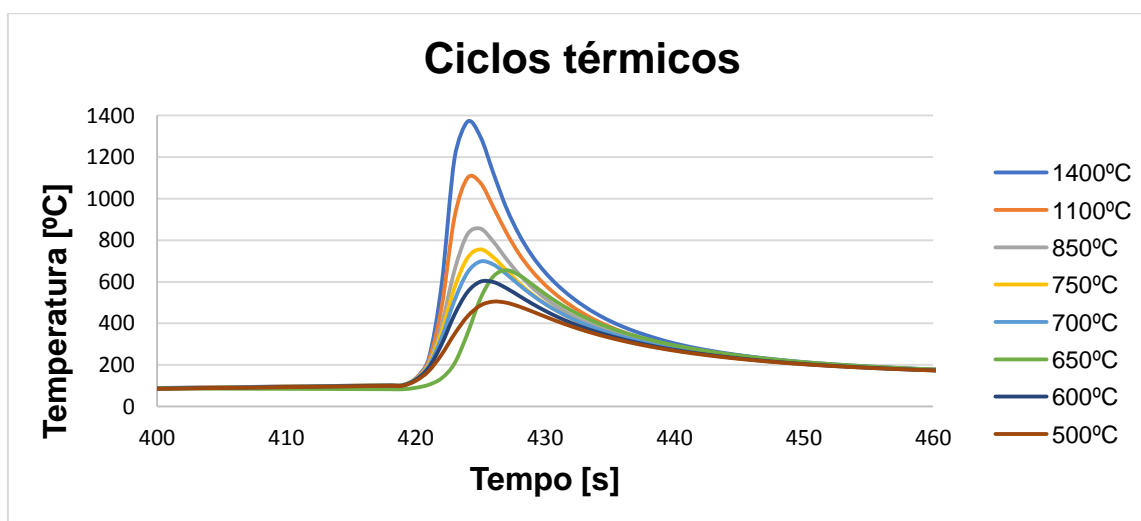


Figura 50 - Ciclos térmicos obtidos por simulação computacional referente às temperaturas de pico de 1.370°C, 1.100°C, 850°C, 750°C, 700°C, 650°C, 600°C e 500°C.

A Tabela 9 apresenta as características dos ciclos térmicos de soldagem apresentados na Figura 50.

Tabela 9 – Ciclos térmicos de soldagem (taxa de aquecimento, temperatura de pico,  $T_p$ , tempo na temperatura de pico,  $t_p$ , e taxa de resfriamento) extraídas da simulação computacional.

Parâmetros dos ciclos térmicos de soldagem	Amostra							
Temperatura de pico, $T_p$ [°C]	1.370	1.100	850	750	700	650	600	500
Taxa de aquecimento, [°C/s]	632	443	192	93	72	75	60	43
Taxa de resfriamento [°C/s]	69	70	59	52	41	39	28	20
Tempo na temperatura de pico, $t_p$ [s]	0,3	0,4	0,8	0,7	0,9	0,9	1,5	1,9

#### 4.2. Dilatometria

As curvas de dilatometria foram levantadas para as amostras de simulação da ZTA com o intuito de compreender as principais transformações de fase que ocorrem em cada temperatura de pico. Como o metal de base do aço 9%Ni na condição temperado e revenido já possui alguma austenita à temperatura ambiente, a temperatura  $Ac_1$  calculada não representa o início de formação da austenita, e, portanto não é verdadeira, conforme já reportado por Barrick e colaboradores [64]. Na curva de dilatometria, a contração observada durante o aquecimento ocorre devido a transformação da estrutura de menor fator de empacotamento, ferrita CCC, para a de maior fator de empacotamento, austenita CFC. Durante o resfriamento há indícios de formação de ferrita e bainita, referente aos picos identificados anteriormente aos picos de reversão da austenita em martensita, que ocorre por expansão volumétrica. As temperaturas de transformação de fases foram detectadas ao observar a mudança de inflexão nas curvas referentes ao aquecimento e ao resfriamento.

A Figura 51 apresenta as curvas de dilatometria das condições de ciclo térmico nas temperaturas de pico de 500°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 850°C, 1.100°C e 1.370°C. As temperaturas críticas assinaladas representam a média referente aos resultados das duas curvas de dilatometria realizadas para cada temperatura de pico. Nota-se também que as temperaturas de fim de formação das ferrita bainítica/bainita não foram apontadas devido ao fenômeno de incompleta transformação da bainita conforme reportado por Tsuzaki e colaboradores [65]. Eles perceberam que o crescimento da bainita ocorre difusionalmente e quando a fração de níquel é maior que 9% a sua cinética de formação diminuiu ainda mais pois a Bi tende a ocorrer em temperaturas mais baixas. Além do mais, uma vez que a temperatura para formação da

bainita está acima da temperatura  $M_f$ , o número de sítios para completar a transformação por cisalhamento não é suficiente e desta forma eles sugerem que a temperatura  $B_f$  corresponde à temperatura  $M_f$  para uma liga binária Fe-M.

As temperaturas de pico de 500°C, 600°C não atingiram  $A_{c1}$ , como se pode observar na Figura 51 (a) e (b). A curva de dilatométrica da  $T_p$  de 700°C bem como a sua derivada primeira no aquecimento e resfriamento, onde as temperaturas de transformação  $A_{c1}$ ,  $A_{c3}$ ,  $M_i$  e  $M_f$  foram determinadas, estão presentes na Figura 51 (d). Observa-se que ela se situa na região intercrítica, ou seja, atingiu  $A_{c1}$ , porém não completou  $A_{c3}$ , portanto experimentou austenitização parcial. A expansão volumétrica apresentada no resfriamento aponta a transformação martensítica, oriunda da fração austenitizada.

A dilatométrica dos ciclos térmicos nas temperaturas de pico de 750°C, 850°C, 1.100°C e 1.370°C e as curvas das derivadas utilizadas para determinar as temperaturas de transformações de fases ( $A_{c1}$ ,  $A_{c3}$ ,  $M_i$ ,  $M_f$ , e  $B_i$ ) estão presentes nas Figura 51 (e), (f), (g) e (h).

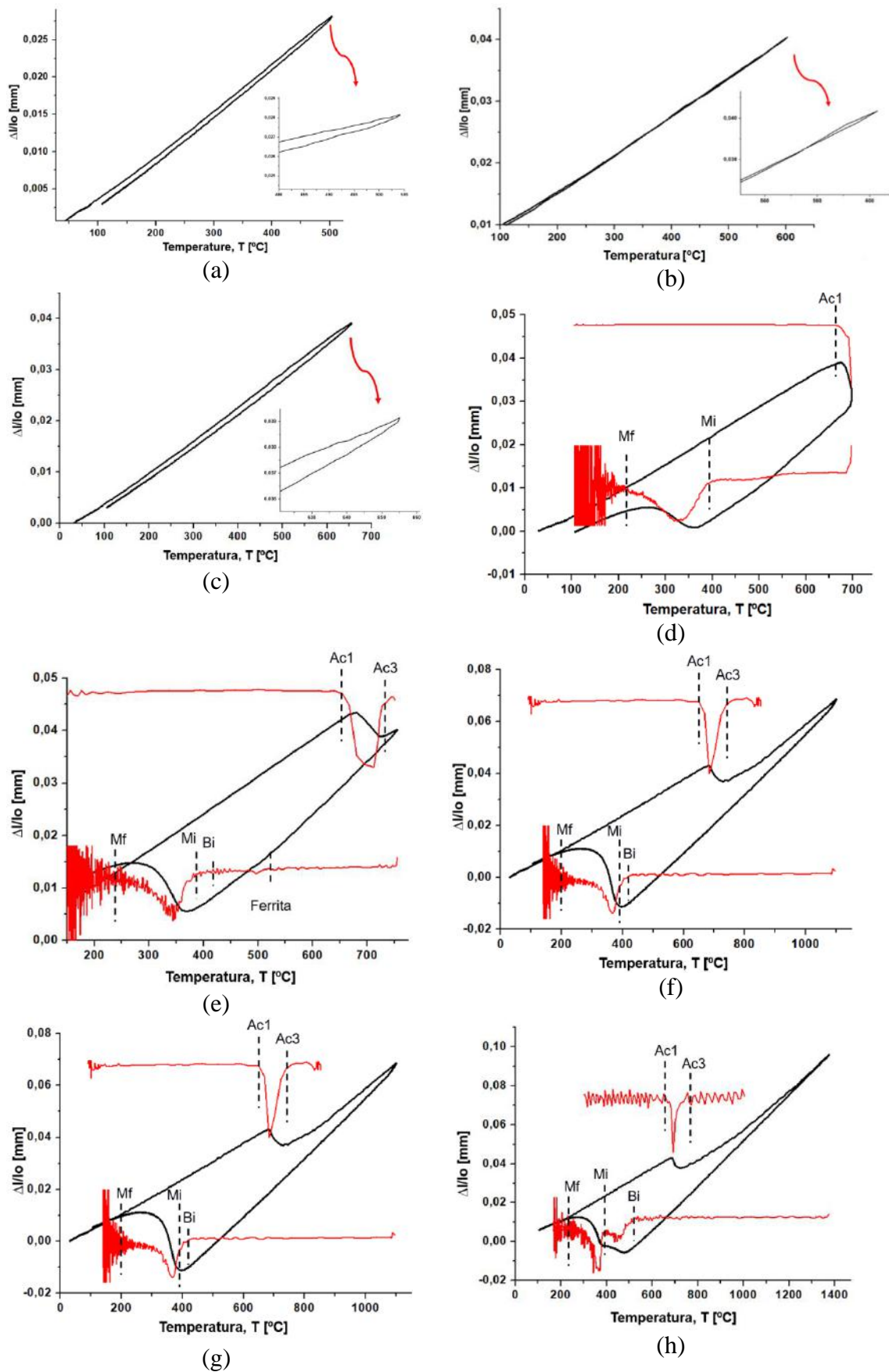


Figura 51 – Curvas de dilatomia do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à  $T_p$  de (a)  $500^\circ\text{C}$ , (b)  $600^\circ\text{C}$ , (c)  $650^\circ\text{C}$  e (d)  $700^\circ\text{C}$ . (e)  $750^\circ\text{C}$ , (f)  $850^\circ\text{C}$ , (g)  $1100^\circ\text{C}$  e (h)  $1370^\circ\text{C}$ .

A Tabela 10 apresenta as temperaturas de transformações de fase para cada condição simulação da ZTA identificadas nas curvas de dilatométrica apresentadas na Figura 51. As temperaturas de pico de 500°C e 600°C não estão presentes pois não atingiram  $Ac_1$ . As temperaturas  $Ac_1$  e  $Ac_3$  apresentaram aumento com o aumento da taxa de aquecimento enquanto  $M_i$  e  $B_i$  tenderam a diminuir.

Tabela 10 - Temperaturas  $Ac_1$ ,  $Ac_3$ ,  $M_i$ ,  $M_f$  e  $B_i$  determinadas por ensaios de dilatométrica no aço 9%Ni temperado e revenido adotando as condições de ciclos térmicos apresentados na Tabela 9.

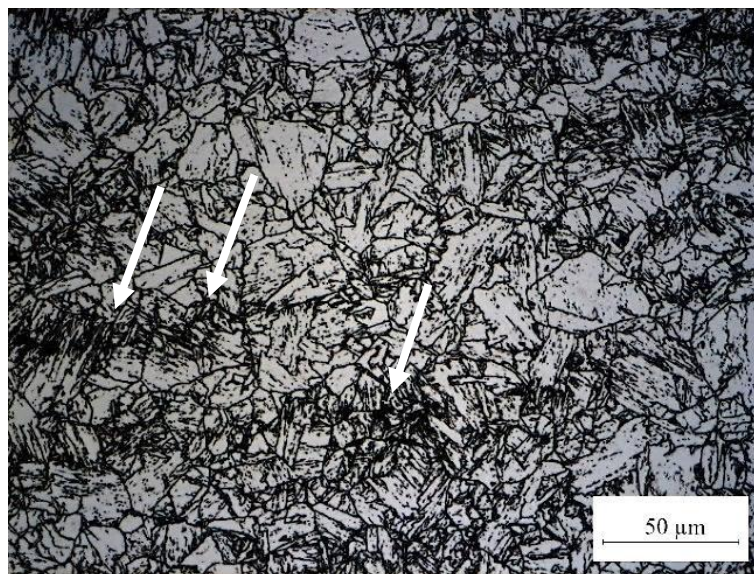
Tp [°C]	Temperatura [°C]				
	$Ac_1$	$Ac_3$	$M_i$	$M_f$	$B_i$
1.370	676	764	391	230	530
1.100	673	752	390	210	434
850	648	757	385	207	487
750	647	739	376	222	396
700	632	—	390	210	—
650	626	—	—	—	—

#### 4.3. Caracterização microestrutural via MO e MEV

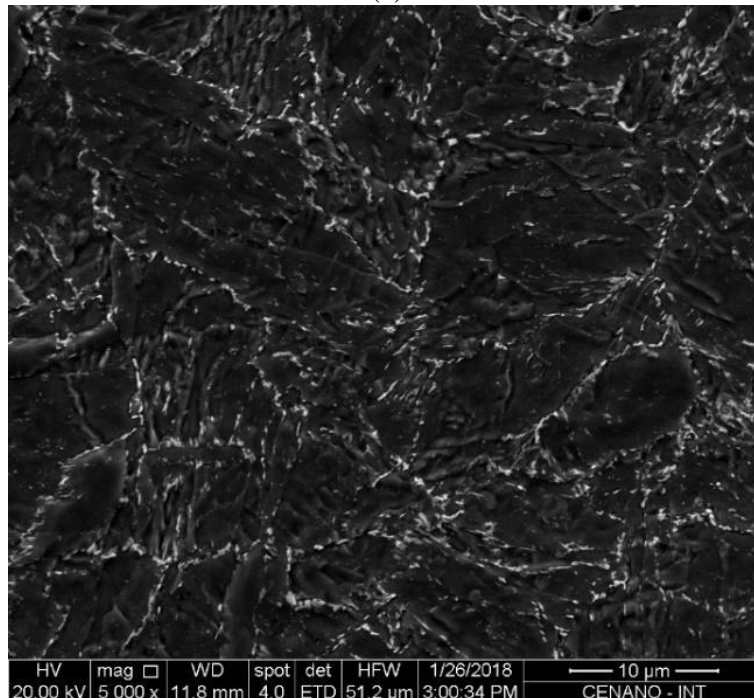
As análises microestruturais apresentadas nesta secção serão complementadas e justificadas nesta secção e uma discussão mais detalhada envolvendo as demais técnicas de caracterização utilizadas neste trabalho será realizada posteriormente.

A Figura 52 (a) e (b) apresenta a microestrutura do metal de base do aço 9%Ni via microscopia óptica e eletrônica de varredura, respectivamente. Conforme reportado na literatura, ela é composta por uma matriz ferrítica ( $\alpha$ ), precipitados de cementita ( $Fe_3C$ ) e austenita reversa ( $\gamma_{rev}$ ). Presume-se que as fases pretas presentes nos contornos e no interior dos grãos de austenita prévia, vistos por microscopia óptica (MO), sejam provavelmente constituídos pela austenita e precipitados de cementita. É possível observar forte presença de bandas de segregação (apontada pela seta, podem ter sido originadas durante o processo de laminação dos tubos). Já sob microscopia eletrônica de varredura (MEV) a matriz ferrítica é cinza escuro, e a cementita e austenita são constituídos pelas frações cinza claras. Desta forma estima-se que estes precipitados pretos no MO correspondam aos cinza clara observados via MEV, que por sua vez correspondem à austenita e cementita e nenhum dos dois métodos, nestas condições de

preparação metalográfica permitiram a diferenciação entre austenita e cementita. O tamanho de grão do metal de base foi avaliado em 7,9  $\mu\text{m}$ . A Figura 53 apresenta o aspecto final da microestrutura atacada com o reagente para relevar grão de austenita prévia. É possível perceber que os contornos de grão são facilmente identificados para medição, que no caso deste trabalho utilizou o método dos interceptos.



(a)



(b)

Figura 52 - Microestrutura do aço 9%Ni temperado e revenido (a) MO e (b) MEV. Ataque Nital 2%.



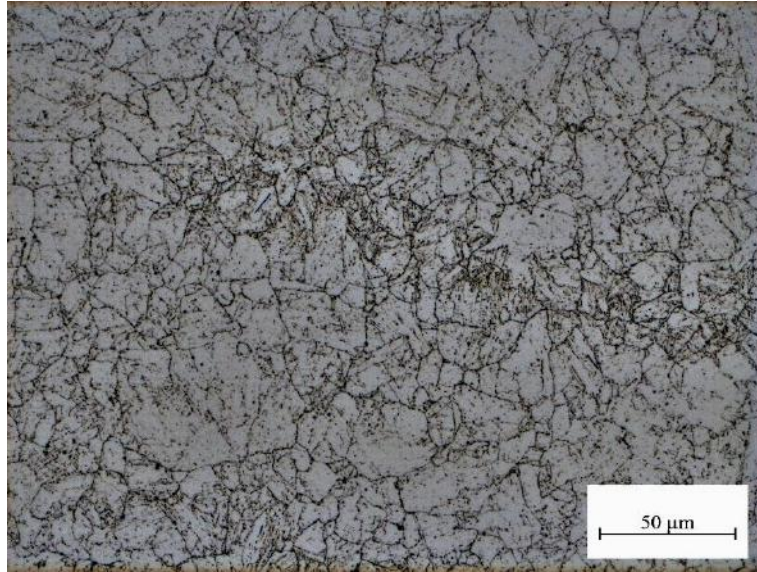
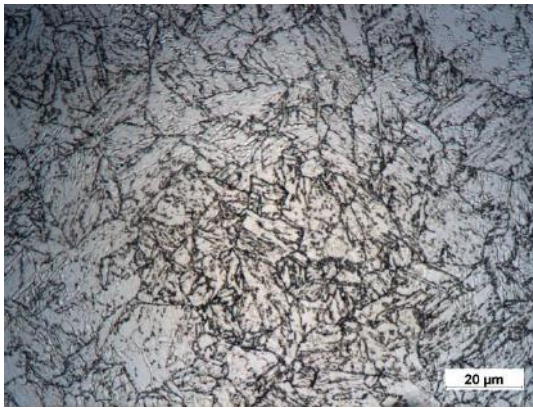
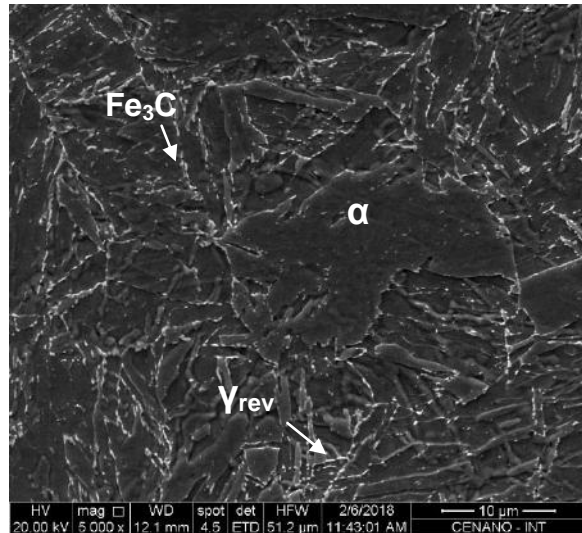


Figura 53 - Contornos de grão de austenita prévia do aço 9%Ni temperado e revenido. Reagente para revelar contorno de grão de austenita prévia.

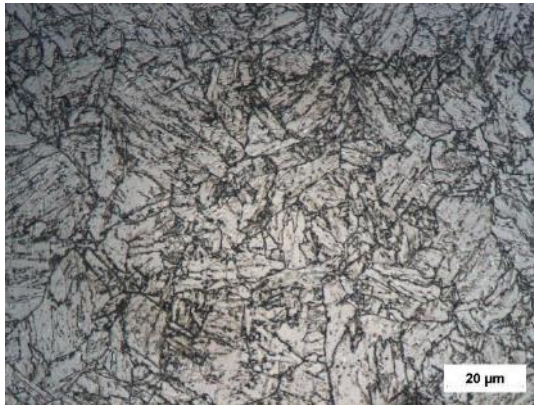
As microestruturas das amostras de simulação física da ZTA das oito temperaturas de pico também foram obtidas por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), reveladas com nital 2%, e estão apresentadas nas figuras a seguir. Devido ao pequeno tamanho de grão do aço 9%Ni, a microestrutura obtida com aumentos menores do que 1.000X em microscopia óptica não foram suficientes para detecção das fases presentes na microestrutura e desta forma não foram considerados na análise. Observa-se na Figura 54 que a microestrutura do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclos térmicos de soldagem em temperaturas de pico de 500, 600 e 650°C não obtiveram mudanças microestruturais significativas em relação ao metal de base. Em ambos a microestrutura é constituída por ferrita, precipitados de cementita e austenita. O tamanho médio dos grãos destas amostras simuladas permaneceu no intervalo entre 5,7-6,8 μm, próximo aos valores encontrados para o metal de base, como pode ser visto na Tabela 11.



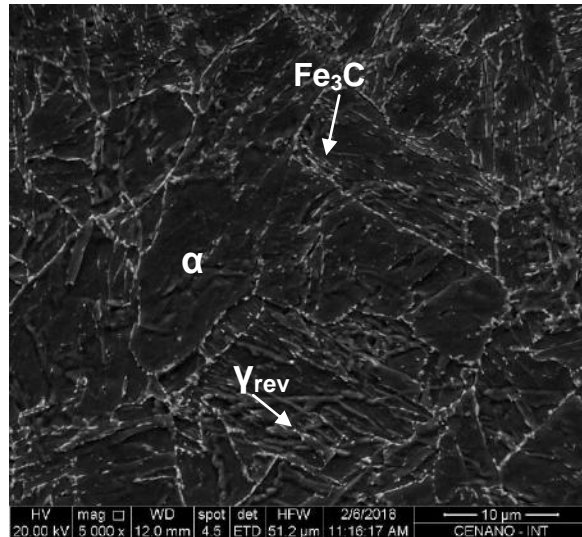
(a) - Tp de 500°C. MO-1.000x.



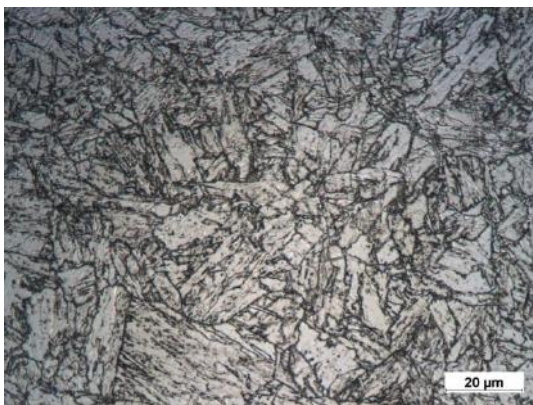
(b) - Tp de 500°C. MEV-5000X.



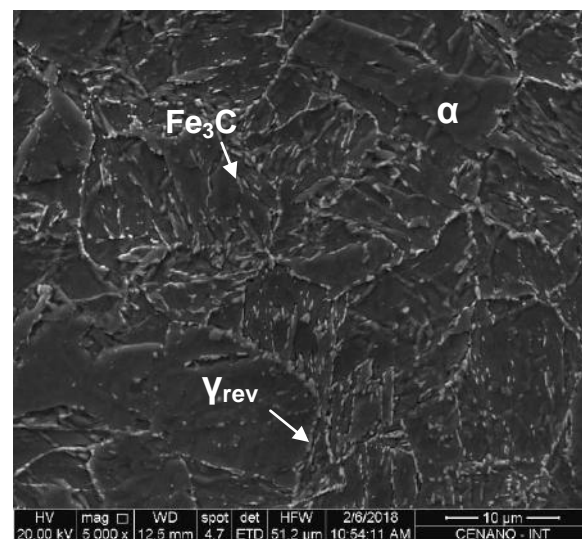
(c) - Tp de 600°C. MO-1000X.



(d) - Tp de 600°C. MEV-5000X.



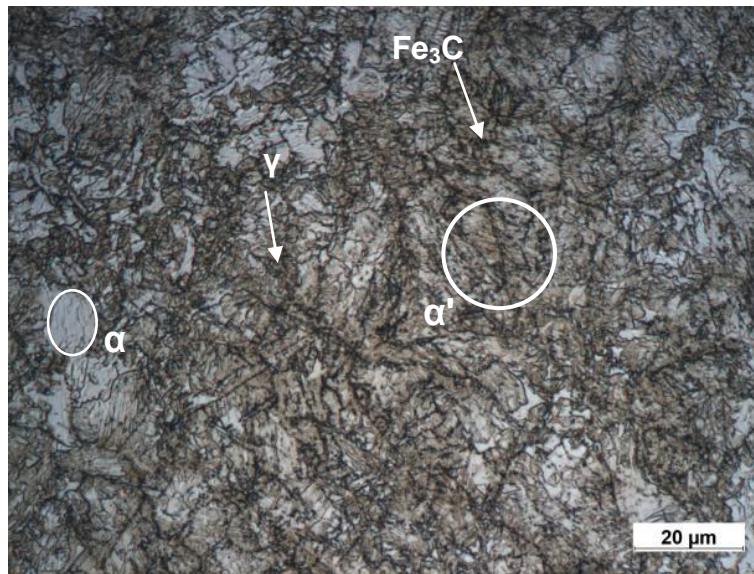
(e) - Tp de 650°C. MO- 1000X.



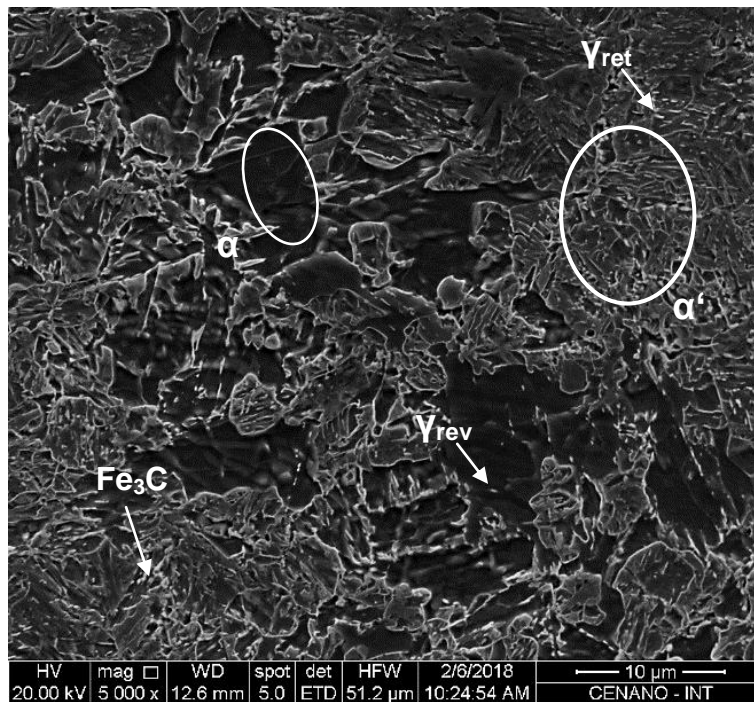
(f) - Tp de 650°C. MEV-5000X.

Figura 54 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 500°C(a) MO e (b) MEV, 600°C(c)MO (d) MEV e 650°C (e) MO e (f) MEV.

A Figura 55 (a) e (b) apresenta a microestrutura da amostra submetida à  $T_p$  de 700°C em microscopia óptica e eletrônica de varredura, respectivamente. A microestrutura nesta condição é formada por martensita ( $\alpha'$ ), ferrita, austenita e possivelmente alguma cementita que não tenha tido tempo de solubilizar completamente. Presume-se que na microestrutura observada por microscopia óptica (Figura 55-a) os grãos brancos correspondam à ferrita, os marrons claro à martensita e os pontos pretos à austenita e cementita. Por microscopia eletrônica de varredura (Figura 55-b) é possível identificar claramente as ripas, características da martensita, a ferrita, escura e possui aspecto liso (como no metal de base) e as partículas de austenita e cementita que como já mencionado anteriormente são provavelmente as cinza claras. O tamanho de grãos desta condição foi avaliado em  $5,6 \pm 1 \mu\text{m}$ .



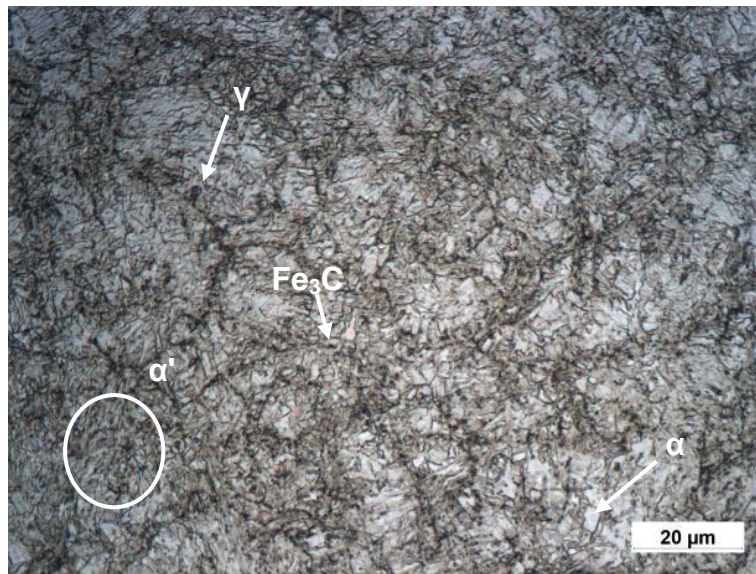
(a)



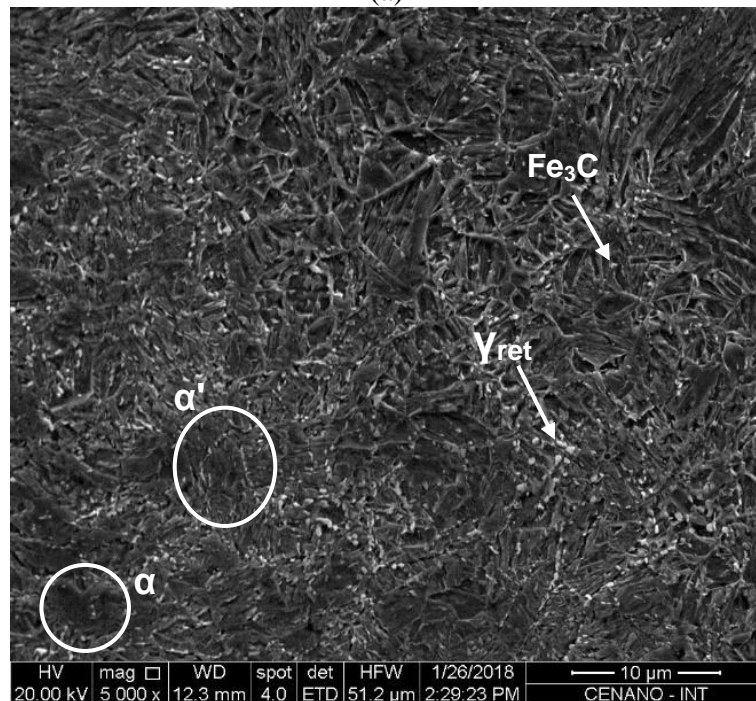
(b)

Figura 55 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de temperatura de pico de 700°C(a) MO e (b) MEV.

A microestrutura da amostra submetida à temperatura de pico de 750°C em MO e MEV estão presentes na Figura 56. Observa-se que a microestrutura é completamente martensítica. Presume-se a presença de alguma ferrita, austenita e cementita conforme identificação. O tamanho médio de grãos foi avaliado em 5,5  $\mu\text{m}$ .



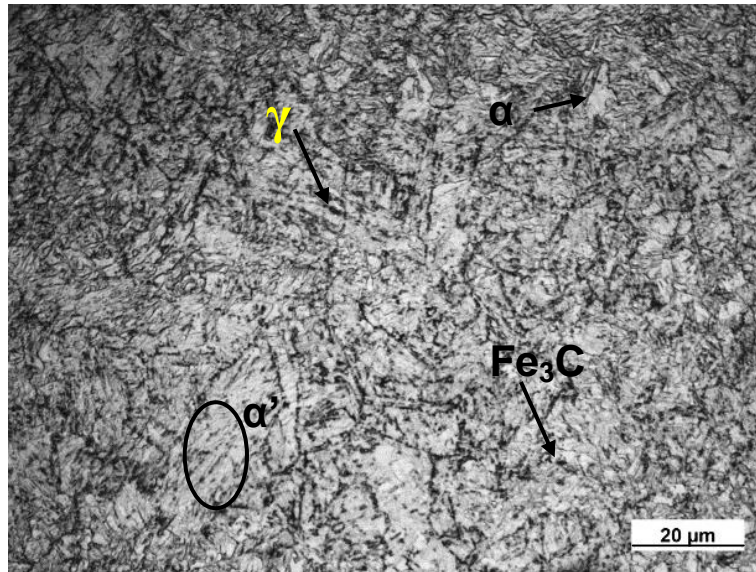
(a)



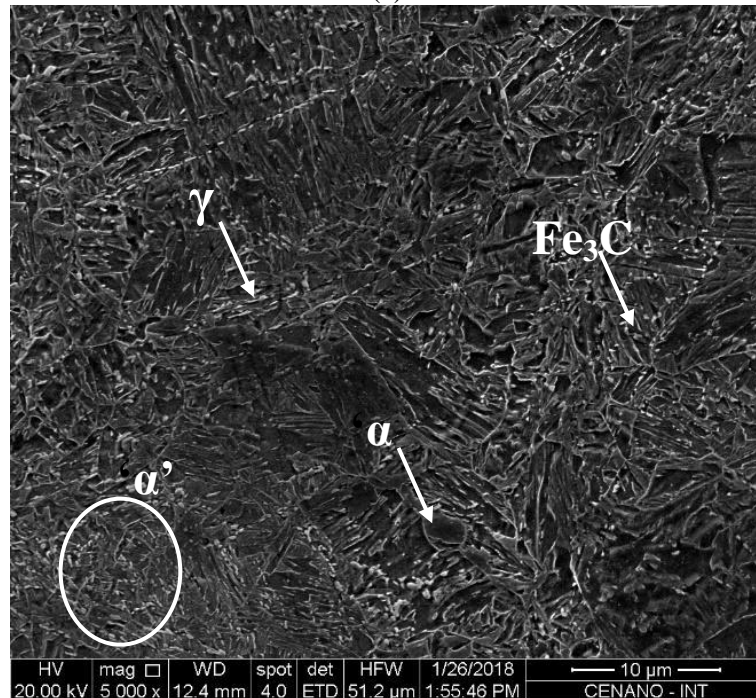
(b)

Figura 56 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 750°C(a) MO e (b) MEV.

A microestrutura da amostra submetida à Tp de 850°C, também é composta majoritariamente por martensita e alguma ferrita pode ser identificada. Observa-se também a possível presença de austenita e cementita. A Figura 57 (a) e (b) apresentam a sua microestrutura obtida por microscopia óptica e eletrônica de varredura, respectivamente. Assim como já exposto para as condições anteriores, a martensita, ferrita, austenita e possível cementita foram identificados. A amostra de Tp de 850°C apresentou tamanho de grão de  $7,4 \pm 1 \mu\text{m}$ .



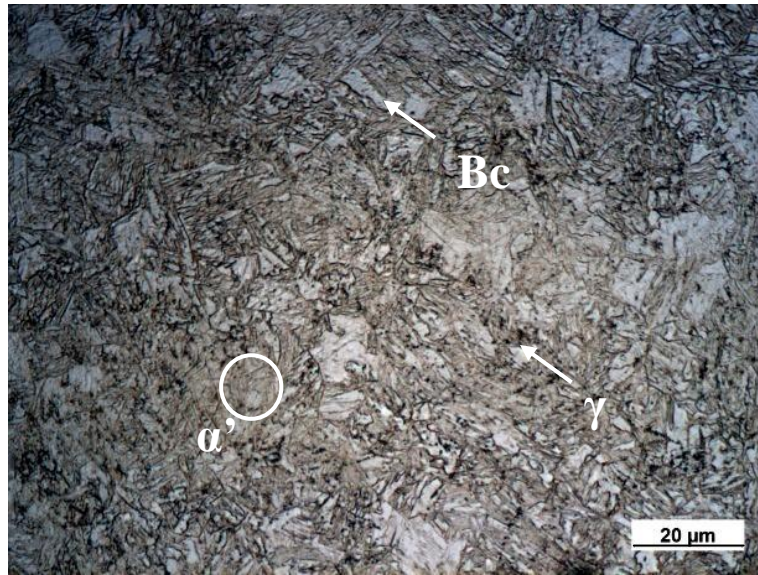
(a)



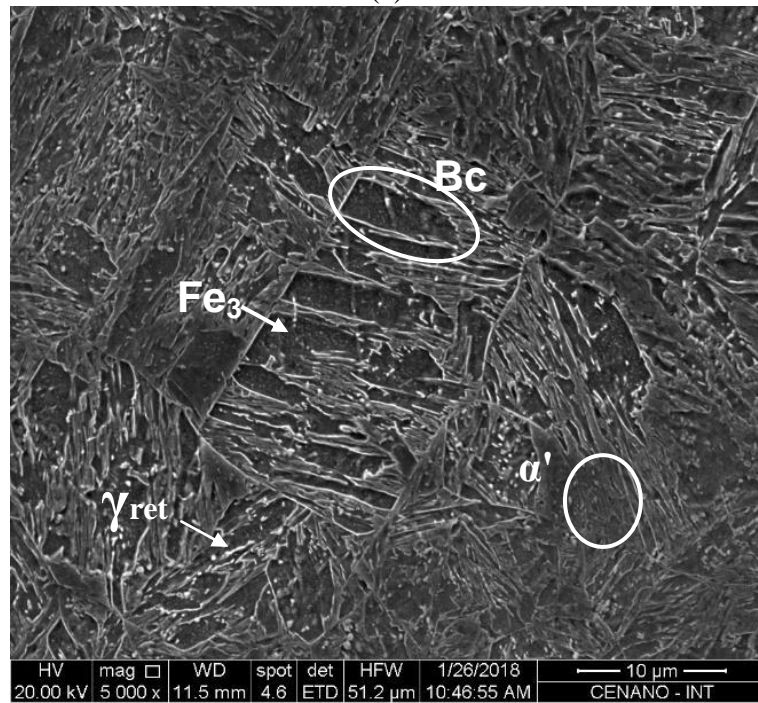
(b)

Figura 57 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 850°C(a) MO e (b) MEV.

A microestrutura da amostra submetida à  $T_p$  de 1.100°C e 1.370°C, como pode ser observada na Figura 58 e Figura 59, é composta por martensita e bainita coalescida (Bc). Diferente da  $T_p$  de 1.370°C, a  $T_p$  de 1.100°C possui frações cinza claras, evidência de austenita retida após o ciclo térmico. O tamanho de grão atingido na  $T_p$  de 1.100°C e de 1.370°C foram  $15 \pm 2$  e  $68 \pm 9$   $\mu\text{m}$ , respectivamente.



(a)

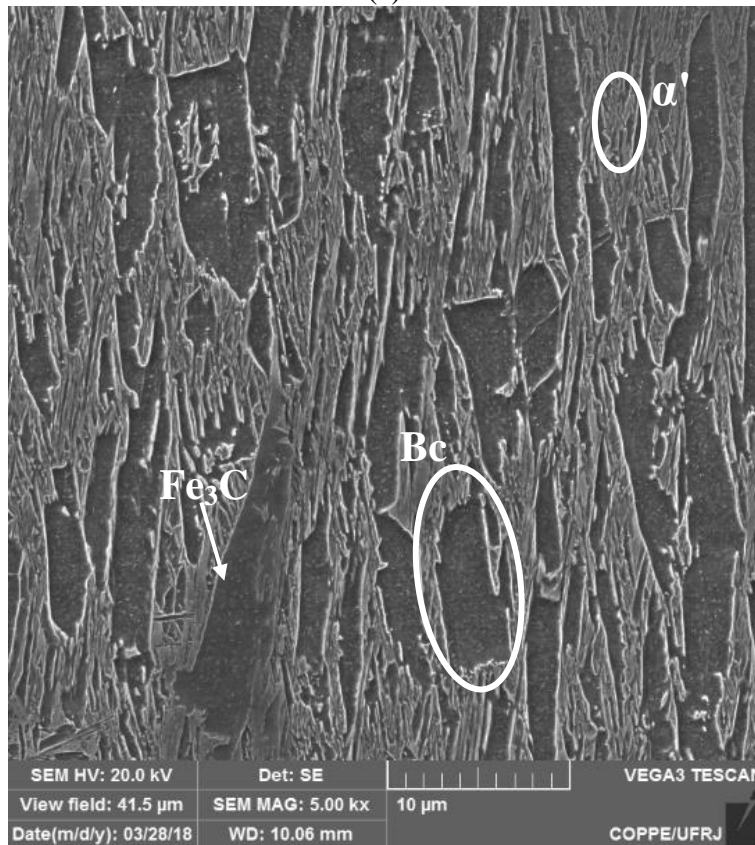


(b)

Figura 58 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 1100°C(a) MO e (b) MEV.



(a)



(b)

Figura 59 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 1370°C (a)MO e (b) MEV.

O tamanho de grão das amostras de simulação da ZTA do aço 9%Ni temperado e revenido estão resumidos na Tabela 11.



Tabela 11 - Tamanho de grão das amostras de ZTA de aço 9%Ni simuladas fisicamente.

Temperatura de pico [°C]	1370	1100	850	750	700	650	600	500	MB
Tamanho de grão [μm]	68±9	15±2	7,4±1	5,5±1	5,6±1	6,8±0,5	6,3±0,5	5,7±0,5	7,9±0,5

#### 4.4. Difração de raios-X e Saturação magnética

As oito amostras de simulação da ZTA e o metal de base do aço 9%Ni tiveram seus difratogramas obtidos por difração de raios-X conforme ilustra a Figura 60. Todas as amostras apresentaram picos de austenita com exceção das temperaturas de pico de 1100 e 1370 C.

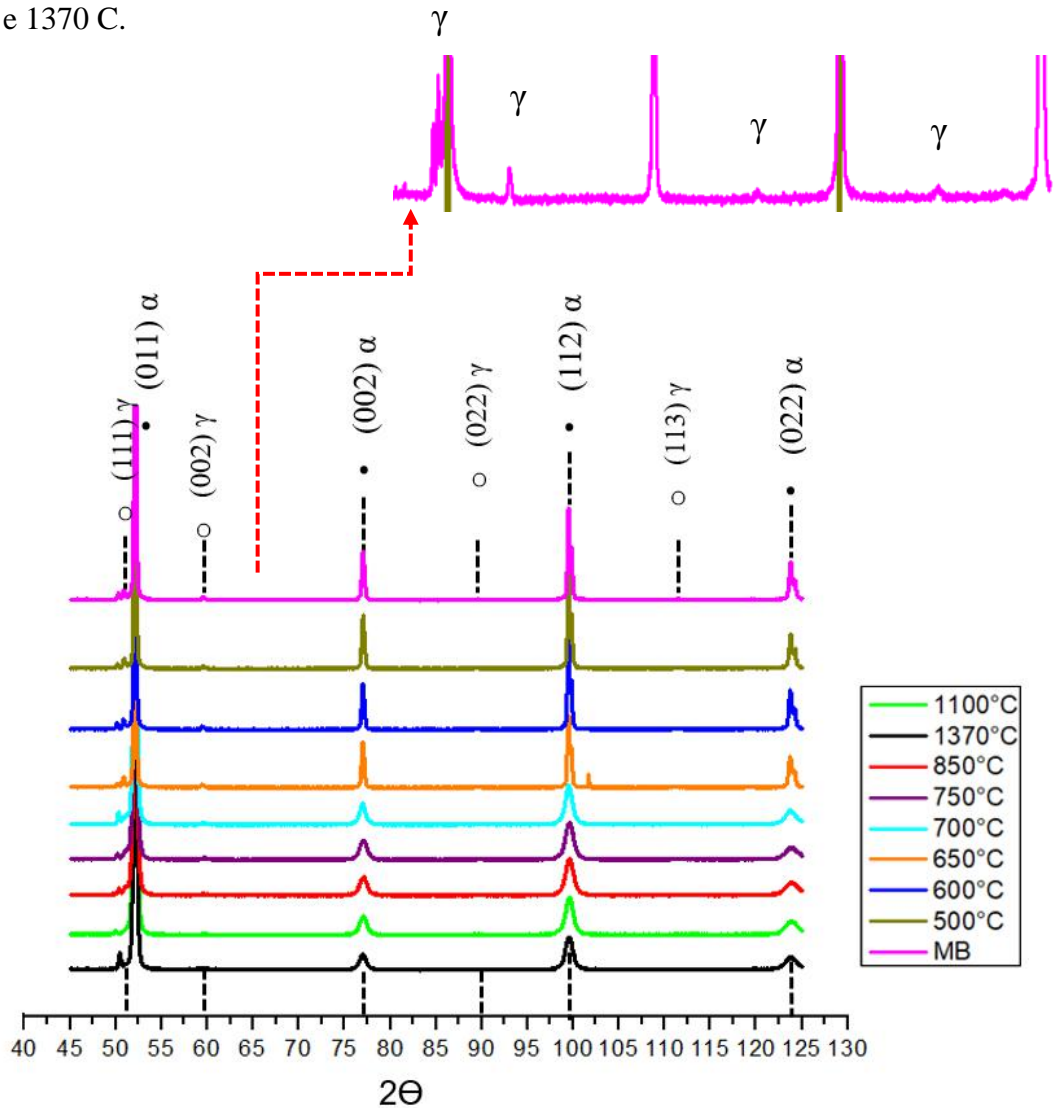


Figura 60 - Difratograma das amostras de simulação da ZTA e do metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido.

A quantificação da austenita foi realizada pelo método de Rietveld, onde as fases previstas foram indexadas aos difratogramas reais utilizando o ajuste da curva pseudo-voigt. A Figura 61 e a Figura 62 apresentam os difratogramas do metal de base e das oito amostra de simulação respectivamente com os resultados das frações de fase da austenita e ferrita calculada por Rietveld.

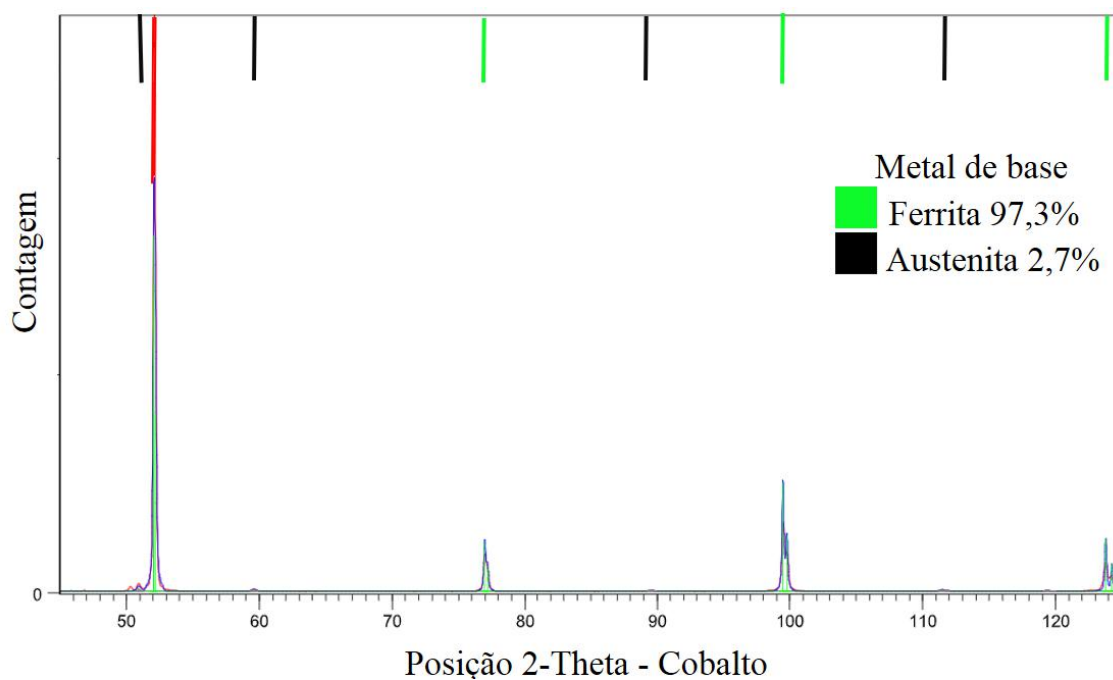


Figura 61 - Difratograma obtido por DRX com o ajuste da curva do metal de base por Rietveld.

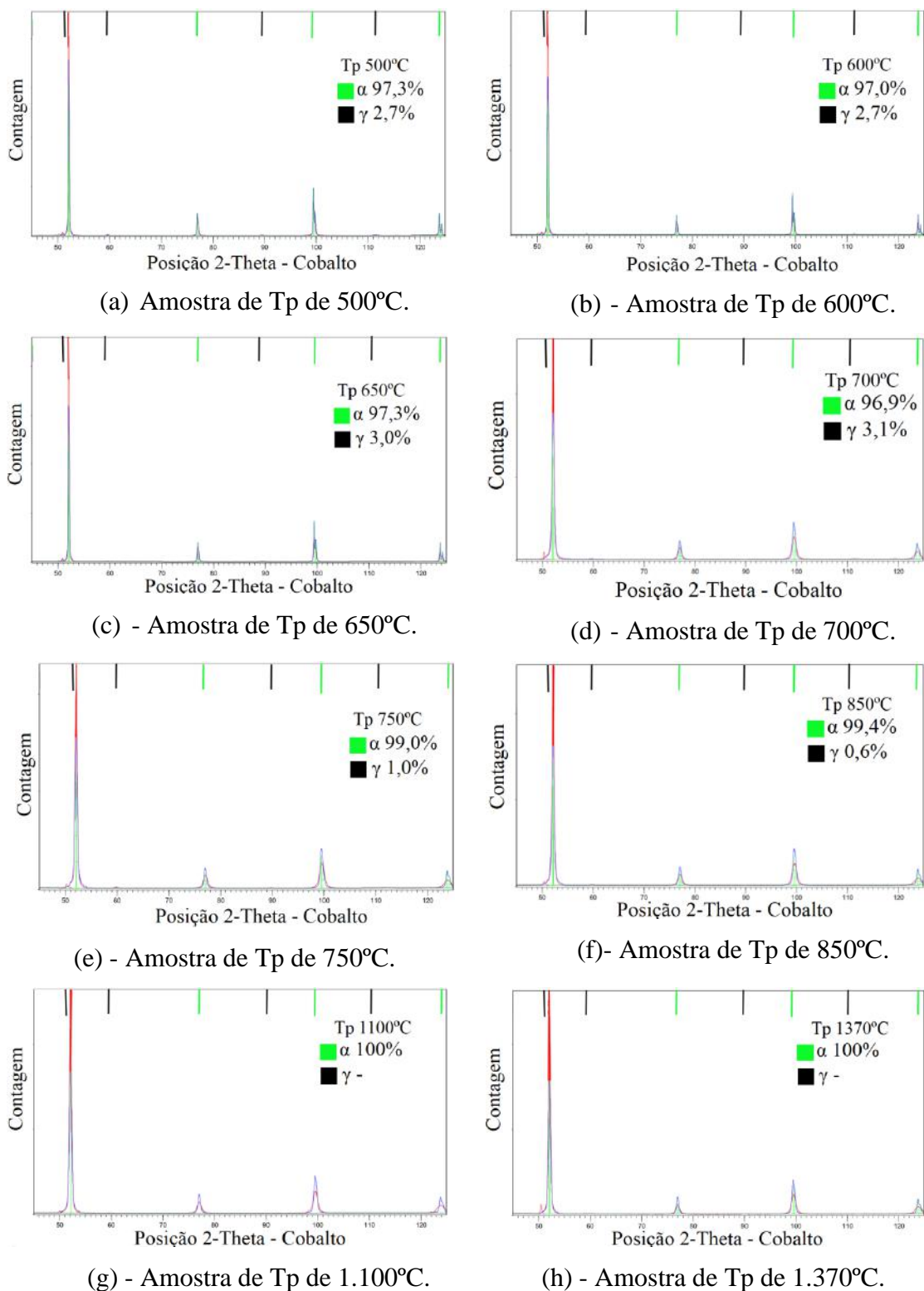


Figura 62 - Difratogramas obtidos por DRX com o ajuste das curvas por Rietveld das amostras de Tps a) 500°C, (b) 600°C, (c) 650°C, (d) 700°C, (e) 750°C, (f) 850°C, (g) 1.100°C, (h) 1.370°C.

A Tabela 12 apresenta o resumo dos valores de austenita medidos por DRX. O parâmetro de rede da ferrita calculado foi de 2,866 Å e da austenita de 3,58 Å.

Tabela 12 - Fração de austenita medida por DRX nas amostras de ZTA simuladas e no metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido.

Temperatura de pico [°C]	1370	1100	850	750	700	650	600	500	MB
% Austenita	0	0	0,6± 0,5	1,0± 0,5	3,1± 0,5	3,0± 0,5	2,7 ±0,5	2,7 ±0,5	2,7 ±0,5

A Figura 63 apresenta um gráfico de fração de austenita versus temperatura de pico em que a amostra de aço 9%Ni foi submetida. Pode-se perceber claramente que a fração de austenita começa a aumentar em 650°C, atinge um máximo em 700°C e cai drasticamente nas demais temperaturas, o que corrobora os estudos anteriores [2,9,10,27].

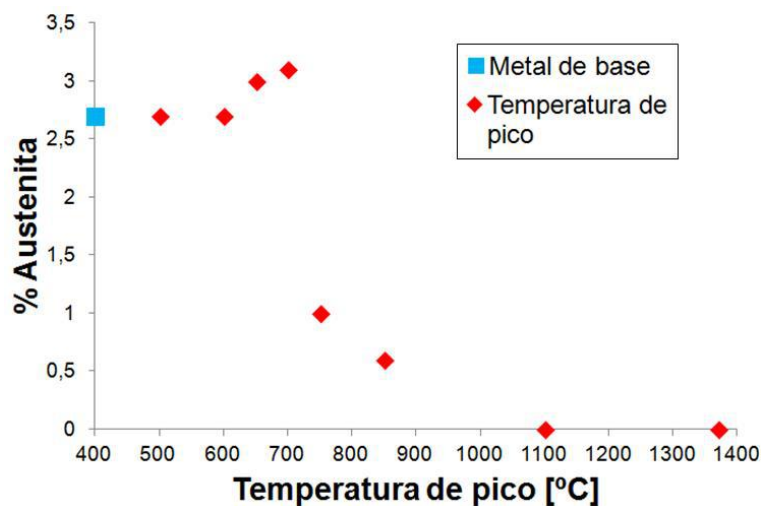


Figura 63 - Relação entre a fração de austenita com a temperatura de pico.

Ensaio de saturação magnética foram conduzidos no metal de base. A magnetização de saturação da amostra de aço 9%Ni temperada em nitrogênio líquido (100% ferrítica) foi de 218,14 emu/g e a do metal de base foi de 211,46 emu/g, portanto, a fração de austenita foi de 3,06%, o que corroborou com a quantidade de austenita encontrada por DRX no metal de base. O ensaio não foi realizado nas amostras de simulação da ZTA pois não houve amostras simuladas termofisicamente suficiente para a análise.

## 4.5. Análise de imagens

O item 4.3. apresentou a microestrutura das amostras de simulação da ZTA e do metal de base na secção (b) da Figura 54 à Figura 59, obtida por microscopia eletrônica de varredura. Nele, as amostras foram polidas mecanicamente e atacadas com reagente nital. Os precipitados observados na matriz, principalmente nas temperaturas de picos inferiores à 850°C foram identificadas até o momento como austenita e cementita, e como observado até então a sua diferenciação não pôde ser estabelecida. No intuito de diferenciar a austenita dos carbeto nas microestruturas do aço 9%Ni outras combinações de preparação metalográfica e ataques químicos foram utilizados. A Figura 64 apresenta micrografia em MEV com três condições diferentes de preparação, onde na Figura 64 (a) a amostra foi polida mecanicamente e atacada com nital, em (b) foi polida mecanicamente e atacada com picral e em (c) a amostra foi polida eletroliticamente e atacada com picral.

Na primeira condição é possível perceber que os precipitados, austenita e cementita estão superestimados e sua diferenciação não foi alcançada, conforme já mencionado. A segunda configuração obteve uma microestrutura cujas áreas claras possuíam aspecto suavizado em relação à primeira, porém uma diferenciação entre eles continuou difícil. A terceira condição contempla como meio de preparação metalográfica o polimento eletrolítico que, segundo Hayakawa [66], promove a remoção da camada superficial deformada oriunda do processo anterior de lixamento e faz com que a cementita seja projetada para fora da superfície por ter maior resistência ao polimento em relação à matriz ferrítica. Como a imagem no MEV é construída pela diferença de topografia da superfície analisada, é mais fácil detectar os precipitados quando a superfície é polida eletroliticamente. Nesta condição, duas tonalidades de cores foram observadas nas partículas das micrografias via MEV, brancas e cinza claras. Suspeitou-se que as partículas brancas eram a austenita e ao realizar a sua quantificação verificou-se que as suas frações medidas foram coincidentes com os resultados de DRX, como se pode observar na Tabela 13.

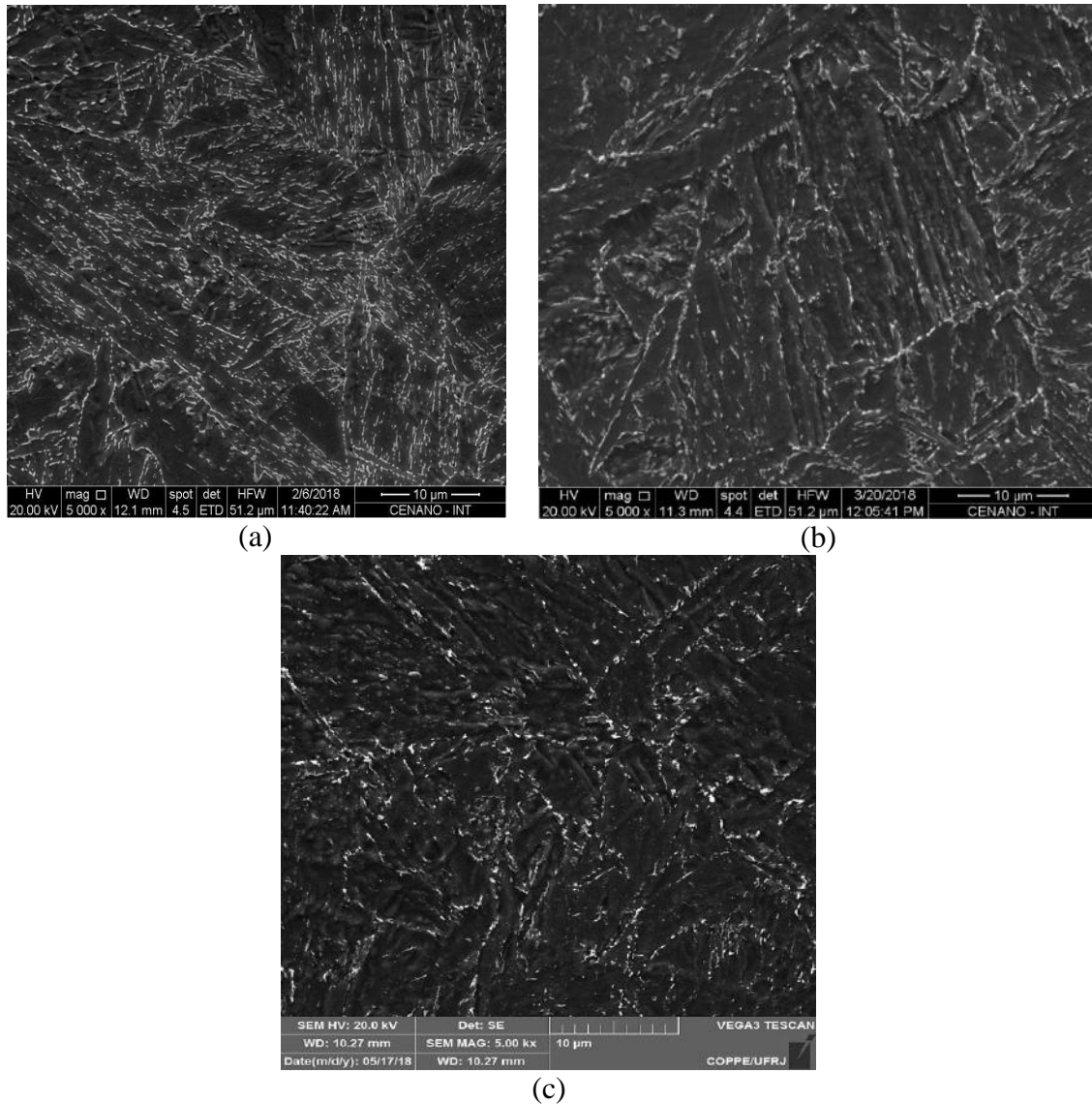


Figura 64 – Micrografias de microscopia eletrônica de varredura do aço 9%Ni temperado e revenido submetido a temperatura de pico de 500°C de ciclos térmicos de soldagem da ZTA (a) MEV polimento mecânico e ataque Nital2% (b) MEV polimento mecânico e ataque de picral 4% (c) MEV polimento eletrolítico e ataque picral 4%.

Tabela 13 - Quantificação da austenita por DRX e análise de imagens das amostras de ZTA simuladas termicamente e do metal de base do aço 9%Ni Q&T.

Temperatura de pico [°C]	1370	1100	850	750	700	650	600	500	MB
%Austenita [DRX]	0	0	0,6±0,5	1±0,5	3,1±0,5	3±0,5	2,7±0,5	2,7±0,5	2,7±0,5
%Austenita [Análise de imagens]	0,13±0,02	0,3±0,1	0,9±0,25	1,0±0,5	2,8±0,4	2,9±0,5	2,9±0,6	2,7±0,4	2,4±0,6

A Figura 65 apresenta com maior clareza a diferença de cores encontradas. A Figura 65 (a) apresenta a microestrutura no aumento de 20000x em MEV da amostra de aço 9%Ni simulada termomecanicamente à Tp de 500°C. É possível discernir facilmente a provável austenita (branca e brilhante) da cementita (cinza claro). A Figura 65 (b) ilustra a seleção do intervalo de cores que representam a austenita e com isso sua posterior quantificação pôde ser estabelecida.

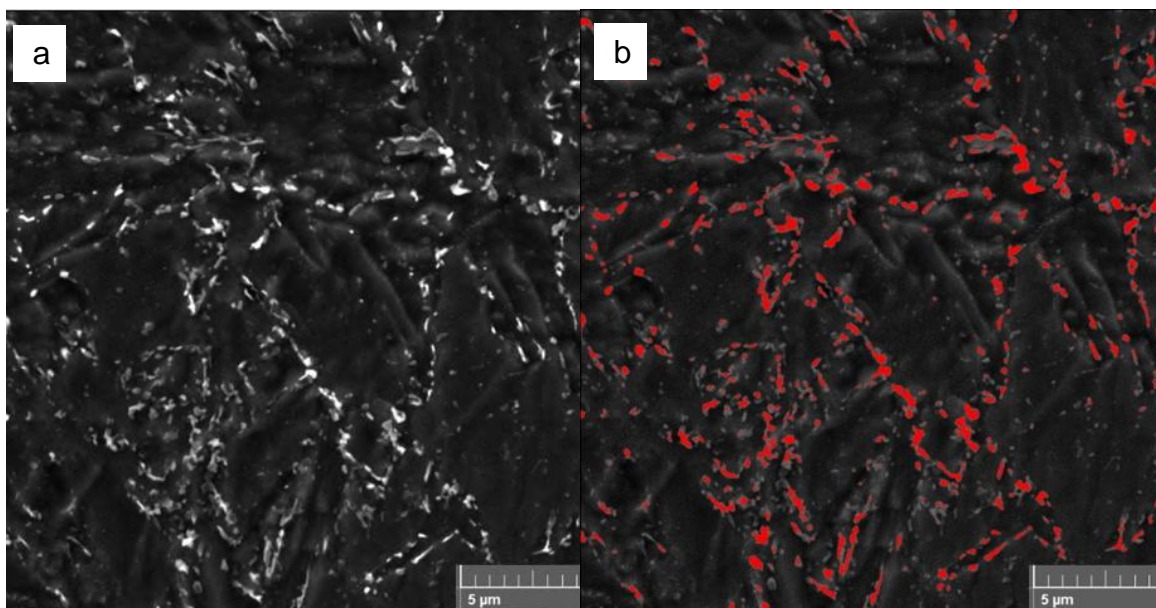


Figura 65 - Medição da austenita na amostra de simulação de ZTA à tp de 500°C no aço 9%Ni (a) Imagem obtida no MEV 20000x and (b) Quantificação da austenita (fase branca colorida em vermelho) em (a) por meio da diferença de níveis de cinza por análise de imagens.

A identificação e diferenciação entre a austenita e cementita foram sustentadas com base também no bom acordo entre a quantidade de austenita observada nas micrografias e as análises de DRX. A Figura 66 apresenta alguns exemplos de microestruturas no aumento de 20.000x via MEV dos corpos de prova de simulação da ZTA, nas temperaturas de pico de 500, 700, 850 e 1.370°C. À medida que a temperatura de pico aumenta há pouca ou nenhuma evidência das frações brancas. Na amostra de TP de 1.370°C, por exemplo, Figura 66 (d), quase nenhuma área branca é observada o que corrobora o resultado de DRX que não apresentou nenhum pico de austenita para esta condição. Esta constatação contribui para validar a hipótese que permite creditar às áreas brancas a classificação de austenita. Quanto à cementita, a literatura aponta que o

interior da bainita coalescida contém cementita precipitada, que por sua vez possui coloração cinza clara [35-37].

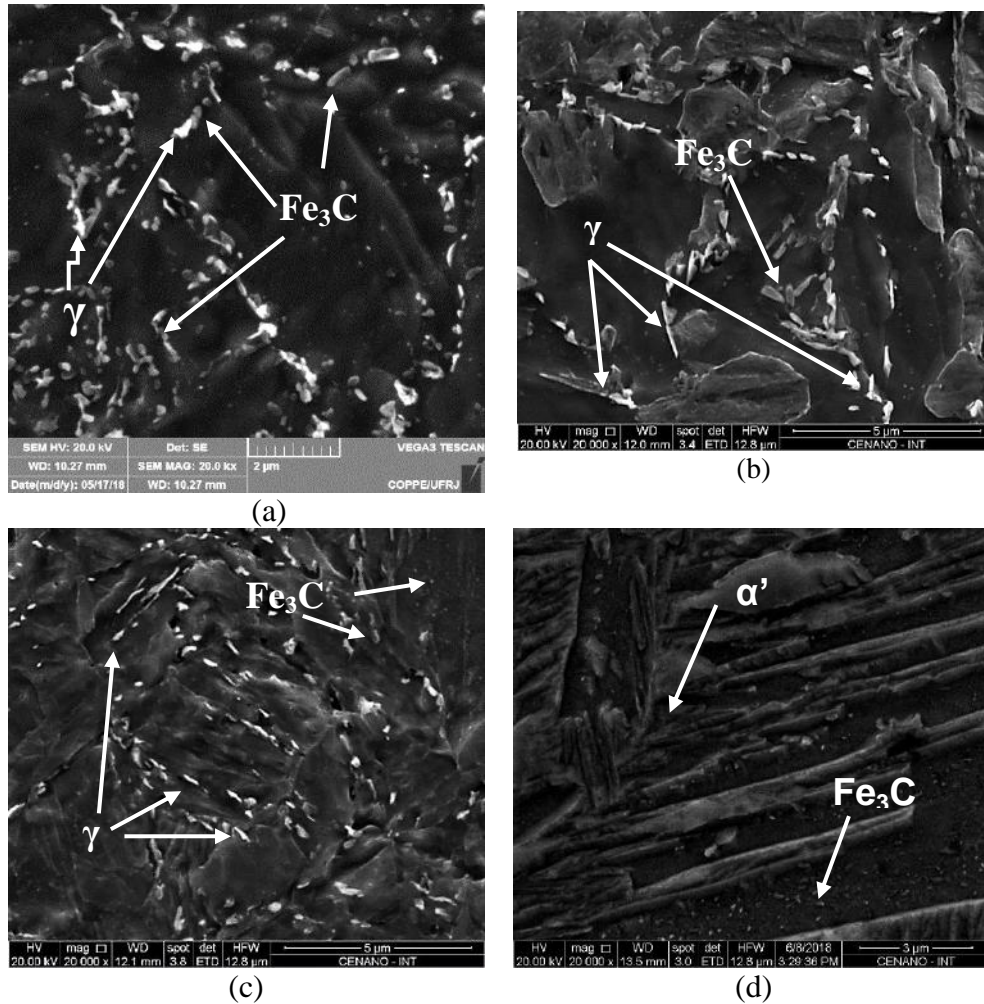


Figura 66 – Micrografias via MEV do aço 9%Ni temperado e revenido submetido a diferentes ciclos térmicos de soldagem na zona termicamente afetada: temperaturas de pico de (a) 500°C, (b) 700°C, (c) 850°C e (d) 1370°C polimento eletrolítico e picral 4%.

Uma vez identificadas, as partículas brancas, consideradas austenita, foram contabilizadas e análises matemáticas puderam ser realizadas nelas tanto no metal de base, quanto nas amostras de simulação da ZTA. A Figura 67 apresenta os histogramas das áreas das partículas brancas e a Tabela 14 apresenta o número total de precipitados de austenita. Para posteriores análises, determinou-se que as partículas menores que 0,0242 mm<sup>2</sup> são consideradas pequenas e acima desta, grandes. A Tabela 14 ainda apresenta a razão de circularidade (de 1:1 entre a largura e comprimento) das partículas em cada condição, como pode ser observado.



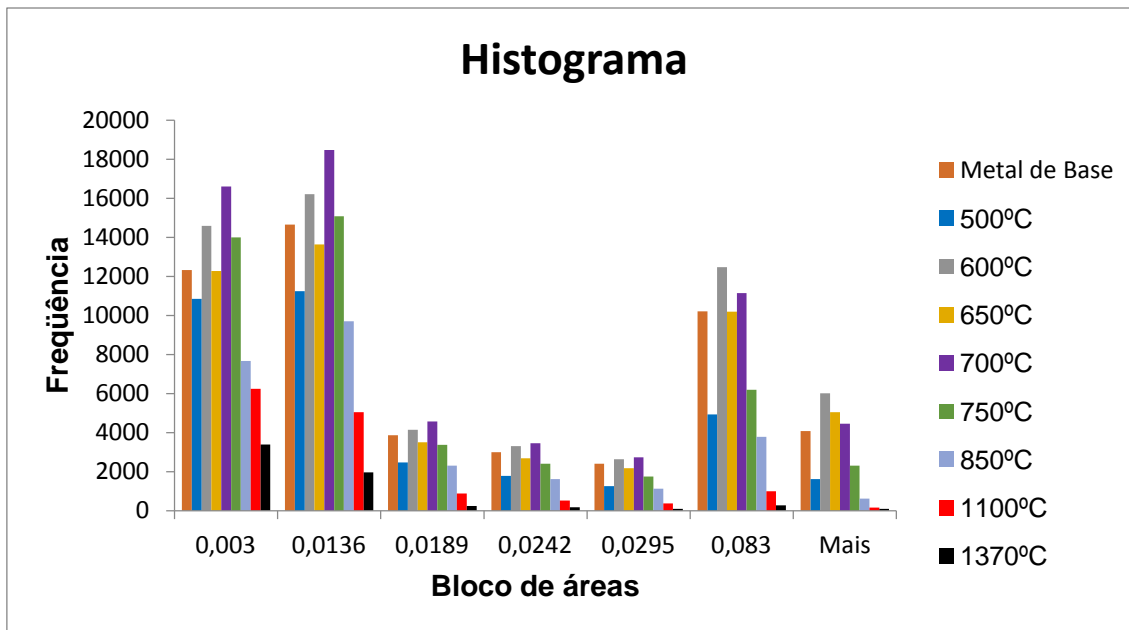


Figura 67 – Histograma das áreas das partículas de austenita no metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido e das amostras de simulação da ZTA.

Tabela 14 - Análise de partículas nas amostras de simulação da ZTA e no metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido.

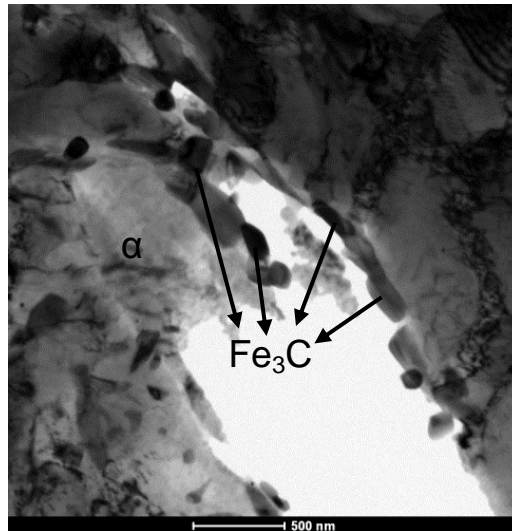
Temperatura de pico [°C]	500	600	650	700	750	850	1100	1370	MB
Número total de partículas	34144	59346	49508	61405	45099	26795	14214	6208	50513
Número de partículas <0,0242 $\mu\text{m}^2$	26343	38226	32101	43079	34856	21289	12690	5746	33828
Número de partículas >0,0242 $\mu\text{m}^2$	7801	21120	17407	18326	10243	5506	1524	462	12617
Número de partículas Circulares (razão 1:1)	22679	33617	28394	35637	29684	17976	10936	4277	28995

#### 4.6. Microscopia eletrônica de transmissão

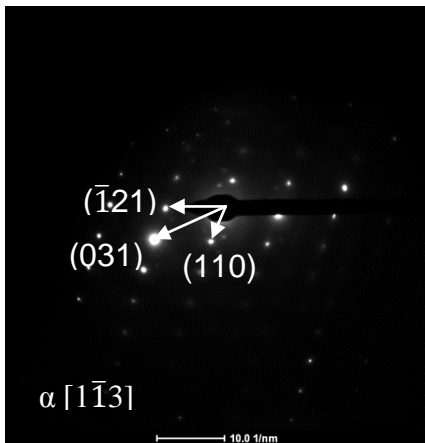
As amostras de ciclo térmico de soldagem, simuladas à temperatura de pico de 600°C, 700°C e 1.370°C foram observadas por microscopia eletrônica de transmissão nos modos de imagem de padrão de difração (TEM) e STEM (*scanning transmission electron microscopy*). A morfologia e a posição da austenita e cementita foram avaliadas em cada uma das três condições, quando identificadas.

##### 4.6.1. Microscopia eletrônica de transmissão da amostra de Tp de 600°C

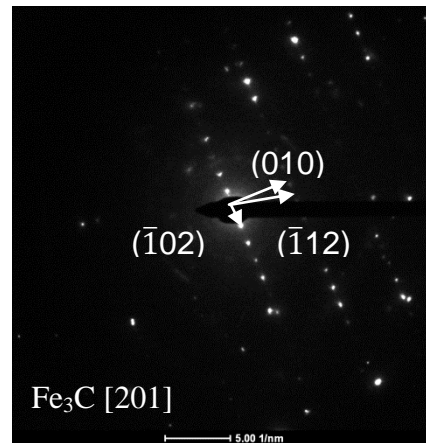
A Figura 68 apresenta a micrografia do aço 9%Ni temperado e revenido submetido ao ciclo térmico de temperatura de pico de 600°C no modo de imagem TEM. As indexações dos padrões de difração da matriz e dos precipitados, Figura 68 (b) e (c), levaram à caracterização de ferrita e cementita, respectivamente,. Apesar de ter sido exaustivamente procurada nas três amostras preparadas, a austenita não foi encontrada nas análises via MET para este caso. Uma vez em que nesta condição foi constatada a presença de austenita por DRX, a pequena área de análise e a baixa fração de austenita reduziram a probabilidade de encontrá-la.



(a)



(b)



(c)

Figura 68 - Imagens de MET do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 600°C.(a) Campo claro (b) Padrão de difração da ferrita (c) Padrão de difração da cementita.

#### 4.6.2. Microscopia eletrônica de transmissão da Tp de amostra de 700°C

A Figura 69 apresenta a microestrutura da amostra de TP de 700°C observada no MET, onde a indexação do padrão de difração em um grão de morfologia de gota com contraste de difração bem definido permitiu a caracterização da austenita, conforme apresentada na Figura 69 (c). A matriz ferrítica também foi identificada por meio de padrão de difração, conforme ilustra a Figura 69 (d).

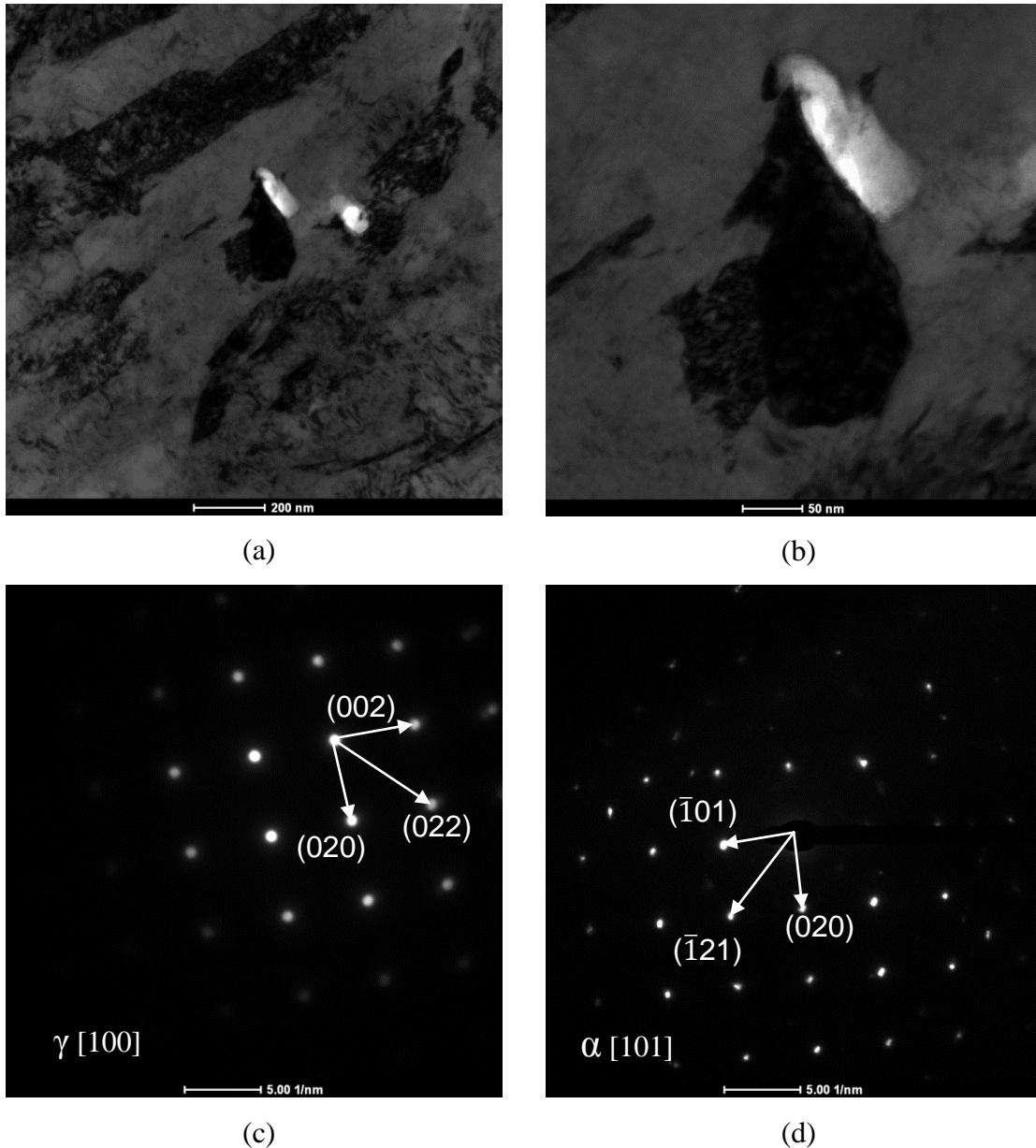


Figura 69 - Imagens de MET do aço 9%Ni temperado e revenido submetido á temperatura de pico de 700°C. (a) austenita presente na matriz ferrítica e (b) imagem em maior aumento da austenita e (c) padrão de difração da austenita e (d) padrão de difração da ferrita.

Apesar de se ter inferido a presença da cementita por microscopia eletrônica de varredura, ela não foi identificada no modo de transmissão para esta condição. Presume-se que a cementita tenha sido arrancada durante o preparo da amostra durante o furo eletrolítico (Tenupol®), pois, ao percorrer toda a região fina analisada ela não foi encontrada e observou-se vários orifícios (buracos) ao longo da microestrutura em posições características de precipitação da cementita, como pode ser observado pelas setas indicadas na Figura 70; inclusive ao redor da própria austenita indexada (Figura

69-b) [67]. Desta forma não foi possível encontrar e indexar o padrão de difração da cementita na amostra submetida à temperatura de pico de 700°C.

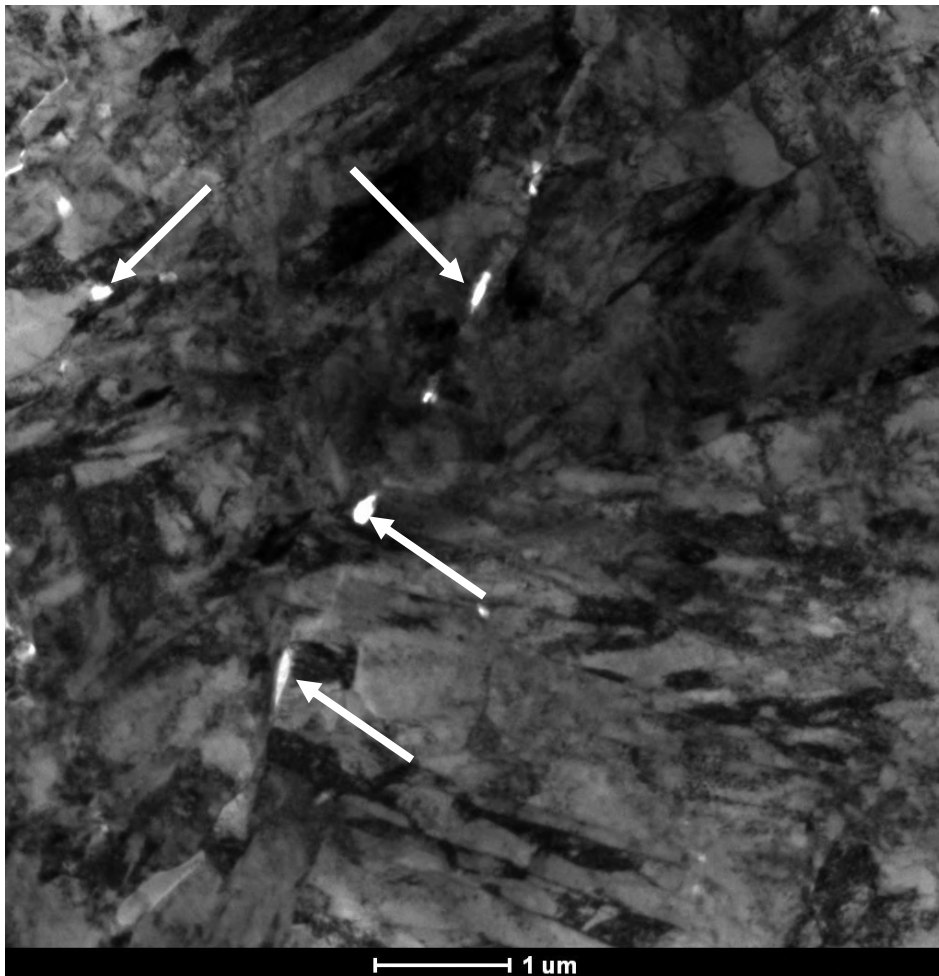


Figura 70 - Imagem de MET do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 700°C.

A Figura 71 e a Figura 72 apresentam uma imagem no modo STEM obtida de um precipitado da matriz. Os precipitados são provavelmente austenita devido ao alto pico de níquel detectado na varredura por EDS da composição química. Como o ferro está presente em maior quantidade do que os demais elementos ele foi desconsiderado na análise para que o perfil de intensidade do níquel e manganês pudesse ser melhor observado. Não foi possível avaliar a variação de carbono por esta técnica. No modo TEM a imagem observada é muito diferente do modo STEM o que dificultou encontrar os mesmos precipitados para realizar o padrão de difração uma vez que a região foi perdida durante a análise.

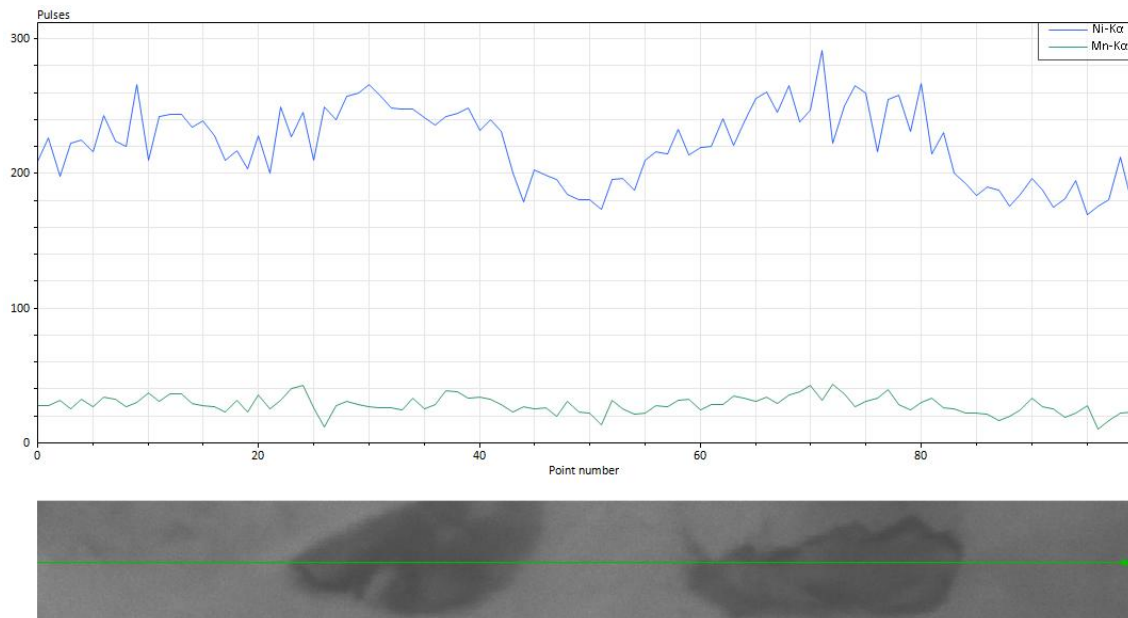
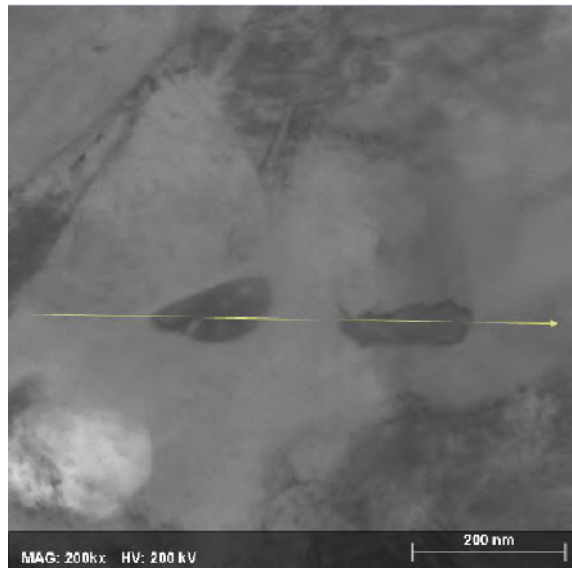


Figura 71 - Mapa de EDS de precipitados no interior do grão no modo STEM da amostra de Tp de 700°C considerando os elementos Ni e Mn.

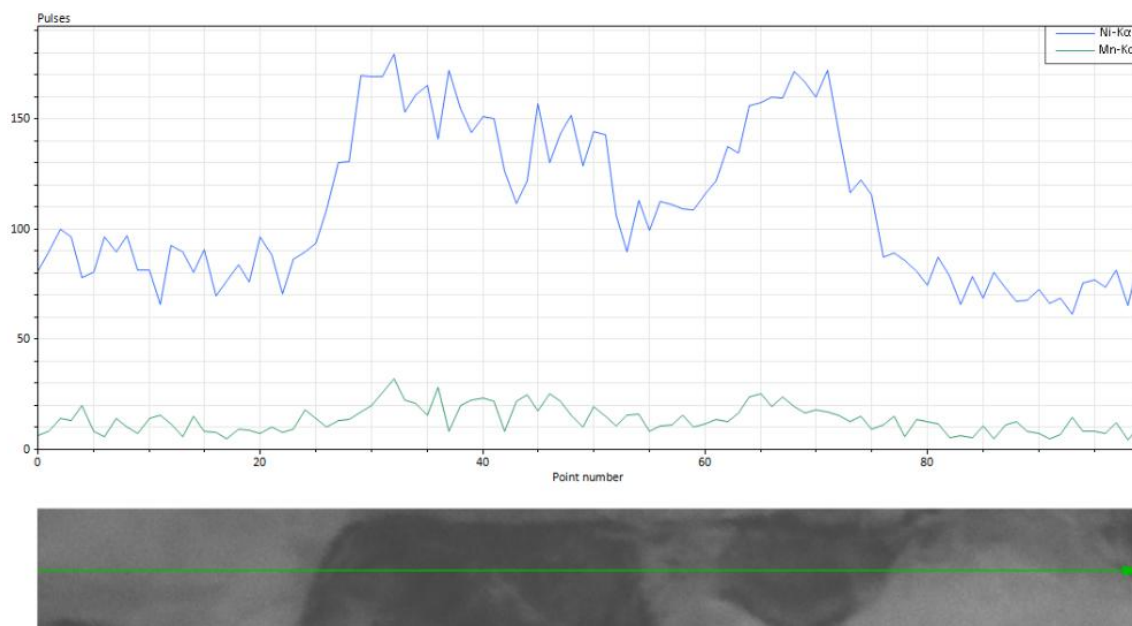
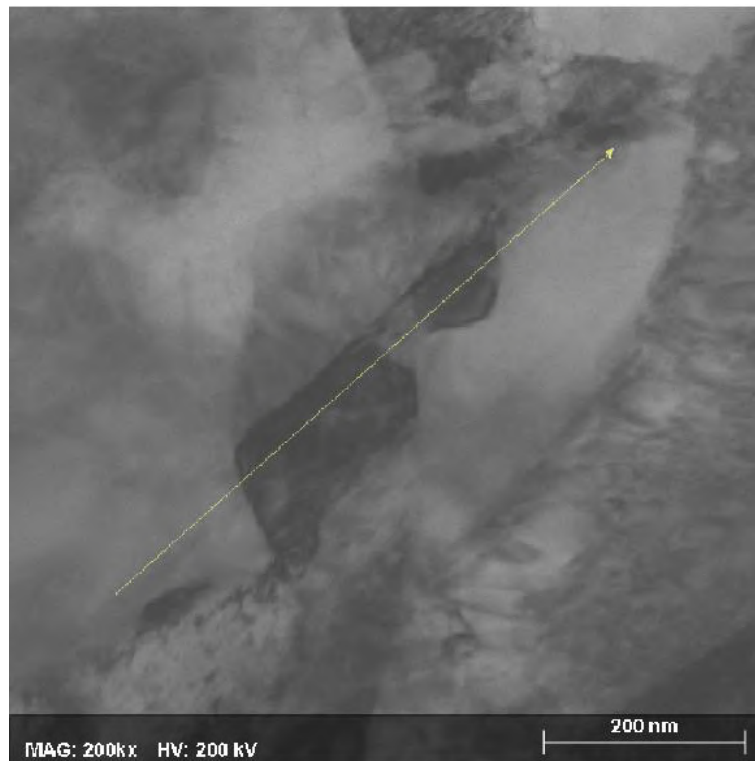
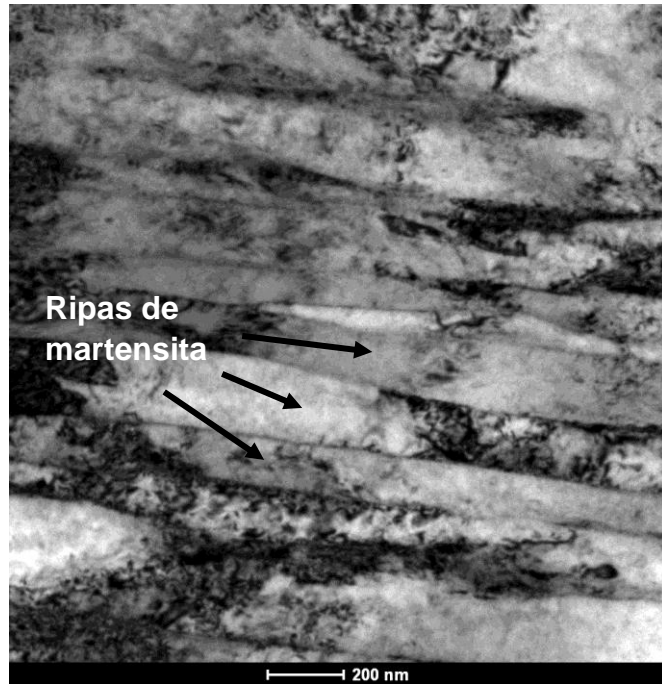
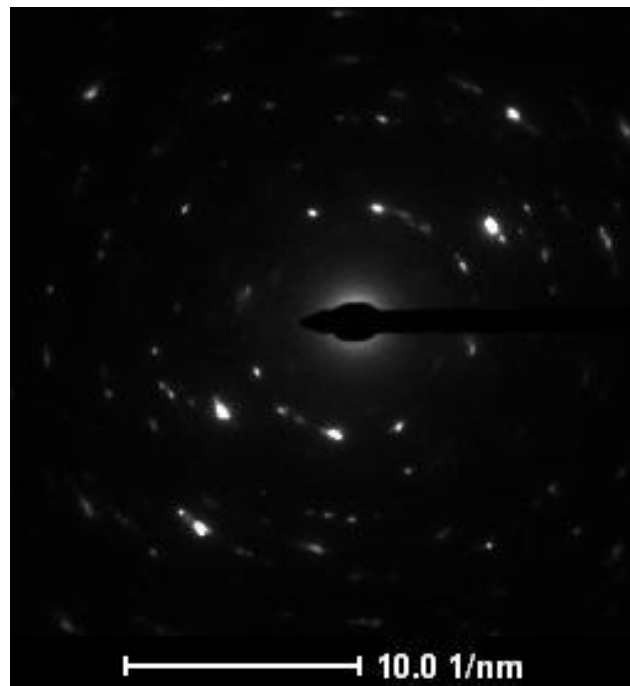


Figura 72 - Mapa de EDS de precipitados no contorno do grão no modo STEM da amostra de Tp de 700°C considerando os elementos Ni e Mn.

A Figura 73 (a) apresenta a morfologia das ripas de martensita e a Figura 73 (b) mostra seu padrão de difração onde é possível observar uma estrutura policristalina, correspondendo às várias ripas de martensita observadas.



(a)



(b)

Figura 73 - Micrografia de MET da amostra de aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de soldagem à temperatura de pico de 700°C. (a) Morfologia das ripas de martensita (b) Padrão de difração das várias ripas de martensita.



#### 4.6.3. Microscopia eletrônica de transmissão da amostra de Tp de 1.370°C

A Figura 74 apresenta a microestrutura da amostra de aço 9%Ni submetida à temperatura de pico de 1370°C, que apesar de não ter sido possível detectar a presença da austenita, observou-se a sua constituição majoritária de martensita e a presença da bainita coalescida. A Figura 75 (a) apresenta bainita coalescida por entre as ripas de martensita, onde o detalhe Figura 75 (b) e (c) mostram os precipitados, que segundo a literatura são precipitados de cementita em seu interior [36-38].

O padrão de difração apresentado na Figura 75 (d) contempla a martensita e a cementita. Segundo a literatura a austenita retida nesta condição está disposta em forma de filmes na borda da bainita coalescida [36]. Para obter o padrão de difração da austenita nesta condição seria necessário diminuir ainda mais a abertura do diafragma para garantir que o feixe de elétrons incidisse somente sobre ela ou obter uma angulação da amostra de tal forma que o eixo de zona permitisse obter padrões de difração da austenita e martensita fáceis de serem diferenciados. Como não houve êxito em nenhuma das alternativas, não foi possível obter o padrão de difração da austenita retida neste caso. Pelo mesmo motivo, o padrão de difração dos precipitados de cementita no interior da bainita coalescida não foi isolado e diferenciado dos demais padrões identificados na área de análise.

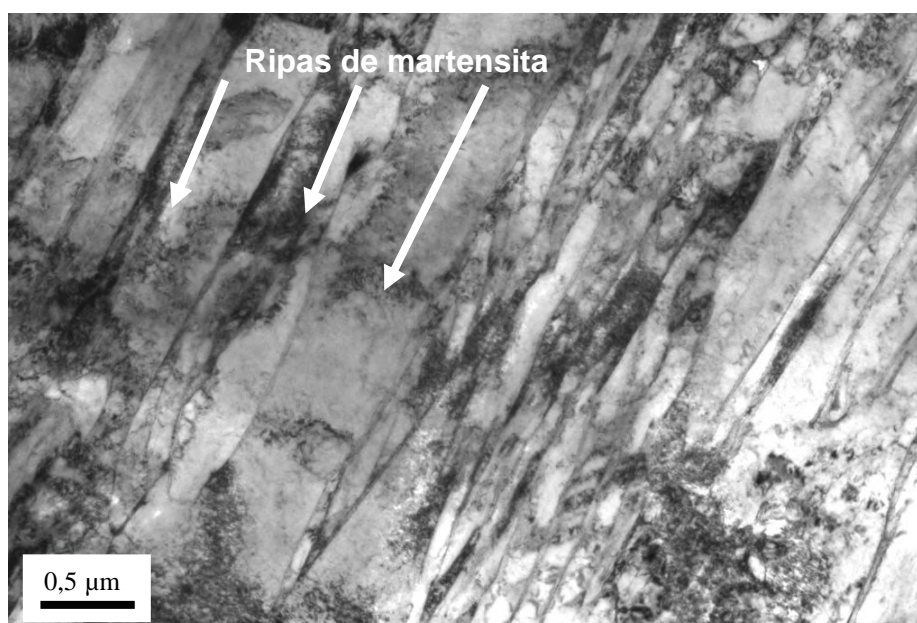
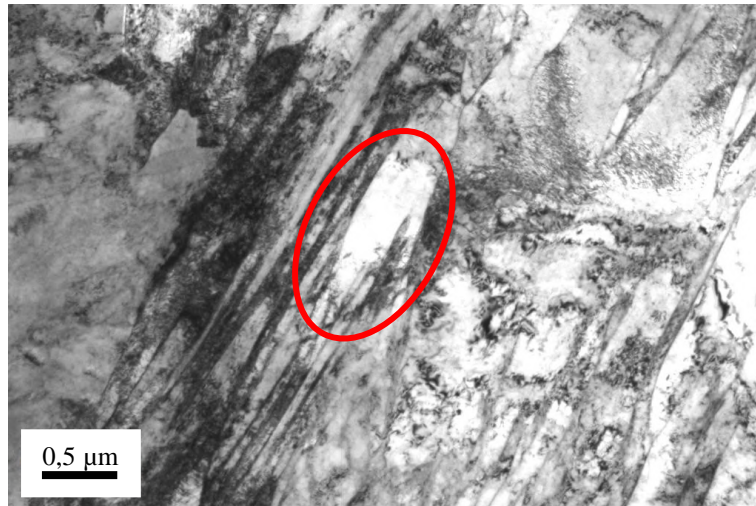
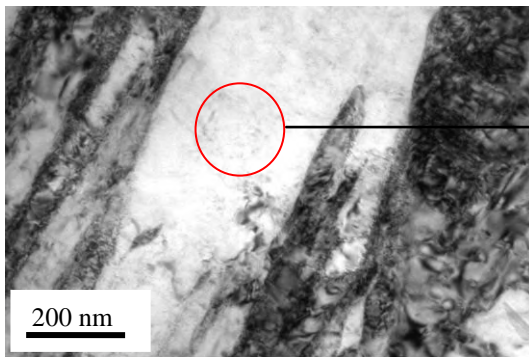


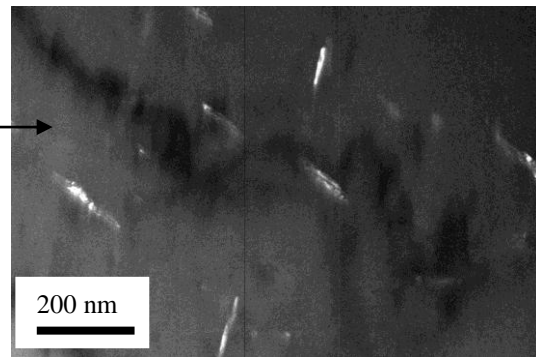
Figura 74 - Micrografia de MET da amostra de aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de soldagem à temperatura de pico de 1370°C. Morfologia das ripas de martensita.



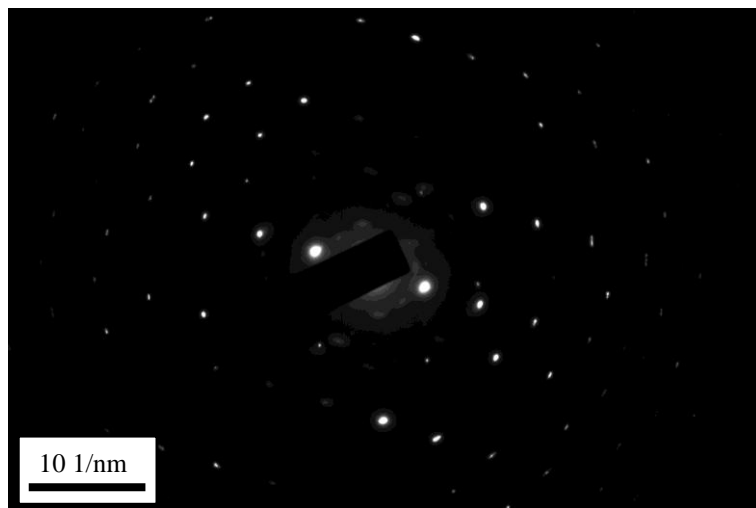
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 75 - Micrografia de MET da amostra de aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de soldagem à temperatura de pico de 1370°C. (a) Morfologia das ripas de martensita (b) Padrão de difração correspondente.

## 4.7. Dureza

A dureza Vickers HV10 das amostras de simulação da ZTA e do metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido foram medidas e estão presentes na Figura 76. Observa-se que as durezas das amostras submetidas às temperaturas de pico de 500°C, 600°C e 650°C permaneceram próximas à do metal de base, aumentaram consideravelmente nas amostras de Tp de 700°C, 750°C e 850°C e obtiveram uma leve redução nas temperaturas de pico de 1.100°C e 1.370°C.

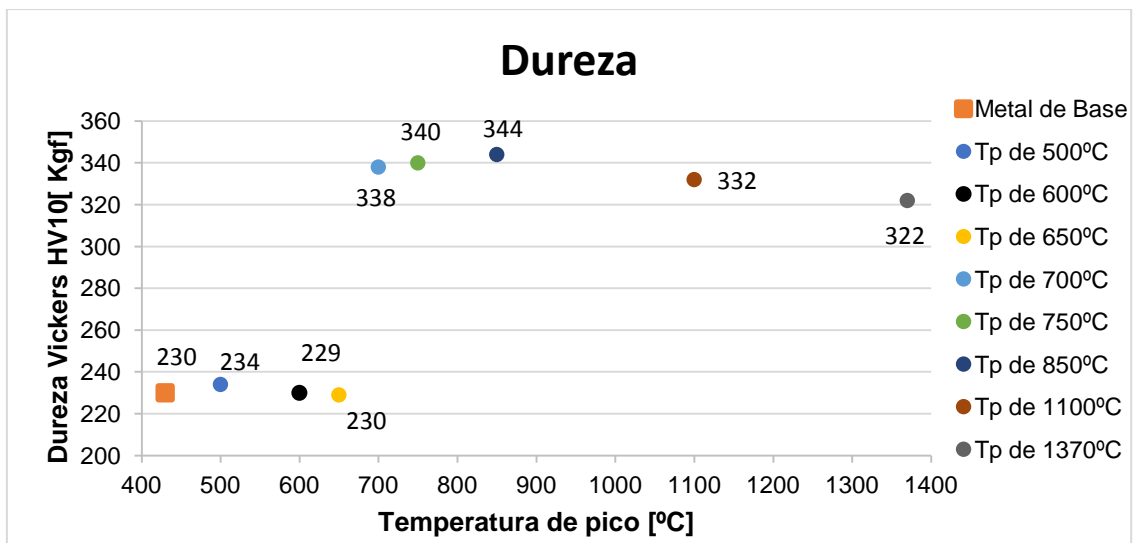


Figura 76 – Dureza HV10 das amostras de simulação da ZTA e do metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido.

## 4.8. Análise microestrutural do passe de acabamento da junta real

O resultado da simulação computacional do passe de acabamento está presente no item 3.2. Simulação computacional, deste documento e conforme já mencionado, cada temperatura de pico no ciclo térmico de soldagem gerado na ZTA está a diferentes distâncias da linha de fusão, conforme apresentado na Tabela 8. As distâncias aferidas por simulação foram rebatidas na ZTA do passe de acabamento da junta soldada real e as suas microestruturas foram avaliadas via MEV, conforme apresentada na Figura 77.

Uma posterior correlação entre as microestruturas obtidas por simulação termomecânica com as microestruturas correspondentes na ZTA da solda real também foi realizada.

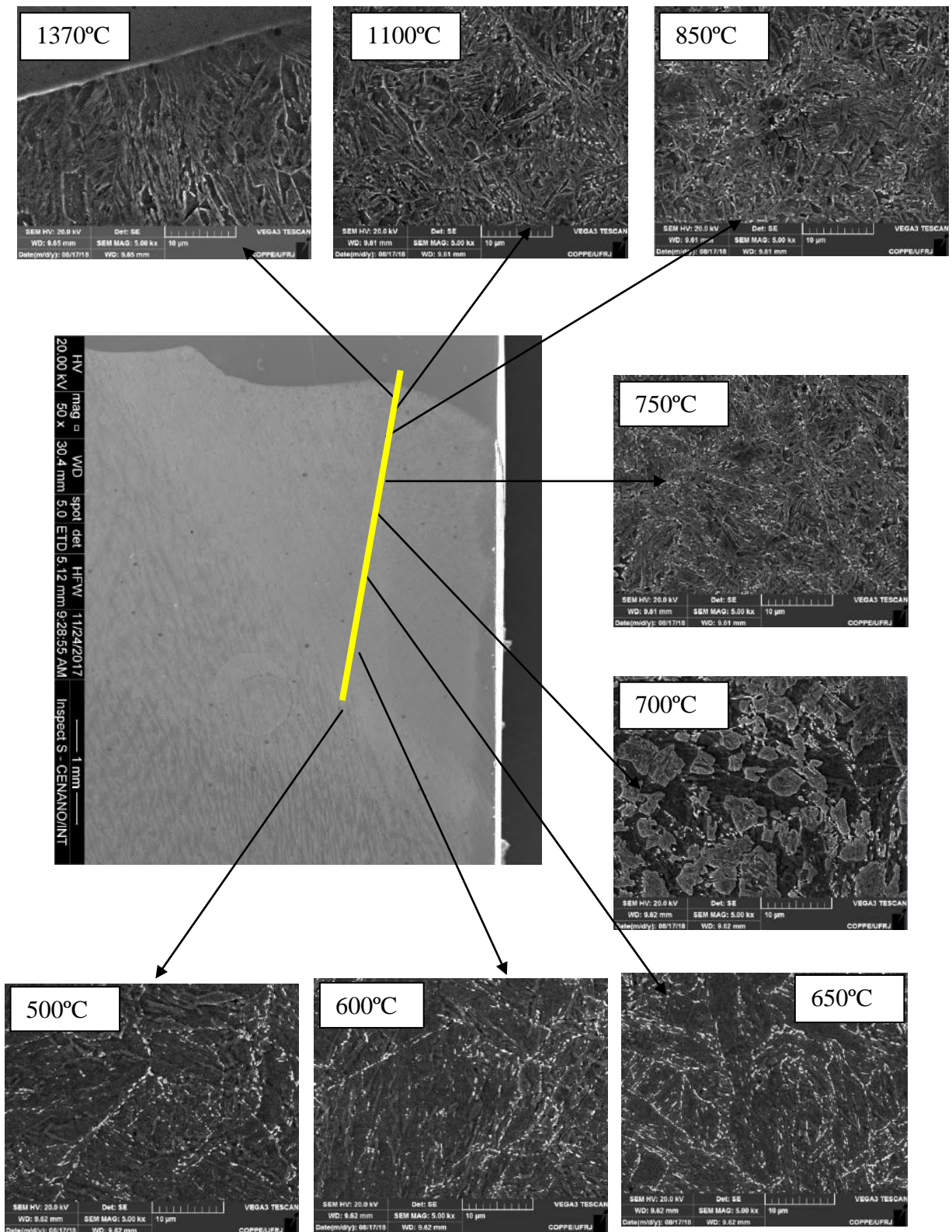


Figura 77 - Microestrutura da ZTA da solda real nas respectivas distâncias dimensionadas na simulação computacional dos ciclos térmicos submetidos às temperaturas de pico de 500°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 850°C, 1100°C e 1370°C apontadas na Tabela 8.

As Figuras 78 a 85 apresentam uma comparação entre as microestruturas das amostras de simulação da ZTA com as microestruturas encontradas na ZTA da solda real. As boas correlações entre as imagens e os resultados obtidos por meio de simulação computacional indicam a alta confiabilidade deste método. Assim como nas microestruturas das amostras de simulação da ZTA, as regiões da solda real referente às Tps de 500°C, 600°C e 650°C são provavelmente compostas por uma matriz ferrítica e precipitados de cementita e austenita. A posição da Tp de 700°C na solda real também possui áreas martensíticas oriundas da austenitização parcial, grãos ferríticos, austenita e possível cementita. As microestruturas das regiões referentes às Tps de 750°C e 850°C são majoritariamente martensíticas com alguma austenita e à 1.100°C e 1.370°C temos martensita e bainita coalescida assim como encontrado nas amostras de simulação da ZTA.

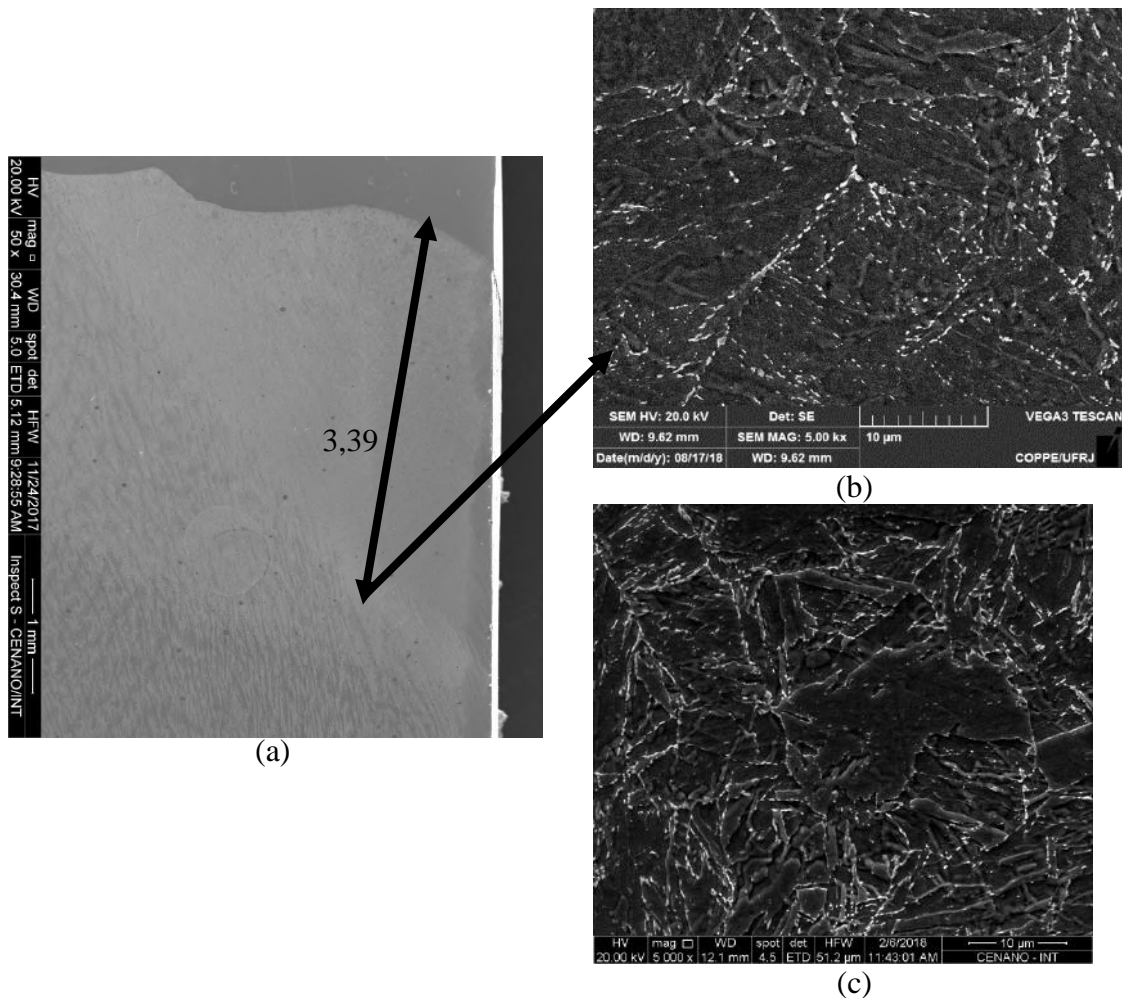


Figura 78- Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 500°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.

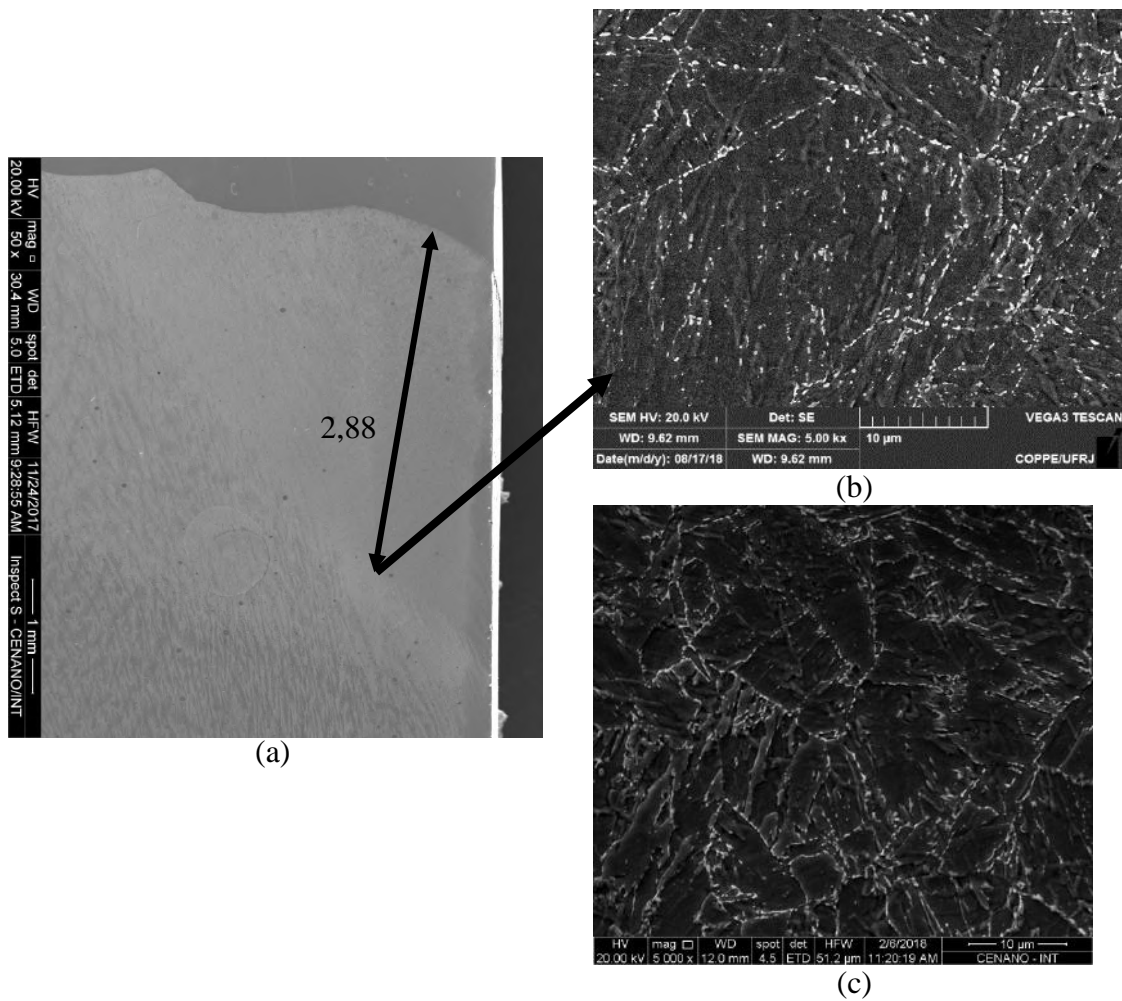


Figura 79 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 600°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.

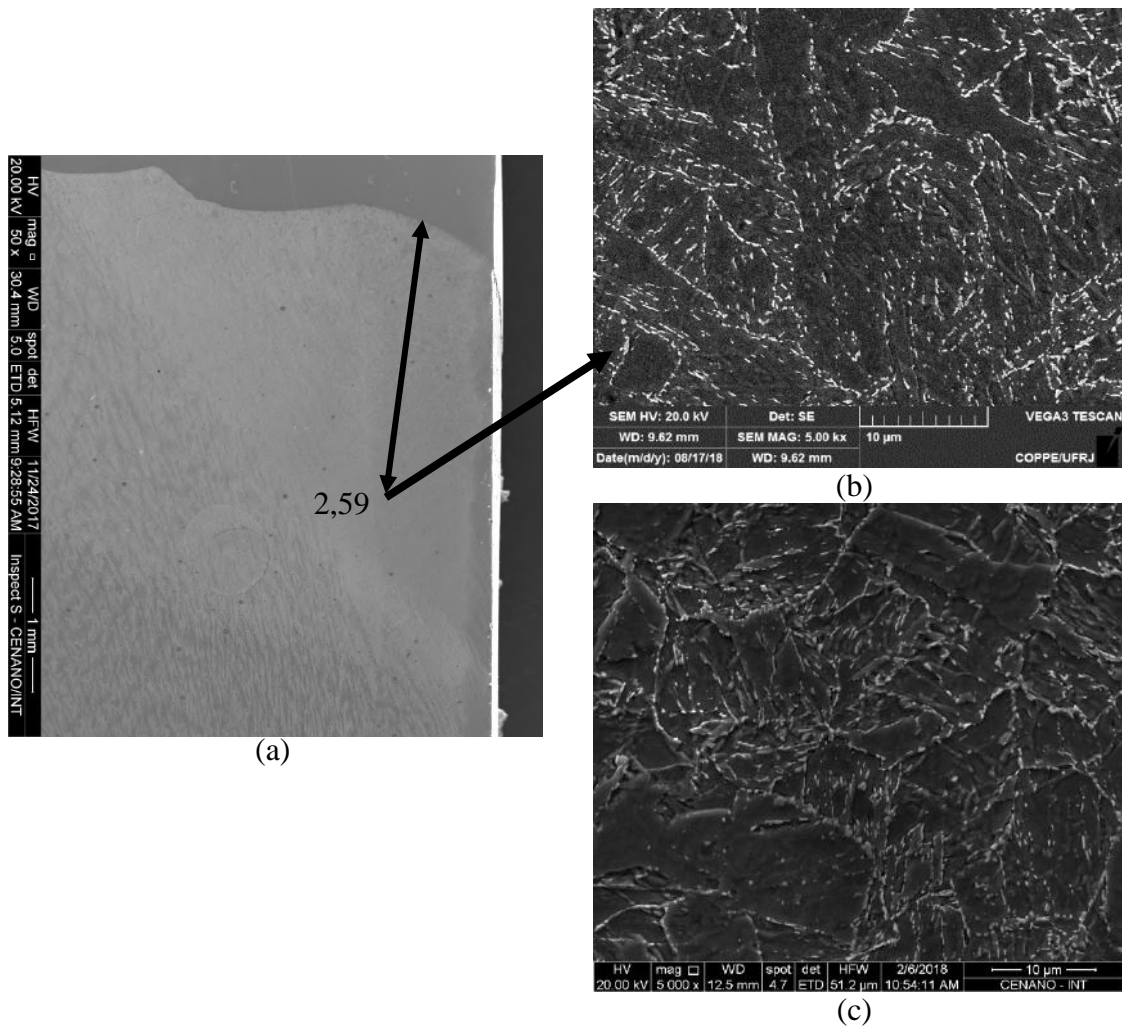


Figura 80 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 650°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.

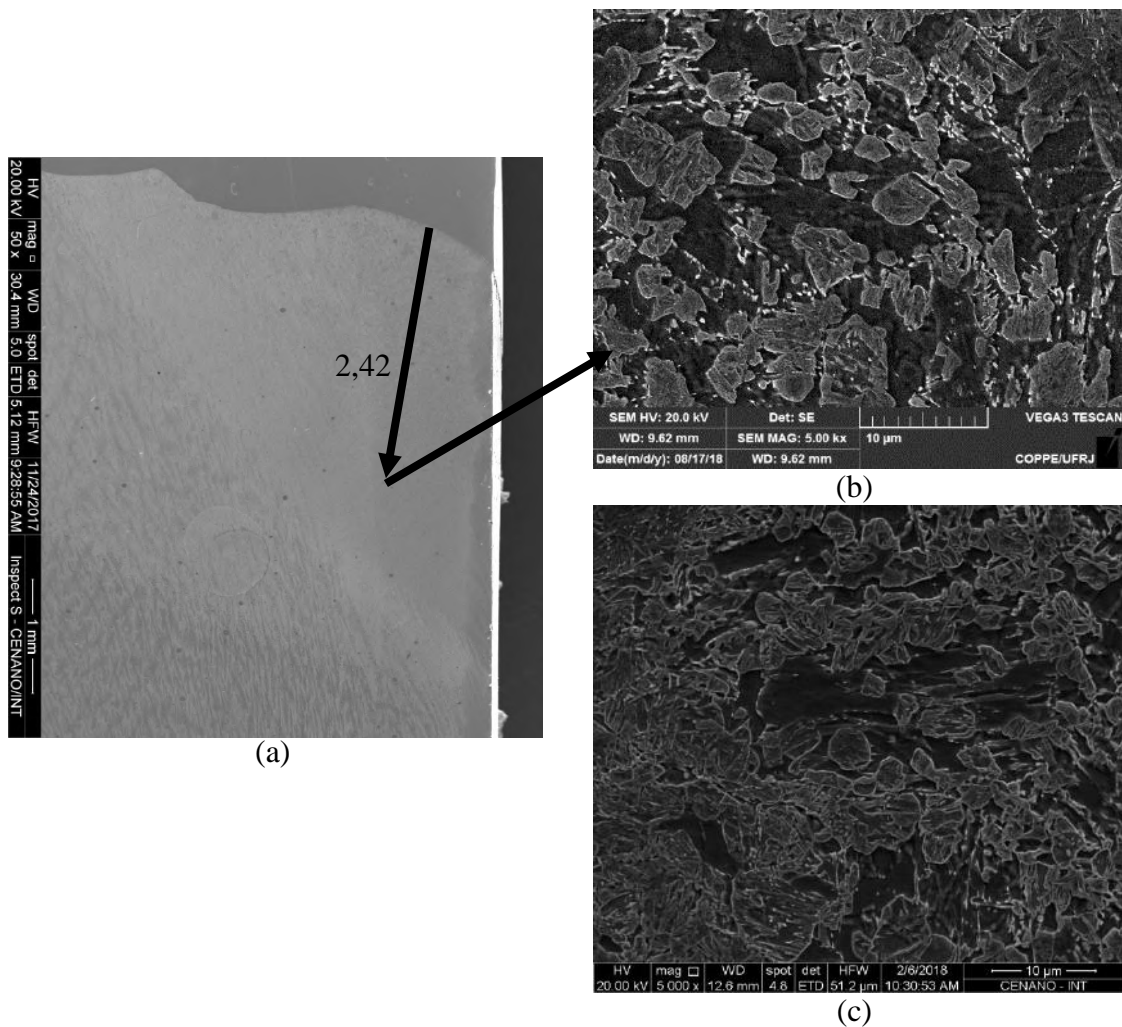


Figura 81 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 700°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.



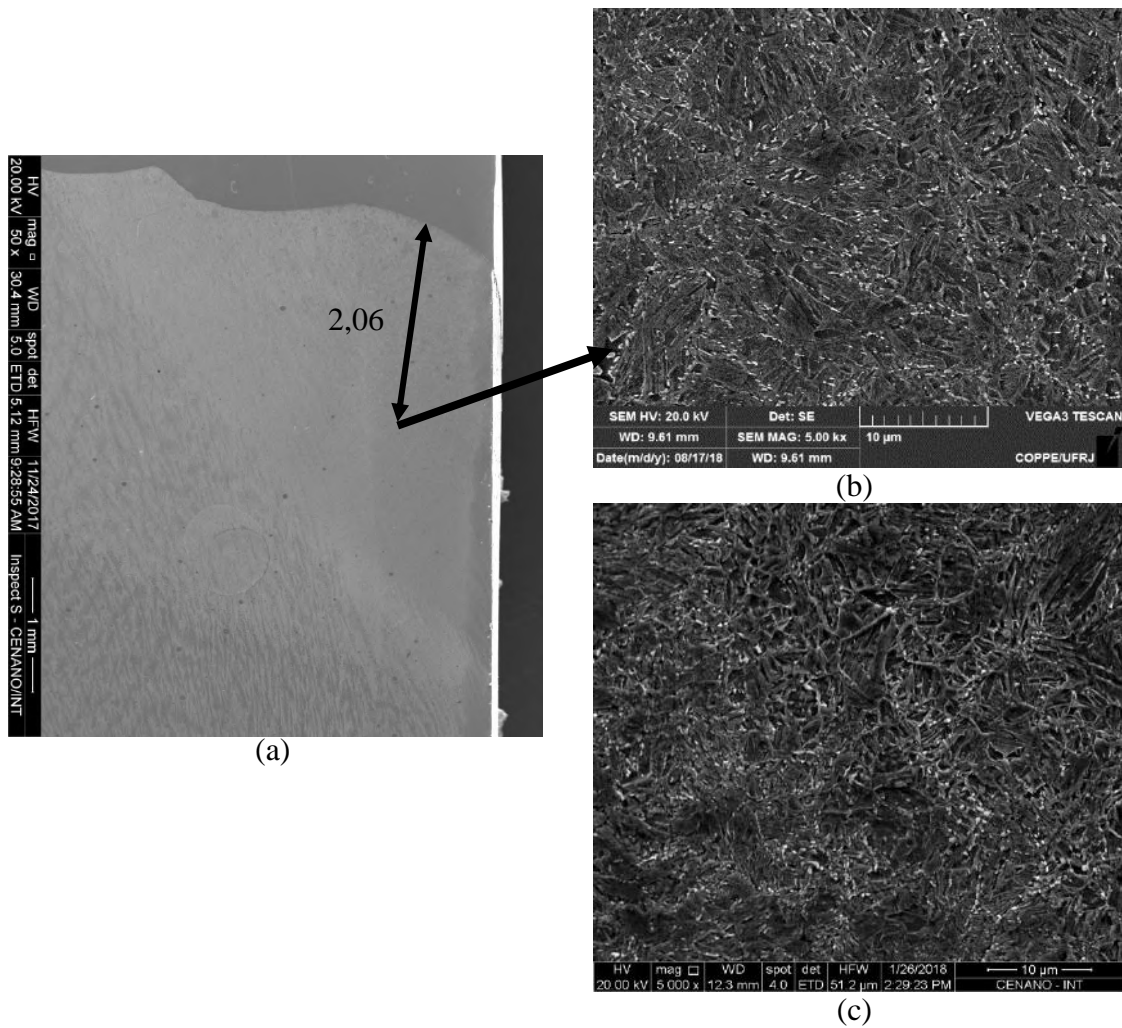


Figura 82 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 750°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.

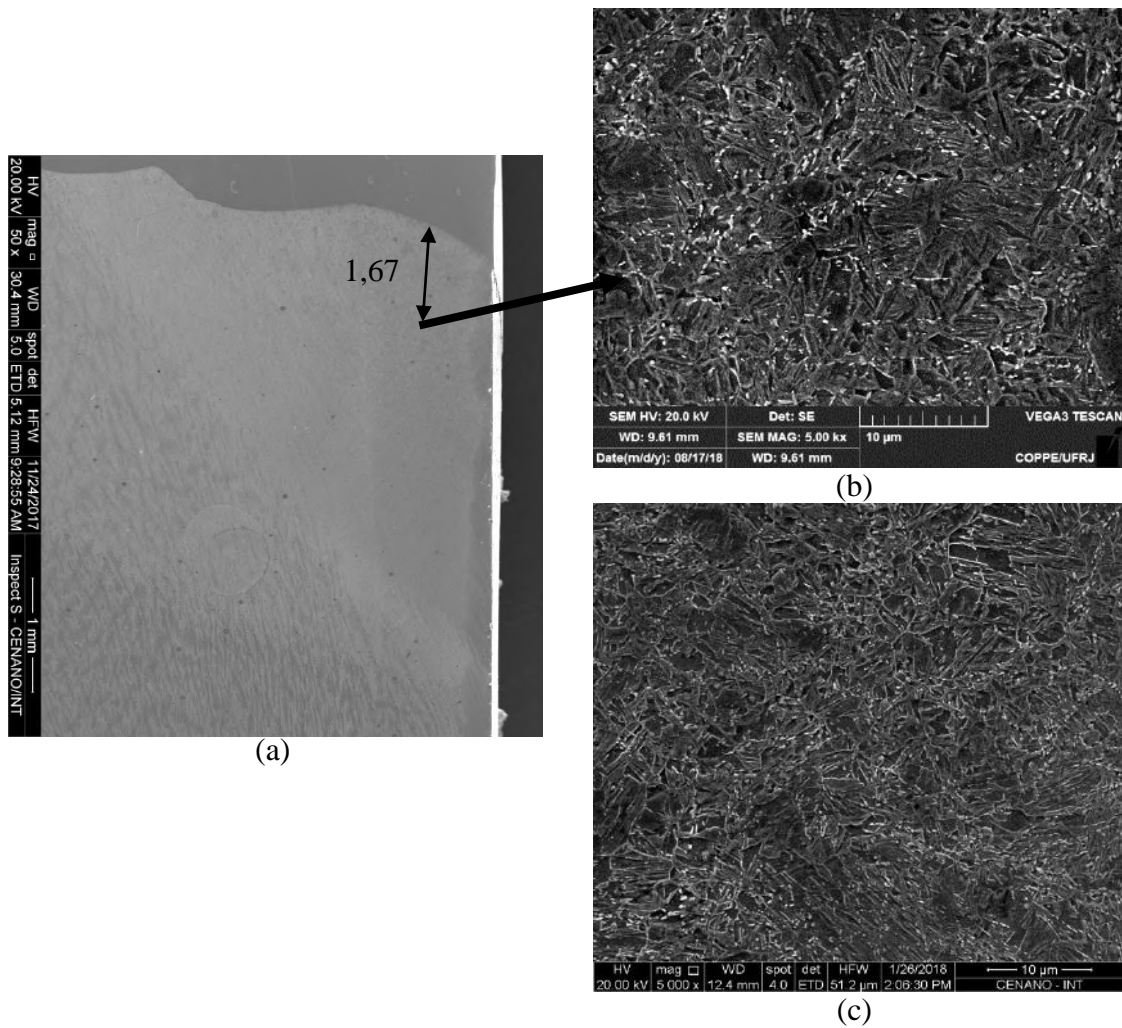


Figura 83 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 850°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.

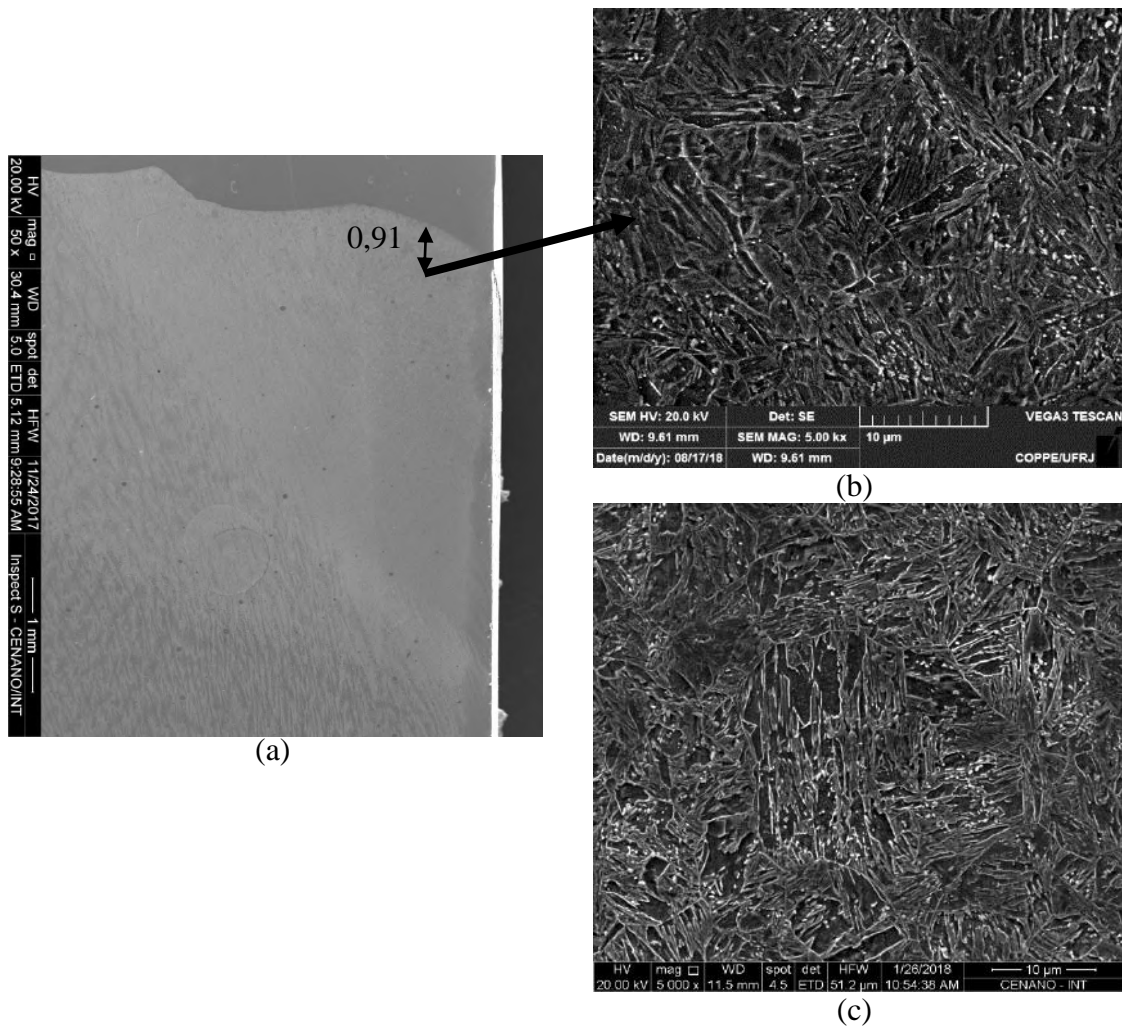


Figura 84 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 1100°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.

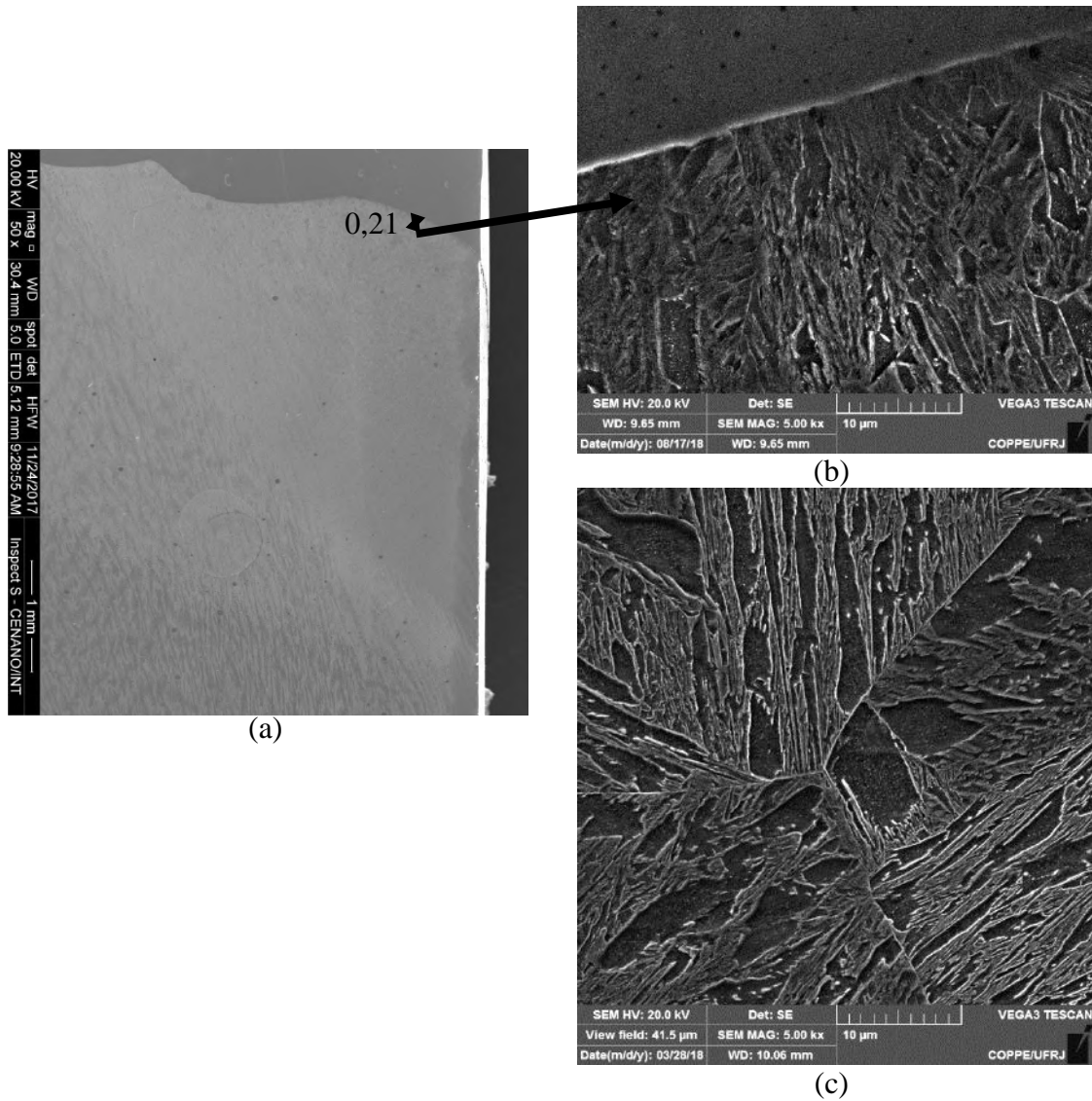


Figura 85 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. (a) Posição da temperatura de pico de 1300°C na ZTA da solda real e suas respectivas microestruturas (b) Solda real (c) Simulada termicamente.

## 5. DISCUSSÃO

Este item apresentará uma análise da microestrutura da ZTA do passe de acabamento da junta soldada de aço 9%Ni temperado e revenido com base nos métodos de caracterização microestrutural utilizados nas amostras de simulação termica.

### 5.1. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 500°C

A amostra submetida à temperatura de pico de 500°C não atingiu  $Ac_1$  como se pode observar na curva de dilatométrica da Figura 51 (a). Desta forma, como não foi austenitizada, a sua microestrutura, Figura 54 (a) e (b), se manteve similar à do metal de base, composta por uma matriz ferrítica, austenita reversa e cementita precipitada nos contornos de grãos de austenita prévia, o que corrobora os resultados de microestrutura obtidas nos trabalhos de Nippes [15] e Brophy e Miller [27] para condições similares, onde foi empregado temperatura de pico de 500°C em amostra de aço contendo 9% de níquel. Como se pode verificar na Figura 76, a sua dureza, 234 HV10, permaneceu próxima à do metal de base 230 HV10. O seu tamanho de grão apresentou pequeno decréscimo, 5,7  $\mu\text{m}$ , contra 7,9  $\mu\text{m}$  do MB, Tabela 11, contudo provavelmente esta variação não adveio do ciclo térmico, uma vez que a amostra não foi austenitizada e sim de possíveis heterogeneidades do tamanho de grão da própria amostra como recebido. A fração de austenita obtidas tanto por DRX quanto por análise de imagens foram coincidentes com as medidas do metal de base, conforme observado na Tabela 13, o que reforça ainda mais a ausência de mudança microestrutural nesta condição.

### 5.2. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 600°C

A amostra simulada à temperatura de pico de 600°C apresentou comportamento semelhante ao de 500°C, com microestrutura similar à do metal de base, como se pode observar na Figura 54 (c) e (d), e que está de acordo com a microestrutura encontrada por Rodrigues [16] para a mesma temperatura de pico. Como se pode observar em sua curva dilatométrica, Figura 51 (b), ela também não atingiu  $Ac_1$  e, apresentou tamanho de grão de 6,3  $\mu\text{m}$  e dureza de 230 HV10, coincidentes com o tamanho de grão e dureza do metal de base, como se pode observar na Tabela 11 e Figura 76. A fração de austenita medida por DRX e análise de imagens permaneceu próxima à do metal de

base de 2,7%, Tabela 13, porém é observada na sua curva de dilatométrica uma pequena inflexão na região próxima à  $T_p$  de 600°C, indicando uma contração o que corresponde a uma possível nucleação ou crescimento da austenita. As análises de tamanho médio das partículas mostraram que em relação ao metal de base a frequência de partículas de austenita de tamanho maior aumentou na  $T_p$  de 600°C. Por se tratar de uma temperatura que favorece a formação da austenita estável durante o revenimento [2, 27] e por estar próxima à temperatura de  $Ac_1$ , pode ser que ao ser submetido à temperatura de pico de 600°C a austenita já existente no metal de base tenha experimentado uma redistribuição em detrimento de nucleação de novas partículas, mantendo assim a mesma fração de austenita. A quantidade de partículas circulares (que possuem razão de comprimento 1:1) também aumentaram nesta condição.

### 5.3. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à $T_p$ de 650°C

A amostra submetida à temperatura de pico de 650°C apresentou comportamento semelhante ao das  $T_p$ s de 500°C e 600°C e a microestrutura permaneceu similar à do metal de base, como já indicado na Figura 54 (e) e (f). Ao observar a curva de dilatométrica presente na Figura 51 (c) nota-se que a variação volumétrica versus temperatura se deu de forma linear tanto no aquecimento quanto no resfriamento, não indicando ocorrência de transformação de fase. Porém, por meio das análises da primeira derivada da curva no aquecimento foi identificado que na temperatura de 626°C há indícios de início da austenitização uma vez que se observou uma redução volumétrica no patamar de pico, como evidenciado no detalhe da Figura 51 (c). Como neste caso o  $\Delta T$  de energia motriz para transformação é pequeno, a cinética deve ter sido lenta para o tempo disponível ao redor dessas temperaturas no ciclo rápido de soldagem e deve haver muita pouca transformação.

Apesar desta condição ter experimentado muito pouca austenitização por se encontrar próximo ao limite da região intercrítica, ainda assim espera-se uma modificação, mesmo que pequena, na fração e distribuição das partículas de austenita. Inicialmente, por conta do já citado baixo  $\Delta T$  de força motriz, é mais provável que a alteração seja por crescimento de partículas já existentes no metal de base do que uma nucleação expressiva e, no entanto, aparentemente não houve transformação de fase no resfriamento [10].

O tamanho de grão de 6,8  $\mu\text{m}$  e dureza de 229 HV10 apresentados por ela ainda são próximos da dureza e tamanho de grão do metal de base, como se pode observar na Tabela 11 e Figura 76, o que contribui para evidenciar a ausência de mudança significativa na microestrutura.

A porcentagem de austenita detectada por difração de raios-X apresentou um pequeno aumento em relação ao metal de base. Análises de imagens mostraram que o número de partículas com área maior que 0,0242  $\mu\text{m}^2$  aumentaram de 12.617 do metal de base para 17.407 e não houve nucleação de partículas novas, uma vez que a quantidade de austenita com tamanho pequeno, menor que 0,0242  $\mu\text{m}^2$ , não aumentou. Desta forma estima-se que houve um aumento no volume da austenita que já existia no metal de base, o que justifica o aumento do teor de austenita detectado pelo DRX. Este fenômeno também corrobora os estudos de Strife e Passoja [2] e Fultz [10] ao constatarem que quando o aço 9%Ni é submetido a tempos ou temperaturas superiores à condição de revenimento, 565 a 605°C, o aumento da quantidade de austenita ocorre pelo crescimento (aumento do volume) das partículas de austenita presentes em detrimento da nucleação de novos grãos e a sua estabilidade é mantida no resfriamento uma vez que a fração soluto/volume se mantém a mesma da austenita reversa estável encontrada no metal de base.

#### 5.4. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 700°C

A amostra submetida à temperatura de pico de 700°C atingiu, durante o aquecimento,  $A_{c1}$  em 632°C e não alcançou  $A_{c3}$ , portanto, sua microestrutura foi parcialmente austenitizada, condição característica da região intercrítica. O tamanho de grão apresentado na Tabela 11 apresentou uma leve diminuição em relação ao metal de base uma vez que os grãos nucleados de austenita são menores que os grãos de austenita prévia do metal de base, pois, após nucleação, não tiveram tempo nem temperatura para crescimento durante o ciclo térmico de soldagem, como se pode observar Tabela 9.

A curva dilatométrica da temperatura intercrítica de 700°C, Figura 51 (d), apresentou no resfriamento uma inflexão evidente à 390°C, correspondendo à formação da martensita.

Durante o aquecimento, após atingir  $A_{c1}$ , a nucleação e crescimento dos grãos de austenita ocorre nos contornos de grãos de austenita prévia com a incorporação da cementita e, portanto, elas se forma rica em carbono. Por não atingir temperatura de

completa austenitização e experimentar logo em seguida um resfriamento rápido, as regiões que foram austenitizadas se transformaram em martensita pelo crescimento de ripas. Após resfriamento, foi observada por meio de análises de imagens (áreas brancas) uma forte presença de austenita retida no interior das ripas de martensita e nos contornos de grão de austenita prévia e elas apresentaram tamanho maior que o médio encontrado no metal de base, conforme observado na Tabela 14. Este fato deve ter ocorrido, pois, ao experimentar rápida austenitização, os grãos de austenita nucleados, provavelmente não obtiveram distribuição homogênea dos solutos (C, Ni e Mn), sendo assim, algumas partículas de austenita tiveram maior estabilidade térmica por estarem em regiões mais ricas em soluto e ficaram retidas na estrutura martensítica após o resfriamento, o que corrobora os estudos de Villa e Somer [67]. A observação de cementita, que pelas referências de CALPHAD, 700°C já estaria acima da temperatura de dissolução em equilíbrio da cementita, indica que as altas taxas de aquecimento não permitiram tempo suficiente para completar sua dissolução na microestrutura uma vez que análises de partículas apontaram a existência de cementita na proporção reduzida em relação ao metal de base de 11 para 5%.

As regiões do metal de base que não sofreram austenitização permaneceram como ferrita, como é possível observar na microestrutura de MEV, Figura 55 (d). Sendo assim, a microestrutura resultante durante o resfriamento se apresentou dividida entre regiões martensíticas, oriunda das áreas austenitizada, ricas em austenita retida e regiões que permaneceram ferríticas com pouca austenita e alguma cementita. A dureza, conforme pode ser observado na Figura 76, aumentou 47% em relação ao metal de base devido à presença de martensita. Pode ser que alguma ferrita tenha sido oriunda da austenitização, porém não foi possível, observando a microestrutura, distingui-las das ferritas primárias que não foram austenitizadas.

Por ser uma amostra submetida à temperatura acima da temperatura de austenitização, também era esperado que houvesse uma maior nucleação de austenita, sendo indicado por um aumento da fração de austenita com tamanho pequeno. Por meio da análise da quantidade de austenita, observou-se um crescimento de grãos de dimensão inferior à  $0,0242 \mu\text{m}^2$  em até aproximadamente 10 mil vezes em relação ao metal de base. Conforme já mencionado, os grãos grandes (maiores que  $0,0242 \mu\text{m}^2$ ), de austenita presentes por entre as ripas de martensita também aumentaram em 3 mil partículas, comparados ao metal de base. Desta forma, a nucleação e crescimento dos grãos de austenita, estão coerentes com os resultados de DRX que apresentou a maior



quantidade de austenita nas suas medidas para esta condição, conforme observado na Tabela 13.

#### 5.5. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à $T_p$ de 750°C

De acordo com a curva de dilatométrica foi possível verificar que a amostra submetida à temperatura de pico de 750°C experimentou completa austenitização, atingiu durante o aquecimento  $Ac_1$  em aproximadamente 647°C, e  $Ac_3$  em 739°C, conforme apresentado na Figura 51 (e). No resfriamento, é possível notar a formação de martensita em sua curva de dilatométrica onde as suas temperaturas de início e de fim de transformação foram identificadas por meio da variação da primeira derivada na inflexão da curva no resfriamento. A microestrutura resultante composta majoritariamente por martensita em ripas corrobora o estudo de Pereira [17] uma vez que encontrou resultado semelhante para a condição de ciclo térmico à mesma temperatura de pico. Um ruído bem pequeno na curva dilatométrica é reconhecido na faixa de temperatura de 400°C e pode estar relacionado a presença de outra fase, como bainita por exemplo. Observa-se na micrografia da Figura 56 (b) a presença de campos de contraste cinza escuro de aspecto mais liso que são identificados como grãos de bainita. Pahuta e colaboradores [68] também inferiram a existência de ferrita em micrografias de microscopia óptica mesmo para altas taxas de resfriamento no aço 9%Ni.

Nesta condição, a fração de austenita retida começa a cair drasticamente, pois, uma vez que atingiu completa austenitização, proporcionou uma maior homogeneidade do soluto em toda a microestrutura, e uma menor fração de austenita ficou retida durante o resfriamento. Além do mais, segundo a literatura, quando as amostras de aço contendo níquel são submetidas à temperaturas de pico acima de  $Ac_3$ , a fração de austenita é tanto menor quanto maior for a temperatura, isto porque a concentração de solutos na austenita começa a diminuir devido ao aumento do seu volume, fazendo com que a mesma perca sua estabilidade [2, 27]. Foi detectado por DRX e análise de imagens aproximadamente 1% de austenita na  $T_p$  de 750°C. Devido às altas taxas de aquecimento e resfriamento e por esta ser uma condição próxima à  $Ac_3$ , pode ser que os novos grãos de austenita nucleados permaneceram pequenos por não possuírem tempo nem temperatura para crescimento após atingirem  $Ac_3$  e se mantiveram próximos do metal de base, vide Tabela 11.

A dureza aumentou 48% em relação ao metal de base devido a presença majoritária da fase martensítica.

#### 5.6. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 850°C

A amostra submetida à temperatura de pico de 850°C atingiu  $Ac_1$  em aproximadamente 647°C, e  $Ac_3$  em 757°C, desta forma a microestrutura foi completamente austenitizada, conforme apresentada na curva dilatométrica da Figura 51 (f). Durante o resfriamento, é possível notar a formação de martensita em sua curva de dilatométrica onde as suas temperaturas de início e de fim de transformação foram identificadas por análises matemáticas da curva no resfriamento. Foi identificada uma inflexão forte a baixa temperatura relacionada inicialmente à transformação martensítica. Análises mais refinadas da curva possibilitaram a identificação de outras transformações de fase, como por exemplo a formação da bainita pela pequena inflexão identificada pouco antes de  $Ms$ . Observou-se na sua microestrutura, Figura 57 (b), a presença de martensita e possíveis ferritas, pelos mesmos motivos explicitados na Tp de 750°C. Também foi observado a presença de bainita coalescida.

A fração de austenita detectada por DRX na temperatura de pico de 850°C foi de 0,6%, menor que na Tp de 750°C, uma vez que o efeito da homogeneização dos solutos na microestrutura foi maior, proporcionando menor retenção de austenita e reforçou ainda mais a teoria de que à medida que a temperatura de pico aumenta, a austenita perde a sua estabilidade [2, 27].

Por ter sido submetida à 100°C acima de  $Ac_3$  e em um tempo curto de aproximadamente 4 segundos, os novos grãos de austenitizados permaneceram pequenos, próximos ao do metal de base, vide Tabela 11. A dureza aumentou 50% em relação ao metal de base devido à presença majoritária da fase martensítica.

## 5.7. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 1100°C e 1370°C

A curva de dilatométrica das amostras de aço 9%Ni submetido às temperaturas de 1100°C e 1370°C observados na Figura 51 mostram que, durante o aquecimento,  $Ac_1$  e  $Ac_3$  foram 673 e 752°C para a amostra de Tp de 1100°C e 676 e 764°C para 1370°C. Conforme reportado na literatura, após atingir  $Ac_3$ , o crescimento de grão de austenita prévia começa a ocorrer a partir da dissolução total dos carbetos e quando há força motriz suficiente para movimentação de interface e ele é tanto maior quanto maior temperatura de pico [14,69], o que corrobora os resultados deste trabalho uma vez que o tamanho de grão atingido nas Tps de 1100°C e de 1370°C foram superiores ao do metal de base, sendo que este último apresentou crescimento ainda maior que o primeiro, conforme pode ser observado na, Tabela 11.

Durante o resfriamento, a curva dilatométrica das Tps de 1100°C e 1370°C, Figura 51 (g) e (h) também apresentam no resfriamento inflexões referentes à transformação martensítica e bainítica. Analisando a microestrutura em MEV, observou-se que a morfologia da bainita presente é reportada na literatura como bainita coalescida, apontada na Figura 59 por Bc. Conforme já reportado na revisão bibliográfica, a morfologia típica da bainita coalescida é caracterizada por possuir contornos enriquecidos em carbono e cementita precipitada em seu interior [36]. A literatura ainda aponta que a bainita coalescida é geralmente acompanhada pela martensita, bainita superior e/ou inferior e se forma quando  $Bi$  e  $Mi$  são próximos, o que se pode constatar ao avaliar a Tabela 10, onde se pode observar que para todas as condições de ocorrência da bainita coalescida as suas temperaturas de formação estão próximas à da martensita [70].

As análises na curva de dilatométrica da amostra de Tp de 1370°C apresentaram duas inflexões nitidamente marcadas durante o resfriamento. A primeira inflexão referente à formação da bainita coalescida mostrou comportamento mais definido e evidente, que pode estar relacionado a uma maior proporção da fase, de aproximadamente 15%, na microestrutura. Já a segunda inflexão está relacionada provavelmente à formação da martensita. Análises da microestrutura em MEV corroboram as fases e constituintes encontrados na dilatométrica. A Figura 58 e a Figura 59 mostram que as condições de TP de 1100°C e 1370°C são constituídas majoritariamente por martensita e bainita coalescida. Diferente da Tp de 1370°C, a Tp de 1100°C possui evidências de austenita retida após o ciclo térmico.

A dureza destas duas amostras está presente na Figura 76 e pode-se perceber que elas apresentaram uma leve queda em comparação com as amostras elevadas à temperatura de pico entre 700 e 850°C devido ao aumento do tamanho de grão visto que a microestrutura predominante entre ambas é a mesma, martensítica. Grãos grosseiros e a presença de bainita coalescida contribuíram para abaixar a dureza destas amostras; o maior tamanho de grão por levar a uma diminuição da densidade de contornos de grãos, o que confere menos barreiras à deformação e a bainita coalescida, por possuir dureza inferior à martensita. No caso da amostra de temperatura de pico de 1370°C, por apresentar uma grande fração de bainita coalescida e como o ensaio de dureza foi realizado com uma carga de 10 kg, HV10, este promoveu indentações que abrangeram regiões homogêneas contendo martensita e bainita coalescida, o que reduziu a dureza desta condição em relação à Tp de 1100°C. A dureza na amostra de Tp de 1100°C foi de 332 HV10 e na Tp de 1370°C foi de 322HV10, ou seja, aumentaram em 44 e 38%, respectivamente, em relação ao metal de base. Estes resultados estão de acordo com os trabalhos de Nippes [15] e Pereira [17] que encontraram nas amostras submetidas aos ciclos térmicos de temperatura de pico de 1300°C e 1450°C maior tamanho de grão e valores de dureza um pouco abaixo dos avaliados à 1000°C e 1250°C, respectivamente.

#### 5.8. Influência da taxa de aquecimento nas temperaturas $Ac_1$ e $Ac_3$

No equilíbrio, conforme reportado por Ahsan et al. [5],  $Ac_1$  é 602°C e  $Ac_3$  705°C, no Thermocalc®, foi visto que  $Ac_1$  e  $Ac_3$  são 555°C e 695°C, respectivamente. Ao submeter o aço 9%Ni a taxas de aquecimento mais elevadas, como por exemplo, a 110°C/s no equilíbrio, Jahrsengene e colaboradores [71] encontraram  $Ac_1$  de 660°C e  $Ac_3$  de 750°C, superiores aos reportados no equilíbrio. Este resultado já era previsto na literatura [14], pois, devido às altas taxas de aquecimento em que os ciclos térmicos de soldagem são submetidos, um superaquecimento pode ser necessário para que a transformação da austenita ocorra, implicando no aumento das temperaturas de transformação de fases,  $Ac_1$  e  $Ac_3$ . Desta forma, a taxa de aquecimento pode ser mais rápida do que o tempo de equilíbrio necessário para que a transformação ocorra, ou seja, a cinética de transformação austenítica não acompanha a cinética da taxa de

aquecimento e a austenita necessite de uma temperatura mais elevada para acontecer [72].

Os resultados encontrados neste trabalho não foram diferentes. Conforme apresentado em maiores detalhes no item 4.2. Dilatometria, encontrou-se por meio de ensaios de dilatometria com aplicação de ciclo térmico de soldagem conforme simulação computacional,  $Ac_1$  e  $Ac_3$  médios de  $650^{\circ}C$  e  $753^{\circ}C$ , respectivamente. Foi observado também que, quanto maior a temperatura de pico, maior foi a taxa de aquecimento encontrada e, portanto, maior as temperaturas  $Ac_1$  e  $Ac_3$ .

A Figura 86 apresenta as temperaturas de transformações  $Ac_1$  e  $Ac_3$  referente aos ciclos térmicos de temperatura de pico de 700, 850, 1.100 e  $1.370^{\circ}C$ . Pode-se perceber claramente o aumento de  $Ac_1$  e  $Ac_3$  com o aumento da taxa de aquecimento. Nota-se que o aumento de  $Ac_1$  foi mais pronunciado dentre as taxas de aquecimento analisadas, já  $Ac_3$  manteve maior constância, porém, é maior do que às reportadas no equilíbrio. Isto deve ter ocorrido pois, como se trata de altas taxas de aquecimento, a cinética para formação da austenita é menor do que aquela do equilíbrio e, uma vez nucleada a uma temperatura superior à de equilíbrio, a sua completa austenitização é pouco influenciada pela taxa de aquecimento.

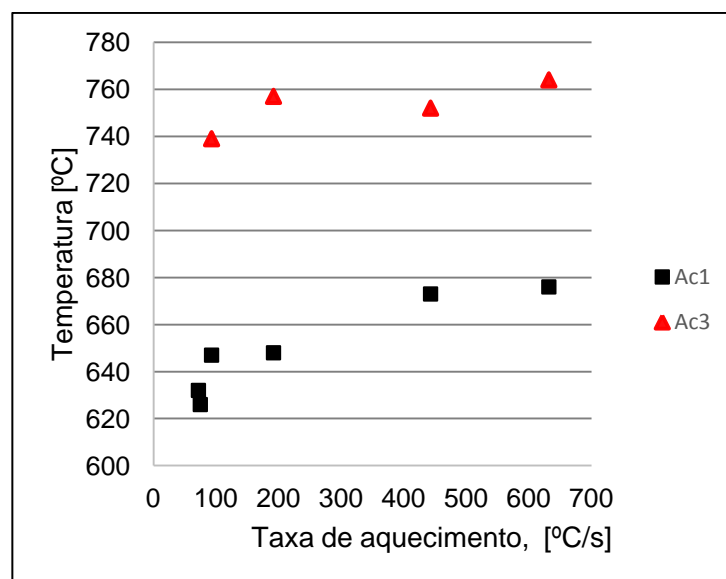


Figura 86 – Relação entre a taxa de aquecimento e as temperaturas de transformação  $Ac_1$  e  $Ac_3$ .

## 6. CONCLUSÕES

O estudo microestrutural da zona termicamente afetada do aço 9%Ni por meio de simulações computacional e física aliadas às técnicas de caracterização via MO, MEV, DRX, dilatométrica, saturação magnética e MET permitiram concluir que:

- As simulações computacional e física mostraram ser uma ótima ferramenta de estudo da ZTA do aço 9%Ni uma vez que apresentaram uma boa correlação com a junta real,
- O teor de austenita apresentou ter relação direta com a temperatura de pico. Quanto maior a temperatura de pico menor a fração de austenita encontrada nas amostras de ciclo térmico de soldagem. A fração de austenita se manteve estável em temperaturas de pico de 500 e 600°C, começou a aumentar em 650°C e atingiu seu máximo quando submetido à temperatura de pico na região intercrítica de 700°C. Com o aumento da temperatura de pico, seu teor começou a diminuir até ser dificilmente detectado em 1.100 e 1.370°C.
- As temperaturas de transformação  $Ac_1$  e  $Ac_3$  tendem a ser diretamente proporcional à taxa de aquecimento e à temperatura de pico.
- O tamanho de grão começa a aumentar em 1.100°C, atingindo seu máximo em 1.370°C.
- A dureza apresentou tendência a aumentar na região intercrítica e de grãos finos devido à presença predominante da microestrutura martensítica. A temperatura de pico de 1.370°C apresentou maior tamanho de grão e obteve uma leve queda na dureza quando comparado com os ciclos térmicos à  $T_p$  de 1.100, 850, 750 e 700°C.
- A ZTA do passe de acabamento do aço 9%Ni soldado é constituída majoritariamente por martensita e bainita.

## 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para trabalhos futuros recomenda-se que para cada uma das oito condições de amostras de aço 9%Ni simuladas termicamente seja realizado outras análises mais avançadas de caracterização microestrutural e que as mesmas sejam avaliadas sob o ponto de vista do comportamento mecânico e em meio corrosivo, sendo elas:

1. Avaliar o perfil de concentração dos elementos presentes na austenita utilizando Atom Probe Tomography (APT),
2. Realizar análises de EBSD para quantificação das fases presentes e avaliar a relação de orientação dos grãos,
3. Realizar ensaio de impacto charpy V-notch à  $-196^{\circ}\text{C}$ ,
4. Estabelecer uma relação entre a concentração e perfil dos elementos de liga da austenita e microestrutura com a energia de impacto,
5. Realizar ensaio à baixa taxa de deformação em meio corrosivo contendo água destilada e 0,5% de ácido acético com 99,2% de  $\text{CO}_2$  e balanço de  $\text{H}_2\text{S}$  borbulhado,
6. Realizar permeação de hidrogênio para avaliar a susceptibilidade de cada região da ZTA à difusão do hidrogênio.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. American Society for Testing and Materials. A333/A333M-11: Standard Specification for Seamless and Welded Steel Pipe for Low- Temperature Service. West Conshohocken (Philadelphia), 2011.
2. J. R. Strife, D. E. Passoja, M. Marshall, The Effect of Heat Treatment on Microstructure and Cryogenic Fracture Properties in 5Ni and 9Ni Steel, *Metall.Mater. Trans. A.* 11 (1980) 1341–1350. doi:10.1007/bf02653488.
3. American Society for Mechanical Engineers (ASME). Boiler and Pressure Vessel Code, Section VIII, Division 1: Design and Fabrication of Pressure Vessels. NewYork, New York, 2007.
4. H. Muraoka, Development of heavy 9% nickel steel plates with superior low-temperature toughness for LNG storage tanks. *Nippon Steel Technical Report.* Nagoya, 58, (1993) 9-16.
5. Q. Ahsan, A. S. M. A. Haseeb, N. I. Syahriah Binti Hussein, S. Y. Chang, 9%Nickel Steels and Their Welding Behavior, Elsevier, 2014. doi:10.1016/B978-0-08-096532-1.00614-2.
6. M. Kappes, M. Iannuzzi, R. B. Rebak, R.M. Carranza, Sulfide stress cracking of nickel-containing low alloy steels. *Corrosion Rev* (2014), 101-128.
7. K. J. Kim, L. H. Schwartz, On the Effects of Intercritical on the Impact Energy of Fe-9Ni-0.1C. *Materiàls Science and Engineering* (1978), 33, 5–20.
8. J. I. Kim, J. W. Morris, On the scavenging effect of precipitated austenite in a low carbon Fe-5.5Ni alloy. *Metallurgical Transactions* (1980) A,11, 1401–1406.
9. M. Wang, Z-Y. Liu, C-G, Li, Correlations of Ni Contents, Formation of Reversed Austenite and Toughness for Ni-Containing Cryogenic Steels, *Acta Metall. Sin.*, 2016. doi: 10.1007/s40195-016-0496-9.
10. B. Fultz, J. W. Morris, The mechanical stability of precipitated austenite in 9Ni steel, *Metall. Trans. A.* 16 (1985) 2251–2256. doi:10.1007/BF02670424.
11. J. M. Zhang H. Li, F. Yang, Q. Chi, L. K. Ji, Y. R. Feng, Effect of heat treatment process on mechanical properties and microstructure of a 9% Ni steel for large LNG storage tanks. *J. of Materials Engineering and Performance.* 22 (2013) 3867-3871. doi: 10.1007/s11665-013-0701-1.



12. K. Partin, K.O. Findley, C.J. Van Tyne, Microstructural and alloy influence on the low-temperature strengthening behavior of commercial steels used as plates. *Materials Science and Engineering A*, 527 (2010) 5143–5152. doi:10.1016/j.msea.2010.04.092.
13. Y. Kim, H.J. Kim, and J. W. Morris, The Influence of Precipitated Austenite on Hydrogen Embrittlement in 5.5Ni Steel, *Metallurgical Materials Transactions. A.17* (1986) 1157-1164. doi:10.1007/BF02665314.
14. K. Easterling, *Introduction to the Physical Metallurgy of Welding*. Second ed, utterworth-Heiremann, Oxford. United kingdom, 1992.
15. E. Nippes, J. Balaguer, A study of the Weld Heat-Affected Zone Toughness of 9% Nickel Steel. *Weld. Res. Suppl.* 57 (1986) 237-243. doi:10.1023/A:1004890027527.
16. R. C. Rodrigues, *Avaliação das Transformações de Fase do Aço com 9% de Níquel e das Zonas Termicamente Afetadas Simuladas in situ com Difração de raios-X Síncrotron*. Tese de Doutorado, Universidade Federal Fluminense, Brasil, 2016.
17. L. A. Pereira, *Avaliação da fragilização por hidrogênio do aço 9%Ni em função da microestrutura resultante pós simulação de ciclos térmicos*. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, 2016.
18. D. Rosenthal, The theory of moving sources and its application to metal treatments. *Trans. of the ASME*, 68 (1946) 849-866.
19. N. N. Rykalin, A.V. Nikolaev, Welding arc heat flow. *Weld World*, 9 (1971) 112-132.
20. S.T Mandziej, Physical simulation of metallurgical process, *Advanced Materials Analysis*, 44 (2010) 105-119.
21. L.J. Swartzendruber, V.P Itkin, C.B. Alcock, Section II. Phase Diagram Evaluations The Fe-Ni (Iron-Nickel) System, (1991) 12(3).
22. A.W. Pense; R.D Stout, Fracture Toughness and Related Characteristics of the Cryogenic Nickel Steels. *WRC Bulletin*, (1975) 205.
23. D. P. Fairchild, D. G. Howden, W. a. T. Clark, The mechanism of brittle fracture in a microalloyed steel: Part II. Mechanistic modeling. *Metallurgical and Materials Transactions*, (2000)A, 31, 653–667. doi:10.1007/s11661-000-0008-3

24. C.W Marschall; R.F. Hehemann, A. R. Troiano, The Characteristics of 9% Nickel Low Carbon Steel. *Trans. ASM* 1962, 55 (1), 135–148.
25. C.K. Syn,;S. Jin, J. W. Morris, Cryogenic Fracture Toughness of 9 Ni Steel Enhanced through Grain Refinement. *Met. Trans.* 1976, 7A (12), 1827–1832.
26. NIMS Materials Database, CCT Diagram 0,1C-9Ni, 2014
27. G. R. Brophy, A. J. Miller, The metallography and heat treatment of 8 to 10% nickel steel. In 30th Annual Convention of the Society (1948) 1185–1202.
28. T . Ôoka, K. A, Sugino, Study of a 9Ni low carbon steels. *Jpn. Inst. Met* (1960), 30, 435–441.
29. J. Il. Jang, J. S. Lee, J. B. Ju, , B. W. Lee, D. Kwon, W. S. Kim. Determination of microstructural criterion for cryogenic toughness variation in actual HAZs using microstructure-distribution maps. *Materials Science and Engineering A*, 351(2003), 183–189. doi:10.1016/S0921-5093(02)00850-X.
30. X. Q. Zhao,T. Pan, Q. F. Wang, H. Su, C. F. Yang, Q. X. Yang, Y. Q. Zhang, Effect of Intercritical Quenching on Reversed Austenite Formation and Cryogenic Toughness in QLT-Processed 9% Ni Steel. *Journal of Iron and Steel Research International* (2007) 14, 240–244. doi:10.1016/S1006-706X(08)60086-2
31. Y. H. Yang, Q.W. Cai, D. Tang, H. Bin.Wu, Precipitation and stability of reversed austenite in 9Ni steel. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 17 (2010) 587–595. doi:10.1007/s12613-010-0361-1
32. G. Krauss, *Steels: processing, structure and performance*, Chapter 5. Metals Park, OH: ASM; 2005.
33. C. C. Kinney, K.R. Pytlewski, A.G. Khachaturyan, J.W. Morris, The microstructure of lath martensite in quenched 9Ni steel. *Acta Materialia*, 69 (2014) 372–385. W. S.
34. T. Furuhashi, H. Kawata, S Morito, G. Miyamoto, T. Maki, Variant selection in grain boundary nucleation of upper bainite. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 39A (2008) 1003–1013. doi:10.1007/s11661-008-9510-9.
35. E. Keehan, L. Karlsson, H.-O. Andrén, H. K. D. H. Bhadeshia, Understanding Mechanical Properties of Novel High Strength Steel Weld Metals Through High-

- Resolution Microstructural Investigations. 7th. International Conference on trends in Welding Research, Pine Mountain, GA, USA, 16-20 May, 2005.
36. H. K. H. Bhadeshia, E. Keehan, L. Karlsson, H.-O. Andrén. Coalesced bainite. *Trans. Indian Inst. Met*, 59(5), 689-694, 2005.
  37. E. Keehan, L. Karlsson, H.-O. Andrén, Influence of C, Mn and Ni contents on microstructure and properties of strong steel weld metals, Parte I. Effect of Nickel content. *Science and Technology of Welding and Joining* 11. (2006) 1–8.
  38. E. Keehan, H. K. D. H. Bhadeshia, H.-O. Andrén, Microstructure characterization of a high strength steel weld metal containing the novel constituent coalesced bainite. *Em Manuscrito*.
  39. K. Zhang, H. Wu, D. Tang, High Temperature Deformation Behavior of Fe-9Ni-C Alloy. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 19(5) (2012) 58–62. doi:10.1016/S1006-706X(12)60100-9.
  40. Leem Dong-seok, Lee Yong-deuk, Jun Joong-hwan, Amount of Retained Austenite at Room Temperature After Reversed Transformation of Martensite to Austenite in an Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si Martensitic Stainless Steel. *Scripta Materialia*, 2001 45 :767.
  41. Notas de aula Prof. João Marcos Alcoforado Rebello, 2017.
  42. C. Y. Yang, Prediction of Hardness in Heat Affected Zone of 9%Ni Steel. *Advanced Materials Research*, Vols. 455-456, pp. 406-412, 2012.
  43. E. F. Nippes & W. F. Savage; Tests of Specimens Simulating Weld Heat-Affected Zones, *Welding Journal* 28 (1949), Res Suppl, p. 599s
  44. J. A. Goldak, M. Akhlaghi, *Computational Welding Mechanics*, ed. I. Springer Science Media. 2005.
  45. A. Anca, A. Cardona, J. Risso, V. D. Fachinotti. Finite element modeling of welding processes. *Applied Mathematical Modelling*. 35 (2011) 688-707.
  46. S.T. Mandziej, *Physical Simulation of Metallurgical Process*, Advanced Materials Analysis, 2009, Holanda.
  47. Gleeble Solutions Guide, 2014

48. H. S. Ferguson. Techniques and Software for Weldability Studies by Physical Simulation. Materials Weldability Symposium During Materials Week. ASMInternational. Detroit, MI, October, 1990.
49. R. Jenkins, R.L Snyder,. Introduction to X-ray powder diffractometry. New York: John Wiley, 1996. 403p.v138.
50. B.D. Cullity. Elements of X-ray diffraction. 2ed. Reading: Addison-Wesley, 1978.
51. HE, B.B. Two dimensional X-Ray Diffraction. Published by John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, 1954.
52. D. B. Williams, C. B. Carter, Transmission Electron Microscopy – Basics, v. I, Plenum Press, Nova York, 1996.
53. D. V. Sridhara Rao, K. Muraleedharan, C. J. Humphreys, TEM specimen preparation techniques. In: Méndez-Vilas, A., Díaz, J., Microscopy: Science, Technology, Applications and Education, Microscope Series (3) 2010.
54. G.C. de Andrés, F.G. Caballero, C. Capdevila, L.F. Álvarez, Application of dilatometric analysis to the study of solid-solid phase transformations in steels. Materials Characterization.2002;48(1):101-111.
55. M. Hunkel, H. Surm, M. Steinbacher, Dilatometry. Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry, (2018)103–129. doi:10.1016/b978-0-444-64062-8.00019-x.
56. S. Foner, The Review of Scientific Struments, 30, 548-557 (1959)
57. L. C. Sampaio, F. Garcia, G. R. C. Cernicchiaro e A. Y. Takeuchi, Revista Brasileira de Ensino de Física, 22, 406-410 (2000)
58. ASM Handbook, Volume 6, Welding, Brazing and Soldering, Welding of Nickel Alloys, ASM International, 1993.
59. ASTM A1033-10, Standard practice for quantitative measurement and reporting of hypoeutectoid carbon and low-alloy steel phase transformations, 2013, pp. 1-14.
60. J.A. Siefert, B.M. Leister, J.N. DuPont, Considerations in development of CCT diagrams for complex ferritic materials, Materials Science and Technology, (2015) 31:6, 651-660.
61. ASTM E112-13, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013.

62. H.M. Rietveld. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures  
J. Appl. Crystallogr., 2 (1969), pp. 65-71.
63. ASTM E92. Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of  
Metallic Materials, 2016.
64. E.J. Barrick, D. Jain, J.N. DuPont, Metall. and Mat Trans A (2017) 48: 5890.
65. K. Tsuzaki, K. Fujiwara, and T. Maki, Bainite Reaction in Fe-Ni-C Alloys, Mater.  
Trans. JIM, 1991, 32(8), p 667
66. M. Hayakawa, S. Matsuoka, K. Tsuzaki, Microstructural Analyses of Grain  
Boundary Carbides of Tempered Martensite in Medium-Carbon Steel by Atomic  
Force Microscopy. Materials Transactions, 43, No. 7 (2002) 1758-1766.
67. M. Villa, M.A.J. Somers. Activation Energy of Time-Dependent Martensite  
Formation in Steel. In: Stebner A., Olson G. eds. Proceedings of the International  
Conference on Martensitic Transformations: Chicago. The Minerals, Metals &  
Materials Series. Springer, Cham. doi: [https://doi.org/10.1007/978-3-319-76968-4\\_2](https://doi.org/10.1007/978-3-319-76968-4_2)
68. P. Pahuta, Z. Janik, L. Hyspecka, K. Mazanec, Structure of 9Ni and 9NiMo Steels  
for Cryogenic Applications. Transactions ISIJ, (26) 1986.
69. H.K.D.H. Bhadeshia., L-E. Svensson, Modelling the Evolution of Microstructure of  
Steel Weld Metal, Mathematical Modelling of Weld Phenomena, eds H. Cerjak, K.  
E. Easterling, Institute of Materials, London, 1993.
70. E. Keehan, L. Karlsson, H.O. Andrén, H.K.D.H. Bhadeshia, Understanding  
mechanical properties of novel high strength steel weld metals through high-  
resolution microstructural investigations.
71. G. Jahresengene, M. Wenn, M. Karlsen, I. Westermann, O. M. Akselsen, J. Hjelen,  
EBSD quantification of retained austenite in 9% Ni steel related to thermal  
treatments. International Society of Offshore and polar Engineers, 2015.
72. ASM Handbook Volume 6: Welding, Brazing and Soldering, tenth ed, ASM  
International, Ohio, 1993.
73. Du, R. Cao, Y. J. Yan, Z. L. Tian; Y. Peng, J. H. Chen, Fracture Behavior of 9%  
Nickel High-strength Steel at Various Temperatures Part I. Tensile Tests. Mater.  
Sci. Eng. A 2008, 486, 611–625.