



Universidade Federal  
do Rio de Janeiro  

---

Escola Politécnica

# ESTUDO DA ZONA TERMICAMENTE AFETADA DE SOLDAGEM DE REVESTIMENTO DE AÇO 9%Ni COM SUPERLIGA DE Ni625 EMPREGANDO O PROCESSO GTAW

Rodrigo Mattos Amaral Rocha

Projeto de Graduação apresentado ao curso de  
Engenharia Metalúrgica da Escola Politécnica,  
Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte  
dos requisitos necessários à obtenção do título de  
Engenheiro

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Rio de Janeiro

Setembro de 2018

ESTUDO DA ZONA TERMICAMENTE AFETADA DE SOLDAGEM DE  
REVESTIMENTO DE AÇO 9%Ni COM SUPERLIGA DE Ni625 EMPREGANDO O  
PROCESSO GTAW

Rodrigo Mattos Amaral Rocha

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO  
DE ENGENHARIA METALÚRGICA DA ESCOLA POLITÉCNICA DA  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS  
REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO  
METALÚRGICO.

Examinada por:



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



Prof. Juan Carlos Garcia de Blas, Dr. Ing.



Eng. Rodrigo Stohler Gonzaga, M.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

SETEMBRO DE 2018

Rocha, Rodrigo Mattos Amaral

Estudo da zona termicamente afetada de soldagem de revestimento de aço 9%Ni com superliga de Ni625 empregando o processo GTAW/ Rodrigo Mattos Amaral Rocha. – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2018. X, 46 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Projeto de Graduação – UFRJ/ Escola Politécnica/ Curso de Engenharia Metalúrgica, 2018.

Referências Bibliográficas: p. 45-46.

1. Aço 9%Ni. 2. Microdureza. 3. Microestrutura. I. Da Cruz Payão Filho. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia Metalúrgica. III. Título.



*A todos aqueles que de alguma forma  
estiveram e estão próximos a mim,  
influenciando-me positivamente e  
fazendo esta vida valer cada vez mais  
a pena.*

# Agradecimentos

A minha família, que não mediu esforços, fornecendo carinho e apoio, para que eu pudesse concluir essa etapa da minha vida.

A toda equipe do Laboratório Nacional de Tecnologia da Soldagem, que me ajudou com conhecimentos técnicos e incentivo para seguir com esse trabalho. Em especial, agradeço ao prof. João Payão pela paciência e oportunidade de compartilhar de um ambiente com pessoas tão competentes.

À Universidade Federal do Rio de Janeiro, pelos aprendizados, vivência e amigos, que pretendo conduzir por toda vida.

Às empresas colaboradoras – Petrobras, Vallourec, CladTek - que tornaram esse projeto final de curso possível por meio do fornecimento de materiais e serviços.

Aos amigos que compartilharam comigo dos momentos de descontração, e ajudaram a tornar cada semestre mais leve.

Resumo do Projeto de Graduação apresentação à Escola Politécnica/UFRJ como parte dos requisitos necessários para obtenção do grau de Engenheiro Metalúrgico.

ESTUDO DA ZONA TERMICAMENTE AFETADA DE SOLDAGEM DE  
REVESTIMENTO DE AÇO 9%Ni COM SUPERLIGA DE Ni625 EMPREGANDO O  
PROCESSO GTAW

Rodrigo Mattos Amaral Rocha

Setembro/2018

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Curso: Engenharia Metalúrgica

Neste trabalho foi feito um estudo sobre a ZTA do aço 9%Ni. Foram analisadas três amostras soldadas de diferentes maneiras pelo GTAW: cordão simples, uma camada de revestimento e camada dupla de revestimento. Realizou-se análise de tamanho de grão e microestrutura por meio de microscopia óptica, para diferentes regiões da ZTA, a fim de relacionar tal informação com um ensaio de microdureza feito ao longo de toda ZTA. Constatou-se que há sobreposição de ZTA em locais específicos das amostras soldadas com revestimento, e isso provoca um fenômeno de revenimento localizado da região, resultando, em grande parte dos casos, em refino de grão e aumento da dureza. A amostra com um cordão simples apresentou uma dureza homogênea ao longo de toda sua ZTA, mesmo com microestruturas muito distintas, explicitando que fatores concorrentes de endurecimento tendem a se equiparar.

*Palavras-chave:* aço 9%Ni, Soldagem, ZTA, microdureza, granulometria, caracterização microestrutural.

Abstract of Undergraduate Project presented to POLI/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for degree of Engineer.

STUDY OF THE HEAT AFFECTED ZONE OF 9%Ni STEEL CLADDING WITH  
Ni625 SUPERALLOY BY THE GTAW METHOD

Rodrigo Mattos Amaral Rocha

September/2018

Advisor: João da Cruz Payão Filho

Course: Metallurgical Engineering

In this work, a study was made on the HAZ of 9% Ni steel. Three samples welded in different ways by GTAW were analyzed: single bead, one cladding layer and double cladding layer. Grain size and microstructure analysis was performed by optical microscopy for different HAZ regions in order to relate such information to a microhardness test performed throughout HAZ.

It was verified that there is superposition of HAZ at specific sites of the welded samples with cladding, and this causes a phenomenon of localized tempering of the region, resulting, in most cases, in grain refining and increase of hardness. The sample with a single bead presented a homogeneous hardness throughout its HAZ, even with very different microstructures, explaining that competing hardening factors tend to equalize.

*Keywords:* 9%Ni Steel, Welding, HAZ, microhardness, granulometry, microstructural characterization.



# Sumário

Lista de figuras .....	xi
Lista de tabelas .....	xiii
1. Introdução.....	1
2. Revisão Bibliográfica .....	2
2.1. O aço 9% Ni .....	2
2.2. Soldagem .....	6
2.2.1. Fundamentos da soldagem a arco elétrico.....	6
2.2.2. Zona termicamente afetada.....	7
2.2.3. Gas Tungsten Arc Welding .....	8
2.3. Dureza.....	9
2.4. Microestrutura .....	12
3. Materiais e métodos.....	16
3.1. Materiais .....	16
3.2. Métodos .....	16
3.2.1. Soldagem .....	16
3.2.2. Ensaios.....	17
3.2.2.1. Ensaio de dobramento.....	18
3.2.2.2. Ensaio de corrosão .....	19
3.2.2.3. Ensaio de cisalhamento.....	19
3.2.2.4. Ensaio de dureza .....	20
3.2.2.5. Microdureza .....	21
3.2.3. Micrografias.....	22
3.2.4. Medição granulométrica .....	23
3.2.5. Simulação computacional.....	24
4. Resultados e discussão .....	25
4.1. Ensaios.....	25
4.1.1. Ensaio de dobramento .....	25
4.1.2. Ensaio de corrosão.....	26
4.1.3. Ensaio de dureza.....	26
4.1.4. Ensaio de cisalhamento .....	28
4.2. Macrografias.....	30
4.3. JMatPro.....	31
4.4. Micrografias.....	33
4.4.1. Medição granulométrica .....	33

4.4.2.	Extensão da ZTA .....	36
4.4.3.	Microdureza.....	38
4.4.3.1.	Amostra soldada com um cordão simples .....	38
4.4.3.2.	Amostra soldada com revestimento de camada única .....	39
4.4.3.3.	Amostra soldada com revestimento de camada dupla .....	41
5.	Conclusão .....	44
6.	Sugestões para trabalhos futuros .....	45
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	46

# Lista de figuras

<b>Figura 1:</b> Diagrama relacionando a porcentagem de níquel à tenacidade. [8] .....	4
<b>Figura 2:</b> Diagrama de fases binário Fe-Ni. [5] .....	5
<b>Figura 3:</b> Diagrama de Transformação Temperatura-Tempo do aço 9%Ni [5] .....	6
<b>Figura 4:</b> Desenho esquemático de um arco elétrico. (Adaptado de [14]) .....	7
<b>Figura 5:</b> Desenho esquemático da soldagem GTAW. [13].....	9
<b>Figura 6:</b> Distribuição de dureza de uma junta soldada de aço 9%Ni. (Adaptado de [15]) .....	10
<b>Figura 7:</b> Distribuição de dureza de uma junta soldada de aço 9%Ni. (Adaptado de [16]) .....	11
<b>Figura 8:</b> micrografia do aço 9%Ni como recebido. (Adaptado de [19]) .....	12
<b>Figura 9:</b> microscopia óptica do aço 9%Ni temperado e revenido por uma hora (a) à 813K (b) à 863K. (Adaptado de [7]) .....	13
<b>Figura 10:</b> Região de grãos grosseiros da zona termicamente afetada do aço 9%Ni. [19] .....	14
<b>Figura 11:</b> Região intercrítica da zona termicamente afetada do aço 9%Ni. [19].....	14
<b>Figura 12:</b> Microestrutura bainítica do aço 9%Ni formada por um tratamento isotérmico à 350°C. [20].....	15
<b>Figura 13:</b> Micrografias do MEV. (a) círculos mostram as ilhas de austenita. (b) ZGG. (c) ZGF. (d) Metal base. [19].....	15
<b>Figura 14:</b> Esboço da sequência de passes realizados durante a soldagem.....	17
<b>Figura 15:</b> equipamento utilizado no ensaio de dobramento .....	18
<b>Figura 16:</b> ensaio de cisalhamento na amostra soldada com dupla camada de revestimento .....	20
<b>Figura 17:</b> disposição das indentações realizadas no ensaio de Dureza Vickers .....	20
<b>Figura 18:</b> esboço de uma amostra soldada com uma camada de revestimento .....	21
<b>Figura 19:</b> disposição das indentações nas amostras soldadas por revestimento.....	22
<b>Figura 20:</b> Método dos interceptos utilizado para medir o tamanho de grão do aço 9%Ni.....	24
<b>Figura 21:</b> diferentes ângulos dos corpos de prova ensaiados no dobramento.....	25
<b>Figura 22:</b> ensaio de dureza Vickers Hv10 para o aço 9%Ni soldado com uma e duas camadas de revestimento. ....	27
<b>Figura 23:</b> Curvas Carga-Deslocamento obtidas no ensaio de cisalhamento do aço 9%Ni. À esquerda, a amostra com dupla camada de revestimento, e à direita, a amostra com camada única de revestimento. ....	28
<b>Figura 24:</b> Amostras após o ensaio de cisalhamento. À esquerda, a amostra com dupla camada, e à direita, a amostra com camada única. (Aumento de 16x).....	29
<b>Figura 25:</b> macrografias das amostras de aço 9%Ni soldadas por GTAW com A)	

revestimento de camada única; B) cordão simples e C) revestimento de dupla camada. .....	30
<b>Figura 26:</b> Curvas CCT em função do tempo e da taxa de resfriamento para tamanho de grão de 21 $\mu\text{m}$ . .....	31
<b>Figura 27:</b> Curvas CCT em função do tempo e da taxa de resfriamento para tamanho de grão de 8 $\mu\text{m}$ . .....	32
<b>Figura 28:</b> diagrama de fases do aço 9%Ni. ....	33
<b>Figura 29:</b> gráfico com os valores expostos na tabela 9 associados às micrografias de cada região da ZTA do aço 9%Ni, atacadas com ácido pícrico e cloreto férrico. ....	35
<b>Figura 30:</b> micrografias com ampliação de 10x das amostras soldadas com <b>A)</b> 1 passe; <b>B)</b> dupla camada e; <b>C)</b> camada única de revestimento. ....	36
<b>Figura 31:</b> gráfico relacionando a microdureza com a microestrutura da amostra. ....	38
<b>Figura 32:</b> gráfico comparando as microdurezas da amostra soldada com revestimento de camada única. ....	39
<b>Figura 33:</b> Microestruturas a 0,6mm da linha de fusão: vale à esquerda, e crista à direita. ....	40
<b>Figura 34:</b> Microestruturas a 1,3mm da linha de fusão: vale à esquerda, e crista à direita. ....	40
<b>Figura 35:</b> Microestruturas a 2,1mm da linha de fusão: vale à esquerda, e crista à direita. ....	41
<b>Figura 36:</b> gráfico comparando as microdurezas da amostra soldada com revestimento de camada dupla. ....	41
<b>Figura 37:</b> Microestruturas a 0,2mm da linha de fusão: vale à esquerda, e crista à direita. ....	42
<b>Figura 38:</b> Microestruturas a 1,1mm da linha de fusão: vale à esquerda, e crista à direita. ....	43
<b>Figura 39:</b> Microestruturas a 2,2mm da linha de fusão: vale à esquerda, e crista à direita. ....	43

# Lista de tabelas

<b>Tabela 1:</b> Composição requerida para o aço 9%Ni (Adaptado de [2]).....	3
<b>Tabela 2:</b> resultados de microdureza para diferentes tratamentos térmicos no aço 9%Ni. (Adaptado de [14]).....	11
<b>Tabela 3:</b> Composição química do aço 9%Ni.....	16
<b>Tabela 4:</b> Composição química da superliga de níquel 625. ....	16
<b>Tabela 5:</b> Parâmetros de soldagem utilizados na deposição simples de um cordão e na soldagem de revestimento de camada única.....	17
<b>Tabela 6:</b> Parâmetros de soldagem utilizados na soldagem de revestimento de camada dupla. ....	17
<b>Tabela 7:</b> resultados obtidos no ensaio de corrosão G48 do aço 9%Ni.....	26
<b>Tabela 8:</b> dados obtidos a partir do ensaio de cisalhamento no aço 9%Ni.....	28
<b>Tabela 9:</b> granulometria de diferentes regiões da ZTA da amostra de aço 9%Ni com um cordão de solda.....	34

## 1. Introdução

O aço criogênico com baixo teor de carbono e 9% em massa de níquel, é aplicado no transporte de gases liquefeitos por apresentar uma boa relação entre resistência mecânica e tenacidade em baixas temperaturas. No Brasil, o aço 9%Ni passou a ser considerado uma boa opção para aplicação na indústria de petróleo, diferente da comumente utilizada, em sistemas de injeção de CO<sub>2</sub>. Como o impacto ambiental causado pela liberação direta ou queima desse gás seria enorme, restou como alternativa reinjetar o CO<sub>2</sub> nos poços de exploração. Estes sistemas operam em altíssimas pressões (550bar) e são projetados para trabalhar em temperaturas criogênicas. A tradicional aplicação de aços inoxidáveis austeníticos ficou inviabilizada pelas grandes espessuras requisitadas por uma pressão tão alta.

Estes sistemas de injeção são formados por dutos que necessitam ser fabricados e montados por soldagem, portanto, o conhecimento do comportamento do material diante dos diversos ciclos de soldagem é essencial para permitir sua aplicação. Como fator complicante, a presença de H<sub>2</sub>S nestes sistemas limita os valores de dureza após a soldagem, para resistir ao trincamento sob tensão em presença de sulfeto. Neste complexo cenário, as transformações metalúrgicas deste aço durante o processo de soldagem nas propriedades criogênicas do aço 9%Ni devem ser estudadas para que haja domínio dessa condição especial para esta nova aplicação.

O objetivo desse trabalho é analisar os valores de dureza do aço 9%Ni ao longo de toda sua ZTA para diferentes amostras soldadas por revestimento ou cordão simples, com GTAW. Utilizou-se a microscopia óptica para fazer uma análise granulométrica e microestrutural do material, relacionando-as com os valores obtidos nos ensaios de microdureza.

## **2. Revisão Bibliográfica**

### **2.1. O aço 9% Ni**

Em 1942, a International Nickel Company, dos Estados Unidos, desenvolveu o aço com teor de 9% de níquel e baixo teor de carbono. Esse aço é empregado a temperaturas abaixo de zero, pois sua resistência ao impacto é mantida nessas circunstâncias, além de possuir boa soldabilidade – não é necessário tratamento térmico pós soldagem para seções menores que 50mm de espessura [1]. A importância desse material é enorme, pois os vasos de armazenamento e transporte de gases liquefeitos são produzidos desse aço. A liquefação desses gases é essencial para essa aplicação, pois reduz seu volume em mais de 600 vezes [4]. As crescentes necessidades de energia, combinadas a vontade de reduzir as emissões de gás carbônico levam ao aumento da demanda por gás natural liquefeito (GNL).

O aço 9%Ni foi reconhecido pela American Society of Mechanical Engineers (ASME) como um material adequado para aplicações criogênicas em 1952, seguindo as especificações das normas ASTM A353 e A553. Ademais, a norma ASTM A333 também padroniza especificações para tubos soldados sem costura para serviços à baixas temperaturas. A tabela 1 indica a composição requerida para esse aço. Os teores de fósforo e enxofre devem ser mantidos em níveis mínimos para evitar fragilidade ao revenido e formação de inclusões. O Mo é adicionado para aprimorar as propriedades de resistência e tenacidade à baixas temperaturas [5].

**Tabela 1:** Composição requerida para o aço 9%Ni (Adaptado de [2])

<b>Composição</b>	
<b>(ASTM A 553, tipo I)</b>	
Carbono, máx, %	0,13
Manganês, máx, %	0,9
Fósforo, máx, %	0,035
Enxofre, máx, %	0,04
Silício, máx, %	0,15-0,30
Nickel, máx, %	8,50-9,50

Para aços com aplicações criogênicas deve-se atentar para o fenômeno conhecido como “temperatura de transição”, que é a mudança de comportamento da fratura dúctil para frágil com o decaimento da temperatura. Kim et al [3] investigaram o efeito do teor de níquel na temperatura de transição dúctil-frágil e concluíram que o aumento do teor do mesmo, melhora essa propriedade. A figura 1 mostra o efeito do níquel na energia absorvida ao impacto no ensaio Charpy V em aços baixo carbono contendo de 0 a 13% de níquel da temperatura ambiente até -200°C. Portanto, o aço 9% Ni apresenta excepcional tenacidade, visto que a curva que representa sua resistência ao impacto começa a apresentar menores valores a partir de -150°C. Outra característica positiva desse aço é a sua ótima resistência ao entalhe, já que o mesmo é capaz de deslocar a curva do diagrama abaixo para a direita, podendo então verificar-se fratura frágil para temperaturas mais elevadas.



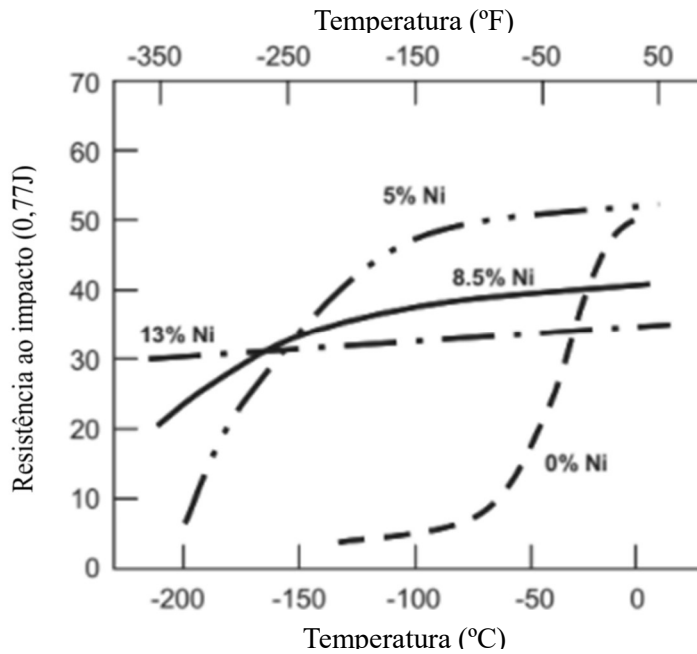


Figura 1: Diagrama relacionando a porcentagem de níquel à tenacidade. [8]

A combinação entre teor de níquel e tratamentos térmicos é o que fornece ao aço 9%Ni boas propriedades. O tratamento térmico (ASTM A 353) consiste em uma primeira normalização à 900°C, e um segundo à 790°C para refino de grão, seguido de um revenimento à 565°C. Outro tratamento térmico (ASTM A 553) possível é feito por uma têmpera e um revenimento, que proporcionam um limite de escoamento levemente maior em relação ao primeiro tratamento térmico citado acima. Esses tratamentos térmicos têm por objetivo aumentar a resistência mecânica (têmpera) e a ductilidade (revenimento).

Por tratar-se de um elemento gama-gênio, a adição de níquel faz com que a transformação austenita-ferrita comece a temperaturas mais baixas, retardando a formação de ferrita, além de diminuir a temperatura final da transformação martensítica. A figura 2 mostra o diagrama Fe-Ni, que representa com boa precisão e simplicidade o aço discutido, mesmo omitindo outros elementos presentes em menor quantidade. Portanto, o níquel estabiliza a austenita. Em seu trabalho, Khodir et al. [6] estudaram aços contendo entre 3 e 9% de níquel e concluíram que a quantidade de austenita retida aumenta com o teor de níquel. Somando-se esse fator ao tratamento térmico adequado, é

obtido uma quantidade entre 5 e 10% de austenita retida na microestrutura final do aço 9%Ni. Esse constituinte é desejado na microestrutura final desse material devido a sua apreciável tenacidade e boa resistência mecânica. Conforme constataram Passoja et al. [7], a presença da austenita no material diminui a precipitação de cementita, e como resultado, os valores de energia absorvida aumentam. Outros autores também conduziram estudos que reconhecem a importância da austenita retida na ótima tenacidade do aço 9%Ni em temperaturas criogênicas [9-12].

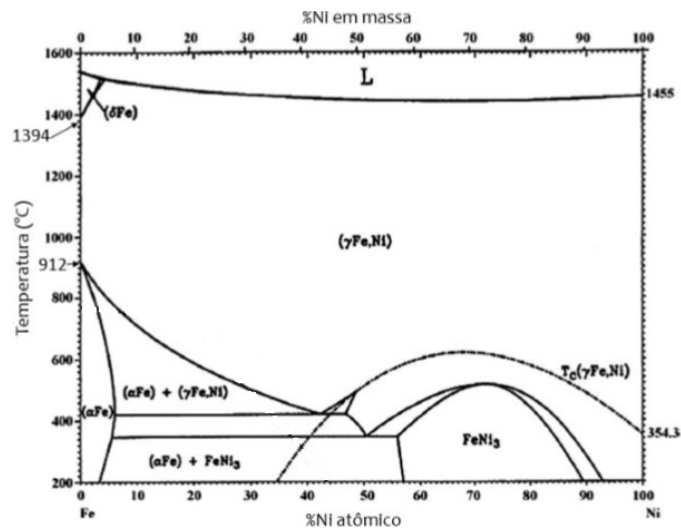


Figura 2: Diagrama de fases binário Fe-Ni. [5]

Na figura 3, é mostrado o diagrama TTT para diferentes taxas de resfriamento do aço 9%Ni. Devido à alta temperabilidade do material, observa-se uma microestrutura integralmente martensítica para os três primeiros resfriamentos, com durezas finais de aproximadamente 343 Hv. A presença de bainita aumenta conforme a velocidade de resfriamento diminui, o efeito disso é a diminuição da dureza. É esperado que a microestrutura final do aço 9%Ni seja composta apenas por martensita e bainita para as velocidades de resfriamento usuais, sendo a primeira mais abundante.

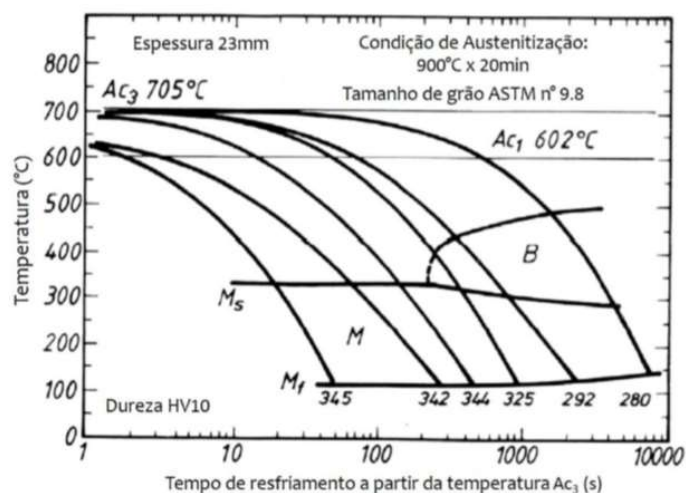


Figura 3: Diagrama de Transformação Temperatura-Tempo do aço 9%Ni [5]

## 2.2. Soldagem

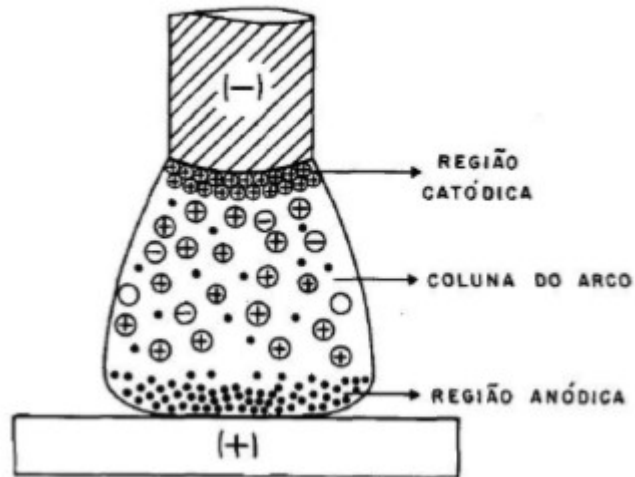
De acordo com a AWS (American Welding Society), a definição de soldagem é dada por: *“Processo de união de materiais usado para obter a coalescência localizada de metais e não-metais, produzida por aquecimento até uma temperatura adequada, com ou sem utilização de pressão e/ou material de adição.”*

Entretanto, atualmente muitos processos de soldagem são usados para deposição de material sobre uma superfície, com o intuito de recuperar peças desgastadas ou para a formação de um revestimento com características especiais [13], o que amplia a definição de soldagem.

### 2.2.1. Fundamentos da soldagem a arco elétrico

O arco elétrico é formado por uma descarga elétrica, suportado por meio de um gás ionizado, chamado de plasma, a alta temperatura. A descarga elétrica é mantida pela diferença de potencial entre as extremidades do arco. O plasma é constituído por moléculas, átomos, íons e elétrons. Os íons e elétrons são os responsáveis pela passagem da corrente elétrica no arco. A energia térmica produzida é aplicada para fusão localizada

das peças metálicas a serem unidas. Essa fonte de calor é amplamente utilizada devido a facilidade de controle, baixo custo relativo do equipamento, concentração adequada da energia gerada e aceitável nível de riscos à saúde do operador.



**Figura 4:** Desenho esquemático de um arco elétrico. (Adaptado de [14])

Um parâmetro usado para quantificar a energia térmica absorvida pela peça a partir da energia elétrica fornecida é o Aporte Térmico (H). Esse parâmetro é função da corrente (I), diferença de potencial (V), eficiência do processo de soldagem ( $\eta$ ) e velocidade de soldagem (v):

$$H[J/mm] = \frac{\eta \cdot V[V] \cdot I[A]}{v[mm / s]}$$

### 2.2.2. Zona termicamente afetada

A soldagem pode alterar severamente as propriedades metalúrgicas e estado de estresse do material imediatamente adjacente a junta soldada. O intenso calor gerado pelo arco de soldagem pode sujeitar o material circundante a severos ciclos térmicos. Esses ciclos sempre alteram, em alguma magnitude, a estrutura metalúrgica do metal base

próximo à solda, formando uma heterogeneidade no aço soldado. Essa região é chamada de zona termicamente afetada (ZTA). Diferentes áreas da ZTA podem ser caracterizadas pelas temperaturas de pico atingidas pelos ciclos térmicos durante a soldagem. As transformações estruturais iniciam-se entre 500 e 585°C no aço 9%Ni. Acima de 700°C essas mudanças são mais substanciais, havendo diminuição no teor de austenita residual. Para regiões que experimentam ciclos térmicos com pico de até 900°C, os grãos são mais finos do que os do metal base. As zonas que atingem temperaturas da ordem de 1200°C, próximas à linha de fusão, possuem granulometria grosseira e microestrutura essencialmente martensítica, o que confere a essa região durezas superiores à 380HV.

Em 1985, Nippes e Balaguer [14] compararam amostras simuladas termicamente na Gleeble. As temperaturas estudadas foram 500, 1000 e 1300°C, com um aporte térmico de 1,575kJ/mm. Uma das constatações desse trabalho foi a de que a zona termicamente afetada do aço 9%Ni é dividida em três regiões: grãos grosseiros, grãos finos e zona intercrítica. Onde a zona de maior granulometria encontra-se adjacente à linha de fusão, enquanto a região intercrítica está ao lado do metal que permaneceu inalterado (metal base) após o ciclo térmico.

### **2.2.3. Gas Tungsten Arc Welding**

A soldagem a arco com eletrodo de tungstênio e proteção gasosa une as partes metálicas pela fusão destas através de um arco elétrico situado entre o eletrodo e as peças que se pretende juntar. Como a solubilidade do metal aumenta exponencialmente a altas temperaturas, é importante garantir que haja uma proteção gasosa contra contaminantes na poça de fusão. Essa proteção é fornecida por uma nuvem de gás inerte ou uma mistura deles. A utilização de um metal de adição não é mandatória na soldagem GTAW, portanto há possibilidade de trabalhar-se com soldagem autógena. O principal diferencial desse

processo de soldagem é o eletrodo não consumível.

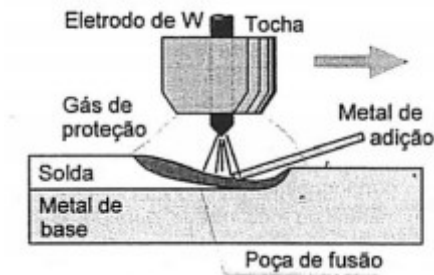


Figura 5: Desenho esquemático da soldagem GTAW. [13]

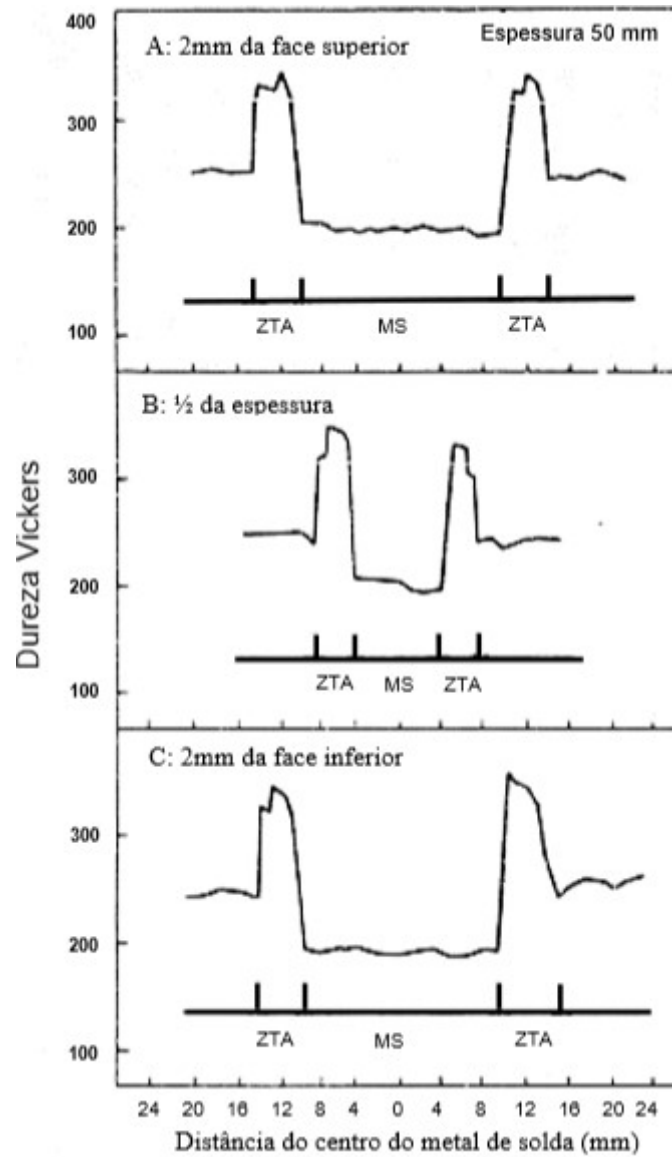
Na figura 5, é apresentado um desenho esquemático da operação de um processo de soldagem utilizando o processo GTAW. Neste exemplo é feito um cordão sobre chapa em posição plana. A proteção gasosa é feita através da tocha, circundando o arco e a poça de metal fundido. Nessa imagem, apesar de não ser obrigatório no TIG, foi acrescentado o metal de adição através de uma vareta.

Esse processo possui excelente controle da energia transferida para a peça devido ao controle independente da fonte de calor. Por isso, a soldagem de chapas finas apresenta ótimos resultados com o GTAW. Outro fator positivo é que não há grande geração de fumos devido à ausência de reações metal-gás e metal-escória. Quando comparado à soldagem com eletrodo revestido, o TIG possui custo de equipamentos e consumíveis alto e rendimento baixo. Consequentemente, costuma-se utilizá-lo em situações onde a qualidade seja priorizada em detrimento à produtividade.

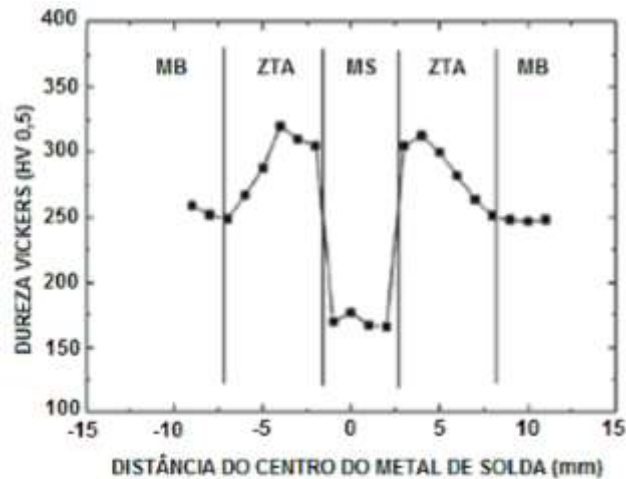
### 2.3. Dureza

Um processo de soldagem desajustado pode gerar propriedades mecânicas inadequadas para um aço. A avaliação da dureza da ZTA do aço 9%Ni é um importante critério pois, para aplicações envolvendo  $H_2S$ , essa região é considerada crítica e deve ter valores de dureza controlados.

As figuras 6 e 7 mostram a distribuição de dureza de uma junta soldada de aço 9%Ni. Conforme citado anteriormente, a ZTA apresenta maiores valores de dureza e, portanto, é a região que governa o desempenho e integridade da estrutura.



**Figura 6:** Distribuição de dureza de uma junta soldada de aço 9%Ni. (Adaptado de [15])



**Figura 7:** Distribuição de dureza de uma junta soldada de aço 9%Ni. (Adaptado de [16])

Nippes e Balaguer realizaram testes de microdureza em diferentes condições e tratamentos térmicos para o aço 9%Ni e obtiveram o resultado demonstrado na tabela 2. Pode-se considerar que o ciclo térmico de 1000°C equivale a região de grãos finos, enquanto o ciclo térmico de 1300°C simula a zona de grãos grosseiros e 500°C, o metal base.

**Tabela 2:** resultados de microdureza para diferentes tratamentos térmicos no aço 9%Ni. (Adaptado de [14])

<b>Tratamento térmico</b>	<b>Microdureza HV (200gf)</b>
Como recebido	256
Temperado	357
Têmpera + revenimento	246
Temperatura de pico do ciclo térmico 500°C	255
Temperatura de pico do ciclo térmico 1000°C	367
Temperatura de pico do ciclo térmico 1300°C	353

Além da soldagem com um cordão, existe também a técnica de soldagem multipasses, onde é possível obter transformações metalúrgicas e mecânicas na ZTA já afetada pelo primeiro passe. Nesse caso, é esperado que as regiões de ZTA sobrepostas sofram um efeito de revenido, mitigando a heterogeneidade da mesma, com refino de grão e diminuição da dureza. Alvarez concluiu em sua dissertação [17], que a sobreposição de ciclos térmicos é uma efetiva forma de redução dos níveis de dureza da ZTA.



## 2.4. Microestrutura

Zeeman [19] analisou a microestrutura de uma chapa de aço 9%Ni em seu estudo. A condição como-recebida, isto é, temperada e revenida, é mostrada na figura 8. Diferentes tratamentos térmicos criam diferentes microestruturas. Basicamente, as possíveis variações são uma matriz martensítica ou bainítica, e a quantidade de austenita retida/revertida, que pode apresentar teores de 5 a 15%.



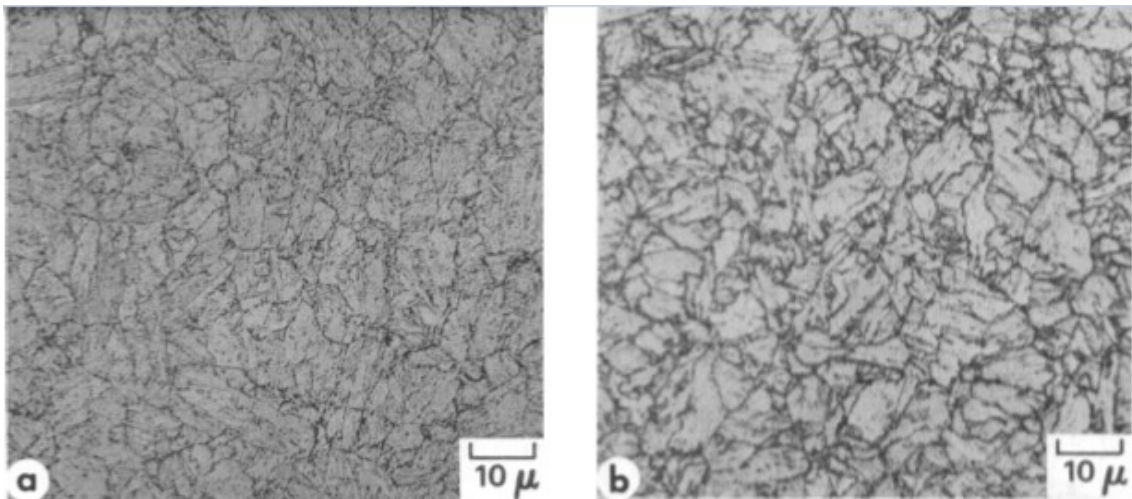
**Figura 8:** micrografia do aço 9%Ni como recebido. (Adaptado de [19])

Na figura acima, é possível observar extensivo bandejamento presente no material como recebido, resultado do fenômeno de segregação, ou seja, a heterogeneidade da composição química do aço durante a solidificação. É comum a observação desse fenômeno durante a análise microscópica do aço 9%Ni, sendo caracterizado por listras mais escuras ao longo da peça.

O aço 9%Ni possui dois principais tratamentos térmicos normatizados para sua fabricação, ambos consistem em gerar uma microestrutura de matriz martensítica e depois realizar um revenimento para adequar os teores das fases desejáveis. Considerando a figura 3 – que reproduz o diagrama TTT do aço 9%Ni -, uma têmpera a partir de uma temperatura completamente austenítica, transformará a austenita em martensita e não é

esperado que haja austenita retida. Para um resfriamento ao ar (normalização), pode-se observar bainita em materiais com maiores espessuras. A formação de austenita ocorre durante o tratamento de revenimento devido ao aquecimento acima de  $A_{c1}$ . Regiões enriquecidas em elementos austenitizantes são transformadas em austenita, mantendo-as estáveis mesmo após o resfriamento completo.

Ao comparar diferentes temperaturas de revenimento, Passoja [7] identificou disparidades na microestrutura do material. Para um revenimento de 1h à 813K, observou-se uma precipitação de carbeto bem difundida na matriz, enquanto uma temperatura de 863K mostrou glóbulos de austenita retida e precipitação de carbeto nos contornos dos pacotes de martensita.



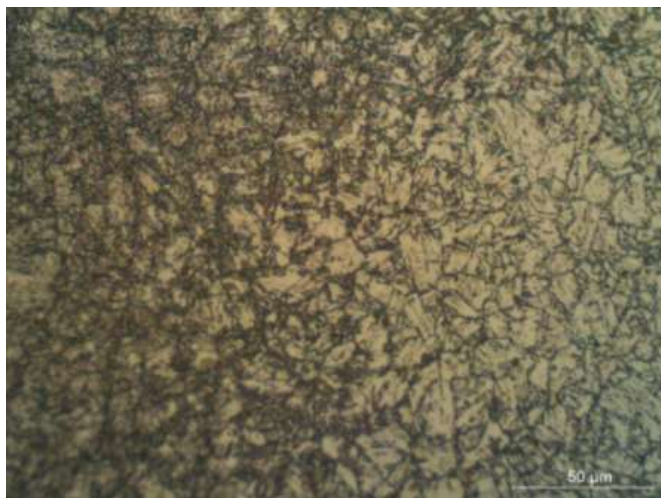
**Figura 9:** microscopia óptica do aço 9%Ni temperado e revenido por uma hora (a) à 813K (b) à 863K. (Adaptado de [7])

O impacto do calor associado à soldagem vai, inevitavelmente, induzir mudanças na microestrutura da ZTA do aço 9%Ni. Próximo à linha de fusão, observa-se uma região martensítica com grãos grosseiros e altos valores de dureza. Isso é ilustrado na figura 10.



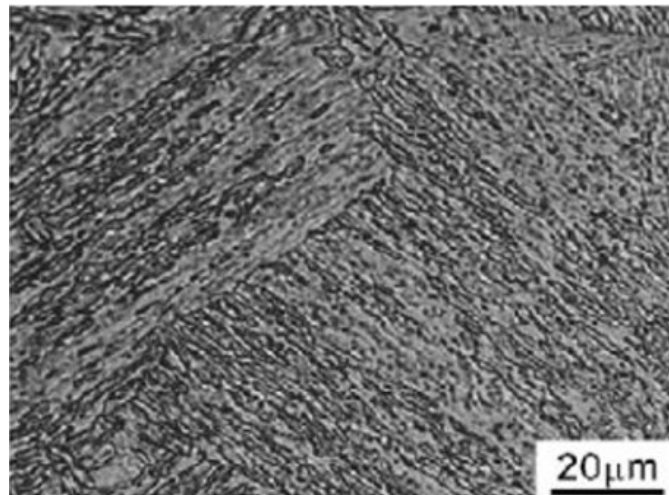
**Figura 10:** Região de grãos grosseiros da zona termicamente afetada do aço 9%Ni. [19]

A figura 11 mostra uma região de transição entre os grãos finos e o metal base, chamada de zona intercrítica. À esquerda, a região de grãos finos, onde as áreas mais escuras provavelmente são formadas por uma quantidade maior de austenita retida, em comparação com o resto da junta.



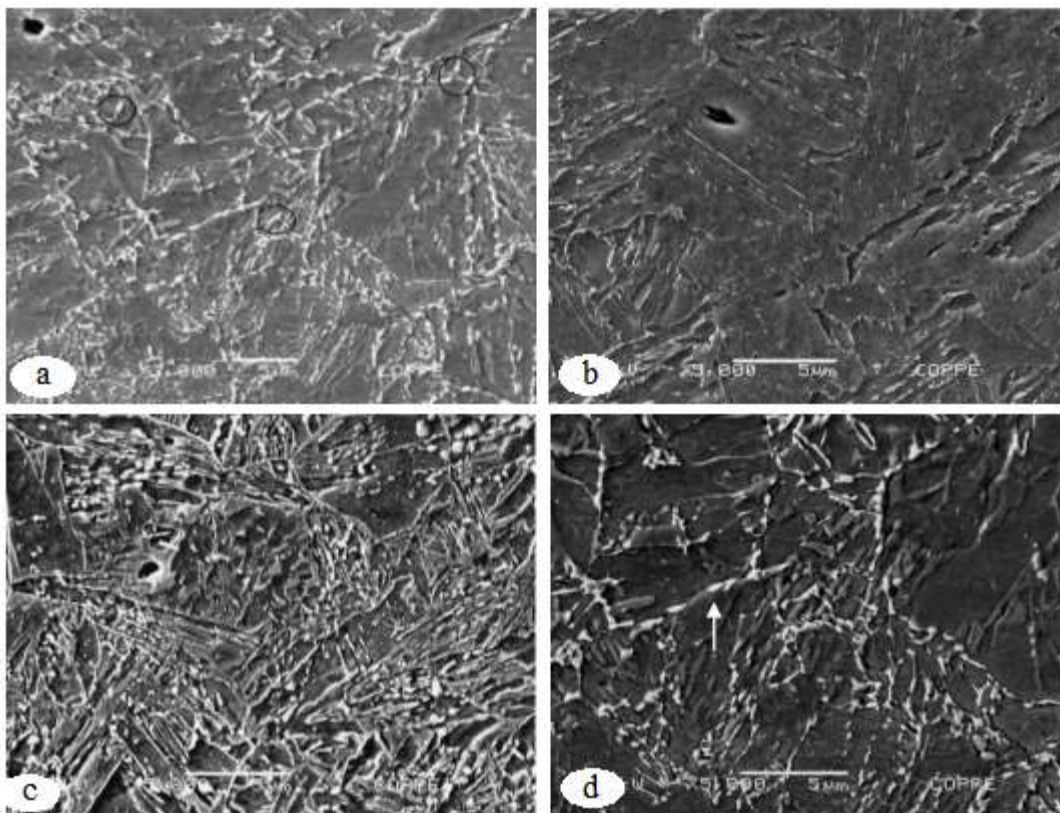
**Figura 11:** Região intercrítica da zona termicamente afetada do aço 9%Ni. [19]

Conforme citado anteriormente, dependendo do tratamento térmico empregado, há a possibilidade de obter-se uma microestrutura bainítica no aço 9%Ni. No trabalho de Kawata [20], essa estrutura foi gerada a partir de um tratamento isotérmico a 350°C e é apresentada na figura 12.



**Figura 12:** Microestrutura bainítica do aço 9%Ni formada por um tratamento isotérmico à 350°C. [20]

Como a microscopia óptica não permite a definição das ilhas de austenita, a microscopia eletrônica de varredura pode ser utilizada. Zeeman [19] circulou essas regiões em seu trabalho, conforme demonstrado na figura 13a. As outras imagens retratam, respectivamente, a zona de grãos grosseiros, grãos finos e metal base, como soldados.



**Figura 13:** Micrografias do MEV. (a) círculos mostram as ilhas de austenita. (b) ZGG. (c) ZGF. (d) Metal base. [19]

### 3. Materiais e métodos

#### 3.1. Materiais

O metal base utilizado para o desenvolvimento desse trabalho foram tubos do aço ASTM A333 Gr.8, fornecidos pela Vallourec Tubos do Brasil, na condição temperado e revenido. A composição química desses tubos é exibida na tabela 3:

Tabela 3: Composição química do aço 9%Ni.

Elemento	C	Mn	P	S	Si	Ni
% em massa	0.03-0.06	0.61	0.007	0.004	0.26	9.00

O metal de adição utilizado foi o Inconel 625 fornecido pela Sandvik. A resistência dessa liga provém principalmente dos elementos molibdênio e nióbio, que endurecem por solução sólida a matriz de níquel e cromo. Esse material apresenta ótima resistência à corrosão, excelente soldabilidade e elevada resistência a fluência [21]. Sua composição química é apresentada na tabela 4:

Tabela 4: Composição química da superliga de níquel 625.

Elemento	C	Mn	P	S	Si	Ni	Fe	Cr	Mo	Nb
% em massa	<0.03	0.2	<0.015	<0.010	0.2	>60	<1	22	9	3.5

#### 3.2. Métodos

##### 3.2.1. Soldagem

A empresa CladTek foi a responsável pela soldagem dos tubos estudados nesse trabalho, dando origem à três corpos de prova: um cordão soldado por deposição simples e outras duas soldagens de revestimento – uma com camada simples e outra com camada dupla. O metal de adição foi incrementado longitudinalmente ao tubo, que possuía 219,1mm de diâmetro e 31,7mm de espessura.

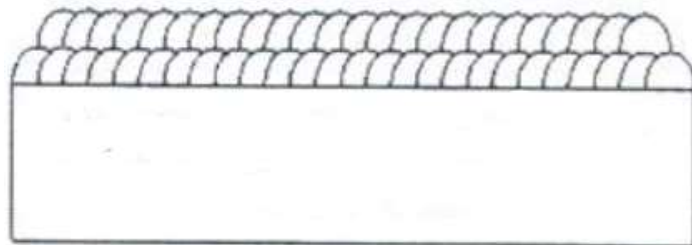
O processo de soldagem aplicado foi o GTAW, realizado manualmente, em posição plana, por meio do equipamento TRANSTIG 5000. O gás de proteção utilizado foi o Argônio com pureza de 99,998% e o metal de adição foi o ER NiCrMo-3. Os parâmetros de soldagem praticados estão dispostos nas tabelas 5 e 6.

**Tabela 5:** Parâmetros de soldagem utilizados na deposição simples de um cordão e na soldagem de revestimento de camada única.

	Corrente (A)			Voltagem (V)		Velocidade de soldagem (mm/min)	Energia de soldagem (kJ/mm)
	Tipo/Polaridade	Base	Pico	Mínimo	Máximo		
<b>Camada 1</b>	CC-	187,3	270,7	12,2	12,3	300	0,661

**Tabela 6:** Parâmetros de soldagem utilizados na soldagem de revestimento de camada dupla.

	Corrente (A)			Voltagem (V)		Velocidade de soldagem (mm/min)	Energia de soldagem (kJ/mm)
	Tipo/Polaridade	Base	Pico	Mínimo	Máximo		
<b>Camada 1</b>	CC-	177,9	258,2	12,5	12,9	300	0,654
<b>Camada 2</b>	CC-	176,6	259,6	12,4	12,9	320	0,611



**Figura 14:** Esboço da sequência de passes realizados durante a soldagem.

### 3.2.2. Ensaios

A fim de atestar a conformidade do material recebido, foram realizados ensaios de cisalhamento, corrosão, dobramento e dureza. A empresa responsável por tal foi a DMCJ, localizada no bairro de Campo Grande, no Rio de Janeiro.

### 3.2.2.1. Ensaio de dobramento

Esse ensaio avalia qualitativamente a ductilidade do material ao aplicar uma carga perpendicular ao eixo do corpo de prova até que seja atingido um ângulo de dobramento desejado. A carga é aplicada por meio de um cutelo e o corpo de prova fica disposto em dois apoios. Tanto o espaçamento dos apoios quanto o diâmetro do cutelo são especificados por normas, e determinam o grau de severidade do ensaio. O aparecimento de fendas, fissuras ou trincas na região tracionada é determinado por meio de análise macroscópica ao fim do teste, e indica a aprovação ou não, do material.

O ensaio de dobramento do aço 9%Ni executado foi o lateral transversal, de acordo com a norma ASME SECTION IX 2017, em quatro peças de dimensões 10x35mm, soldadas com revestimento de dupla camada. O ângulo de dobramento foi 180°, o diâmetro do cutelo era de 67mm e o espaçamento entre os rolos era de 90mm.



**Figura 15:** equipamento utilizado no ensaio de dobramento.

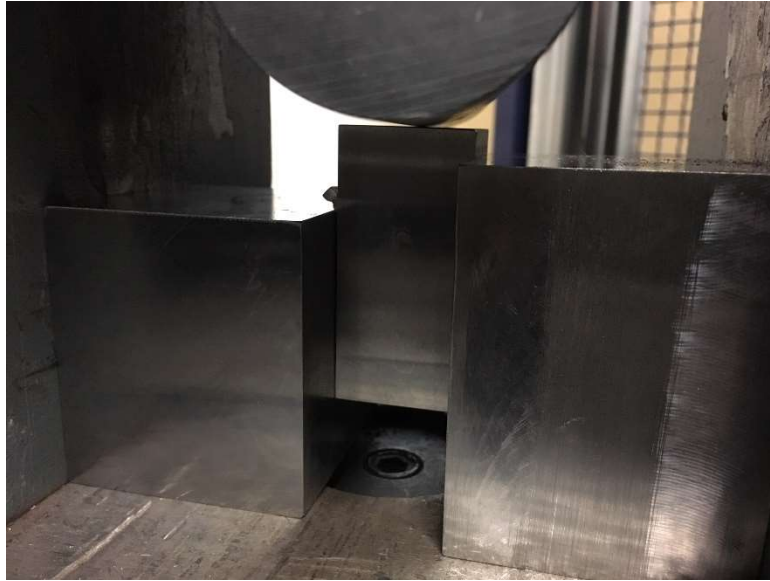
### **3.2.2.2. Ensaio de corrosão**

O ensaio realizado teve o intuito de avaliar a resistência à pites de corrosão do revestimento. A norma utilizada foi a ASTM G48 (método A), que avalia aços inoxidáveis e ligas de níquel quando expostos a ambientes oxidantes contendo cloreto. Os corpos de prova ensaiados foram os soldados com revestimento de uma e duas camadas, com dimensões de 45x15mm. Primeiramente, uma solução de limpeza contendo 20% HNO<sub>3</sub> e 5% de HF foi aplicada por cinco minutos à 60°C. Em seguida, esperou-se 24 horas para formação da camada passivadora e, em seguida, o material foi exposto a uma solução de FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O (100g para 900ml de água) por 24 horas à temperatura de 40±2°C. Para ser aprovado no teste, o material não pode apresentar pites de corrosão ao ser avaliado com aumentos de 20x. Além disso, a perda de massa não deve exceder 4,0g/m<sup>2</sup>.

### **3.2.2.3. Ensaio de cisalhamento**

Este é um ensaio destrutivo que avalia a resistência ao cisalhamento do material aplicando uma tensão cortante à seção transversal do corpo de prova. O ensaio de cisalhamento foi feito de acordo com a norma ASTM A370, e o equipamento utilizado pertencia à marca PANTEC, com capacidade máxima de 1000kN. Foram ensaiados dois corpos de prova: ambos soldados com revestimento e 25,4mm de diâmetro. Entretanto, um possuía 4,70mm de altura e outro 3,10mm, porque foram soldados com duas e uma camada, respectivamente.

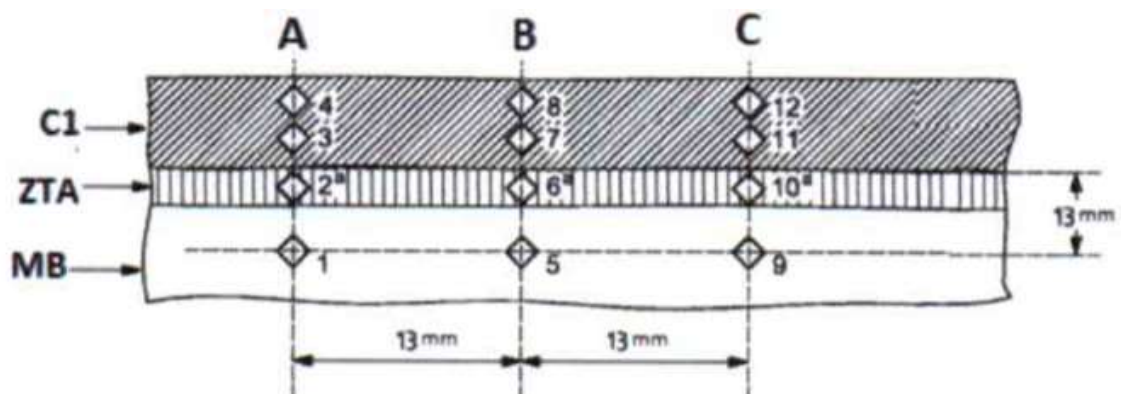




**Figura 16:** ensaio de cisalhamento na amostra soldada com dupla camada de revestimento.

### 3.2.2.4. Ensaio de dureza

O ensaio Vickers, com penetrador de diamante em formato de pirâmide com base quadrada e ângulo de  $136^\circ$  entre as faces opostas, foi realizado nas amostras soldadas por revestimento com uma e duas camadas, com carga HV10. A norma que rege esse ensaio é a ASTM E92. Foram realizadas um total de doze indentações em cada amostra, divididas em três perfis distintos, como mostra a figura 17. Os perfis de durezas, com quatro indentações cada, possuem duas penetrações no revestimento de Inconel 625, uma na ZTA e uma no metal base.

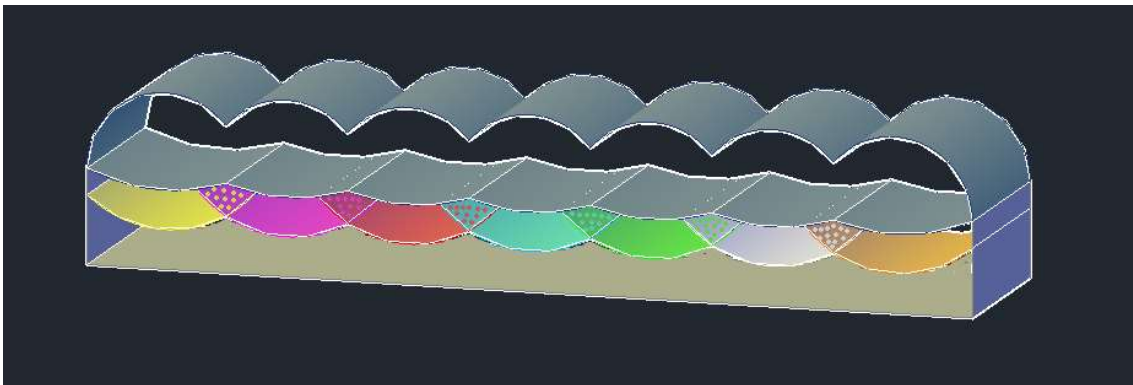


**Figura 17:** disposição das indentações realizadas no ensaio de Dureza Vickers.

### 3.2.2.5. Microdureza

Ensaio de microdureza Vickers foram realizados nesse estudo, com o objetivo de analisar a resistência mecânica ao longo da ZTA do aço 9%Ni. A opção por esse ensaio, que utiliza menores cargas para formar as indentações, aconteceu devido à necessidade de analisar a microestrutura do material progressiva e minuciosamente, com pequenos espaçamentos. Portanto, a carga utilizada foi HV0,05 durante 20 segundos.

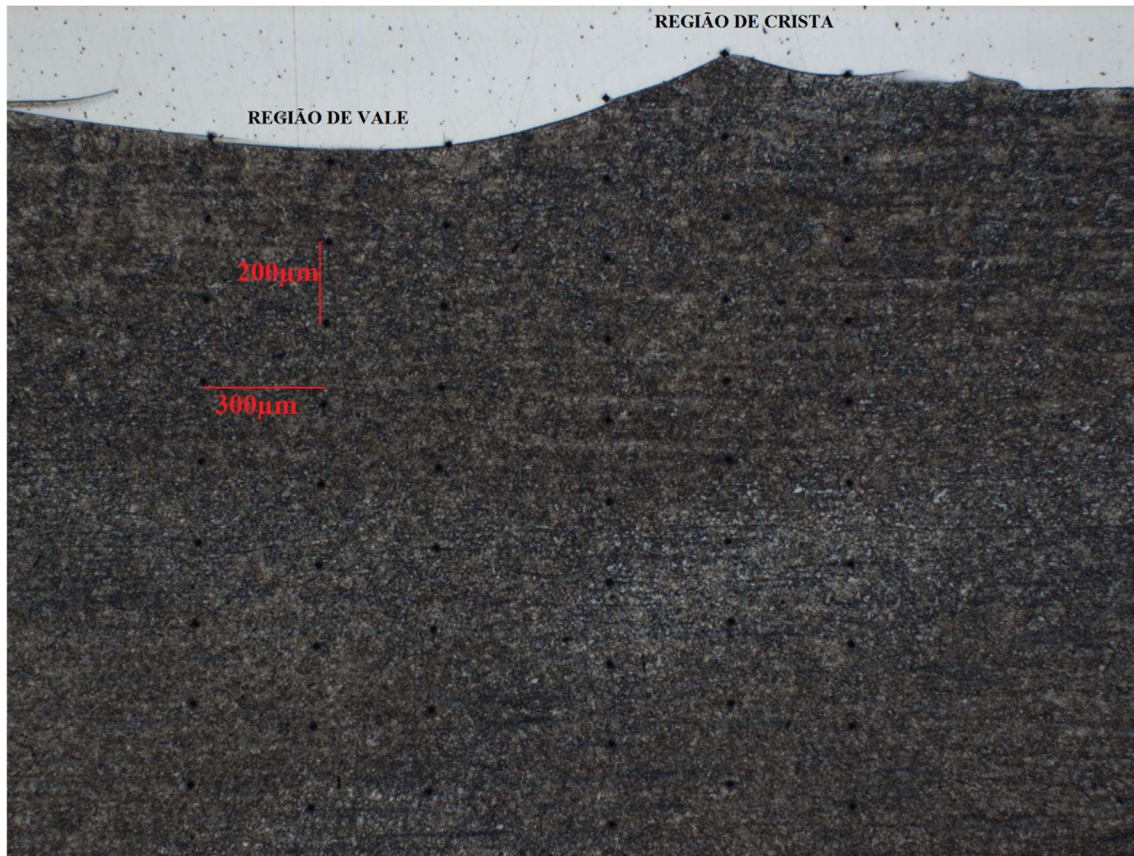
Os perfis de indentações foram feitos a partir da linha de fusão, percorrendo toda a zona termicamente afetada do material, até o metal base. As duas amostras soldadas com revestimento tiveram seis perfis indentados, três em uma região de vale e três em uma região de crista, conforme mostra a figura 19. Essas regiões são nomeadas dessa forma devido à diferença de altura presente no metal de solda, e suas zonas termicamente afetadas também se comportam de maneiras distintas: o metal não fundido da região de crista recebe influência do calor gerado por mais de um passe e assim, espera-se encontrar um efeito de revenimento nessa região. Por outro lado, o vale situa-se mais distante dos passes adjacentes e portanto, presume-se que sua ZTA receba pouca ou nenhuma interferência de outra fonte de calor. A figura 18 ilustra as regiões de crista e vale, também exibindo ZTAs com diferentes cores. Além disso, as regiões com superposição de ZTAs foram retratadas com preenchimentos pontilhados.



**Figura 18:** esboço de uma amostra soldada com uma camada de revestimento.

O distanciamento vertical entre as indentações é de 200 $\mu$ m, enquanto o

espaçamento entre cada perfil é de  $300\mu\text{m}$ . A amostra soldada por deposição simples de um cordão também recebeu três perfis com distanciamento idêntico ao das outras amostras.



**Figura 19:** disposição das indentações nas amostras soldadas por revestimento.

### 3.2.3. Micrografias

A preparação metalográfica dos corpos de prova foi realizada inicialmente com a sequência de lixas especificadas pela norma ANSI B74.18-2006, de números 100, 220, 320, 500 e 600.

Em seguida, as amostras foram polidas com panos aderidos de pastas de diamante com granulometrias de 3 e  $1\mu\text{m}$ . Para revelar a microestrutura foi feito ataque químico por agitação com nital 2% (2% de ácido nítrico e 98% de álcool etílico) durante cerca de 30 segundos.

As micrografias utilizadas nesse trabalho foram obtidas a partir do microscópio óptico AxioImager M2M da marca Zeiss, situado no Núcleo de Microscopia do LNTSold, na UFRJ. Esse equipamento tem acoplado a si o software AxioVision 4.8 que permite o tratamento das imagens, otimizando parâmetros como brilho, contraste e nitidez.

#### **3.2.4. Medição granulométrica**

A medida dos tamanhos de grão das amostras foi feita por meio do software AxioImager M2M da Zeiss, já mencionado na seção 3.2.4. Apenas a amostra com cordão simples passou por essa verificação, já que as amostras soldadas com multipasses possuem elevada complexidade devido a sobreposição das ZTAs. A análise para essas últimas amostras mencionadas foi feita qualitativamente.

O método utilizado foi o dos interceptos (figura 20), regido pela norma ASTM E112. A preparação metalográfica é feita com a mesma sequência de lixas e panos citados para o caso da microscopia e análise microestrutural, o que difere nesse caso é o ataque químico aplicado.

A solução utilizada no ataque químico continha 4g de ácido pícrico, 4g de cloreto férrico e 200ml de água destilada. A superfície de interesse foi molhada com detergente neutro e, em seguida a solução foi aplicada, através de um algodão, por pincelamento durante 3 minutos, para revelação dos contornos de grão da austenita prévia.



**Figura 20:** Método dos interceptos utilizado para medir o tamanho de grão do aço 9%Ni.

A fim de diminuir o erro associado ao método aplicado, a amostra analisada teve três imagens feitas em cada região da ZTA, totalizando 9 micrografias verificadas. O resultado final foi obtido por meio da média dessas três análises. As ZGG, ZGF e ZIC tiveram suas imagens feitas com distância de 2mm, 1mm e 0,5mm da linha de fusão, respectivamente.

### **3.2.5. Simulação computacional**

O software de simulação computacional JmatPro foi utilizado nesse trabalho para gerar duas curvas de transformação em resfriamento contínuo (CCT) para o aço 9%Ni, com o intuito de replicar resultados para a zona de grãos grosseiros e a zona de grãos finos. Os dados de entrada utilizados foram composição química, tamanho de grão da austenita prévia e temperatura de austenitização.

A composição química utilizada foi a mesma apresentada na tabela 3. Como o tamanho de grão para cada região já é conhecido, fixou-se o parâmetro temperatura de

austenitização em 1000°C tanto para a zona de grãos finos, quanto grãos grosseiros. O tamanho de grão utilizado para a ZGF foi 8 $\mu$ m, enquanto da ZGG foi 21 $\mu$ m. Ao fixar-se a temperatura de austenitização, o vasto crescimento de grão associado a temperaturas acima de 1000°C é eliminado e pode-se assegurar que o tamanho de grão final condiz com o material analisado.

O software Thermocalc foi utilizado para gerar o diagrama de fases do aço 9%Ni. A composição química da tabela 3 foi usada como dado de entrada para o processamento de tal dado.

## **4. Resultados e discussão**

### **4.1. Ensaios**

#### **4.1.1. Ensaio de dobramento**

O ensaio de dobramento realizado nas quatro amostras soldadas com dupla camada de revestimento apresentou resultados aceitáveis, ou seja, não foram observadas descontinuidades após serem submetidas à flexão. Portanto, o material foi aprovado nesse ensaio, o que indica que as propriedades mecânicas do material analisadas mantiveram-se satisfatórias mesmo após a soldagem.



**Figura 21:** diferentes ângulos dos corpos de prova ensaiados no dobramento.

#### 4.1.2. Ensaio de corrosão

O ensaio de corrosão G48 realizado nas amostras soldadas com uma e duas camadas de revestimento aprovou o material quanto à resistência à corrosão por pites. Atestou-se a ausência de pites de corrosão após o material ser observado em um aumento de 20x. A tabela 7 explicita os resultados numericamente quanto à perda de massa durante o ensaio. Os valores exibidos são ótimos e estão consideravelmente abaixo do máximo permitido de  $4\text{g/m}^2$ .

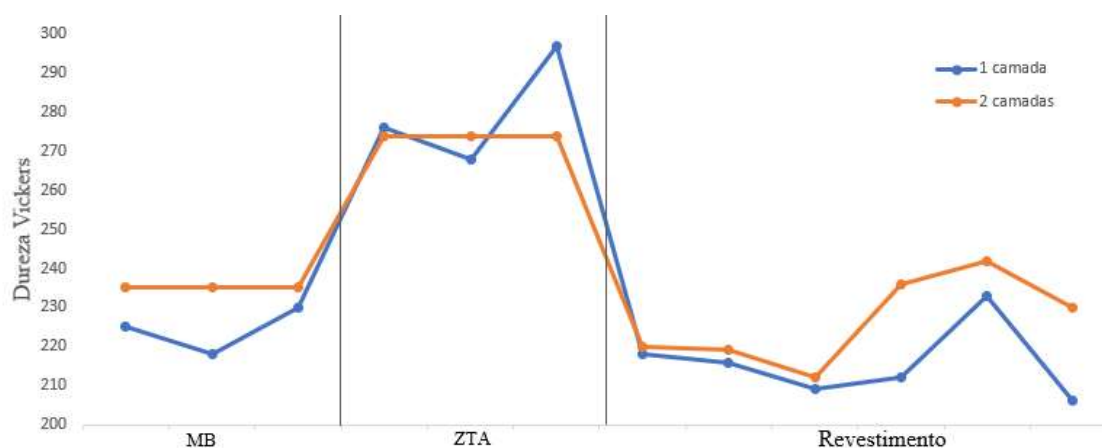
Como esse ensaio analisa o revestimento do aço 9%Ni, ao verificar os dados da tabela, pode-se concluir que a amostra soldada com dupla camada possui melhores propriedades de resistência à corrosão pois a perda de massa apresentada é menor do que a metade do valor observado para a amostra soldada com camada única.

Tabela 7: resultados obtidos no ensaio de corrosão G48 do aço 9%Ni.

Amostra	Área total ( $\text{m}^2$ )	Peso (g)		Perda de massa	
		Inicial	Final	$\text{g}/(\text{m}^2)$	g
2 camadas	0,0017687	16,385	16,384	0,5665	0,001
1 camada	0,0015815	9,738	9,736	1,2646	0,002

#### 4.1.3. Ensaio de dureza

Os resultados dos ensaios de dureza podem ser observados na figura 22. O eixo das ordenadas fornece os valores de dureza Vickers Hv10, enquanto o eixo das abscissas indica à qual região pertencem os pontos analisados.



**Figura 22:** ensaio de dureza Vickers Hv10 para o aço 9%Ni soldado com uma e duas camadas de revestimento.

Como foram empregadas cargas altas nesse ensaio, cada indentação gerada representa uma área relativamente grande, o que permite apenas uma análise superficial das amostras. O ensaio de microdureza, também realizado nesse trabalho, é capaz de fornecer informações mais minuciosas sobre o material.

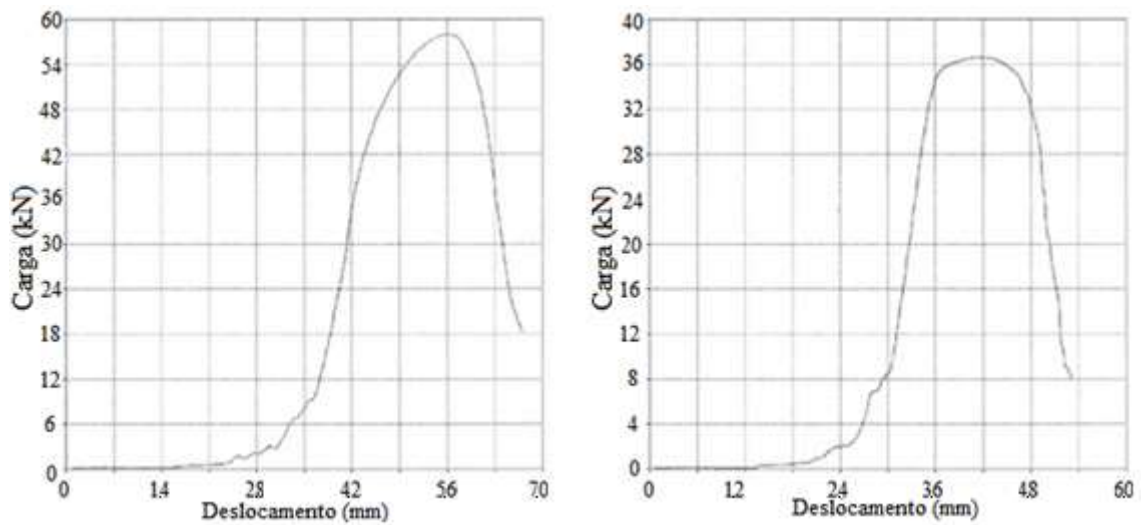
Entretanto, nota-se que a ZTA possui dureza mais elevada do que o metal base e o revestimento. Além disso, é possível observar no gráfico que a dureza da segunda camada de revestimento – representada pelos três últimos pontos da linha laranja – apresenta valores mais elevados em relação à primeira camada de revestimento da mesma amostra. Presume-se então que a primeira camada sofreu um revenimento pelo calor gerado durante a soldagem da segunda camada, e por isso teve uma diminuição em sua dureza.

Por outro lado, a média dos valores para a ZTA de cada amostra denota grande semelhança. No entanto, a amostra com camada única de revestimento exibe maior desvio padrão, o que expõe maior homogeneidade para a soldagem com dupla camada de revestimento. O metal de base apresentou certa dispersão entre as amostras, o que não era esperado, visto que essa região não sofre influência do calor gerado na soldagem e trata-se do mesmo material. Contudo, esse ensaio obteve resultados aceitáveis, que não condenam a soldagem realizada.



#### 4.1.4. Ensaio de cisalhamento

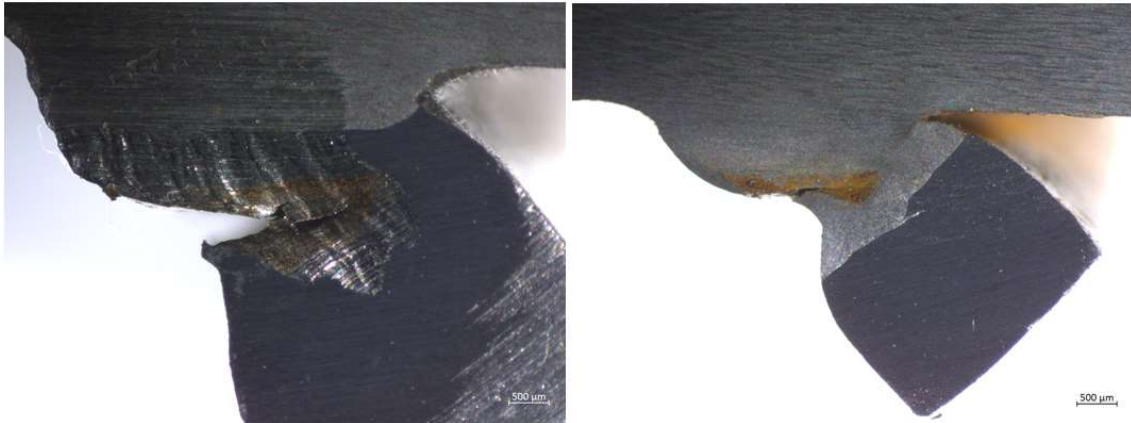
O ensaio de cisalhamento também foi realizado nas amostras soldadas com uma e duas camadas de revestimento. Foram geradas curvas que relacionam a carga aplicada com o deslocamento horizontal observado, que são expostas na figura 23. A tabela 8 indica os dados numéricos obtidos nesse ensaio.



**Figura 23:** Curvas Carga-Deslocamento obtidas no ensaio de cisalhamento do aço 9%Ni. À esquerda, a amostra com dupla camada de revestimento, e à direita, a amostra com camada única de revestimento.

**Tabela 8:** dados obtidos a partir do ensaio de cisalhamento no aço 9%Ni.

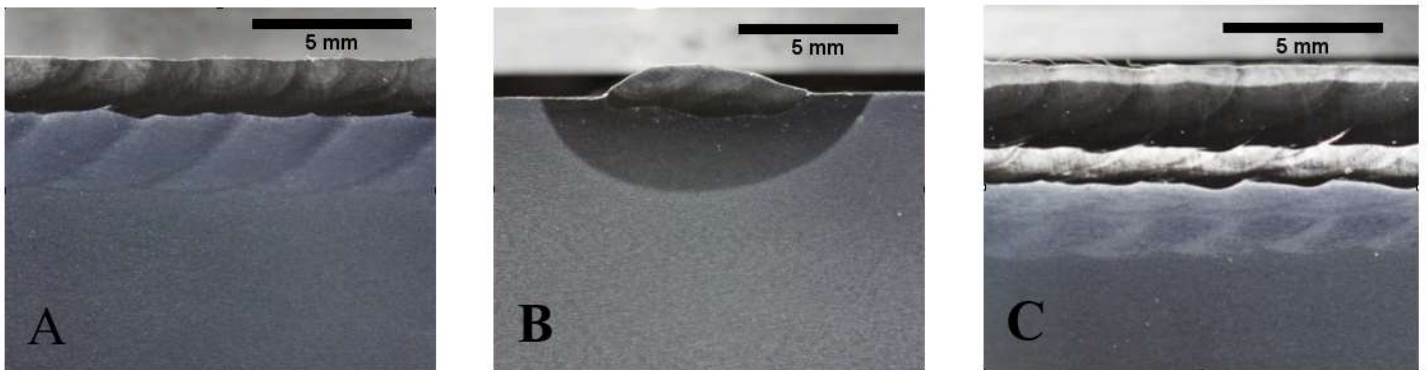
Amostra	Dimensões			Carga máxima (N)	Tensão (MPa)
	Largura (mm)	Altura (mm)	Área (mm <sup>2</sup> )		
2 camadas	25,40	4,70	119,38	57909,0	485
1 camada	25,40	3,10	78,74	36614,1	465



**Figura 24:** Amostras após o ensaio de cisalhamento. À esquerda, a amostra com dupla camada, e à direita, a amostra com camada única. (Aumento de 16x)

Os gráficos mostram que a amostra com dupla camada de revestimento soldado suportou tanto cargas mais altas quanto maior alongamento antes de colapsar. A figura 24 especifica onde houve o trincamento do material para cada corpo de prova analisado: no revestimento para a amostra com dupla camada; e na ZTA para a amostra com camada única. Esse resultado pode ser explicado pelo alto valor de dureza da zona de grãos grosseiros da amostra com camada única de revestimento. Por outro lado, a amostra soldada com dupla camada contém grãos mais finos devido ao revenimento da ZTA ocorrido durante a soldagem da segunda camada, e assim detém propriedades mecânicas melhores, capazes de suportar mais aos esforços do ensaio e por isso, o rompimento ocorreu no revestimento.

## 4.2. Macrografias



**Figura 25:** macrografias das amostras de aço 9%Ni soldadas por GTAW com A) revestimento de camada única; B) cordão simples e C) revestimento de dupla camada.

A figura 25B mostra com clareza a ZTA formada na amostra com um cordão de solda simples. Essa região é representada pelo semicírculo ao redor do metal de solda, e tem essa tonalidade diferenciada do restante do metal de base devido ao ataque químico sofrido na etapa de preparação metalográfica.

As figuras 25A e 25C expõem amostras que possuem revestimentos de inconel 625, com uma e duas camadas, respectivamente. É possível verificar que essas soldagens multipasses geraram diversas ZTAs, que se sobrepuseram em algumas regiões, conforme pode-se constatar nas macrografias acima. Esse fenômeno poderá ser avaliado pela comparação de micrografias entre regiões de vale e crista de uma mesma amostra.

### 4.3. JMatPro

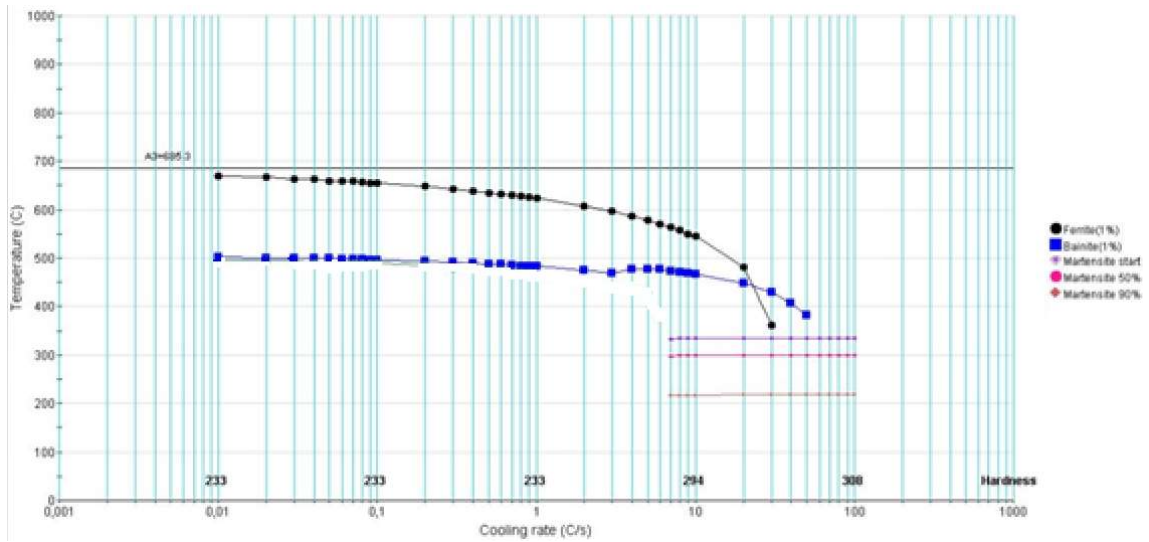
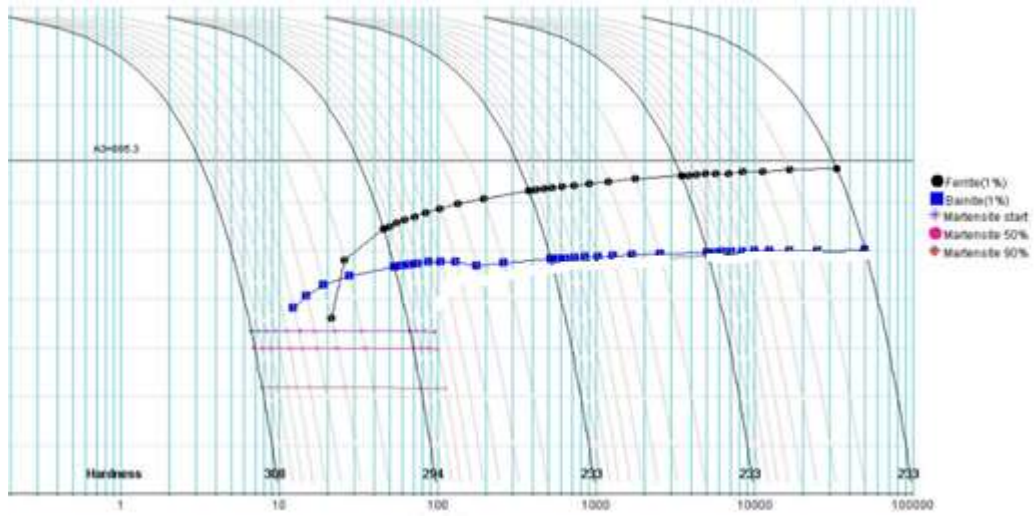
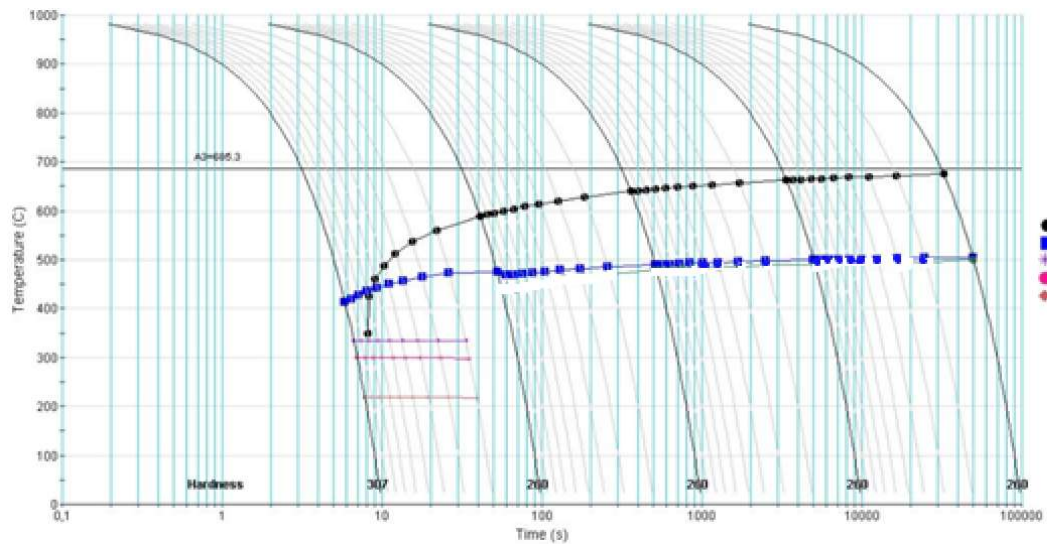
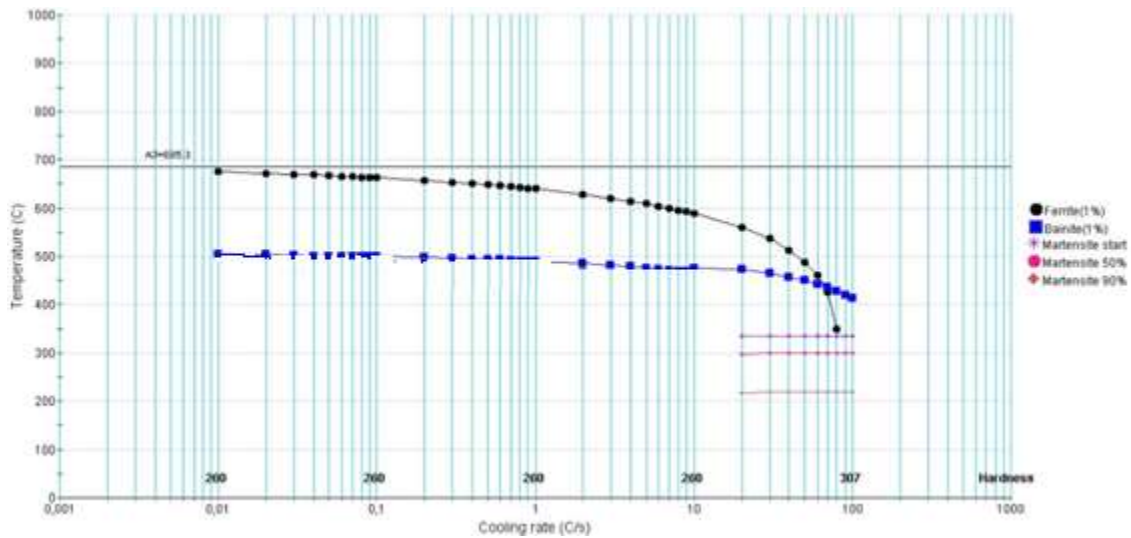


Figura 26: Curvas CCT em função do tempo e da taxa de resfriamento para tamanho de grão de 21  $\mu\text{m}$ .





**Figura 27:** Curvas CCT em função do tempo e da taxa de resfriamento para tamanho de grão de 8µm.

Os diagramas diferenciam-se pelo tamanho de grão da região do material analisado. As duas primeiras curvas referem-se à zona de grãos grosseiros da ZTA, com 21µm, enquanto os últimos dois diagramas pertencem à região de grãos finos, com dimensão média de 8µm. Esses valores de granulometria foram obtidos nesse mesmo trabalho e serão expostos na seção seguinte. A temperatura de austenitização foi fixada em 1000°C, conforme explicado no segmento de ‘Métodos’.

As curvas referentes à ZGG indicam que o material tem uma forte tendência a possuir uma microestrutura exclusivamente martensítica, devido a sua alta temperabilidade. Como contornos de grão são sítios preferenciais para formação de fases como bainita e ferrita; grãos maiores deslocam as curvas do diagrama CCT (taxa de resfriamento x temperatura) para a esquerda, e facilitam a formação de martensita, que ocorre por transformação adifusional. É possível constatar pelo gráfico, que para taxas de resfriamento maiores que 60°C/s a microestrutura da ZGG já é predominantemente martensítica (90%). Por meio de simulações feitas no software Sysweld, estima-se que a taxa de resfriamento dessa região seja em torno de 80°C/s e conseqüentemente, a microestrutura final prevalente da ZGG seja martensítica.

A taxa de resfriamento usada como referência para a zona de grãos finos foi 70°C/s, também obtida por meio de simulação. Dessa forma, a análise dos gráficos para tamanho de grão de 8µm indica que essa região detém microestrutura formada por bainita, ferrita e martensita.

#### 4.4. Micrografias

##### 4.4.1. Medição granulométrica

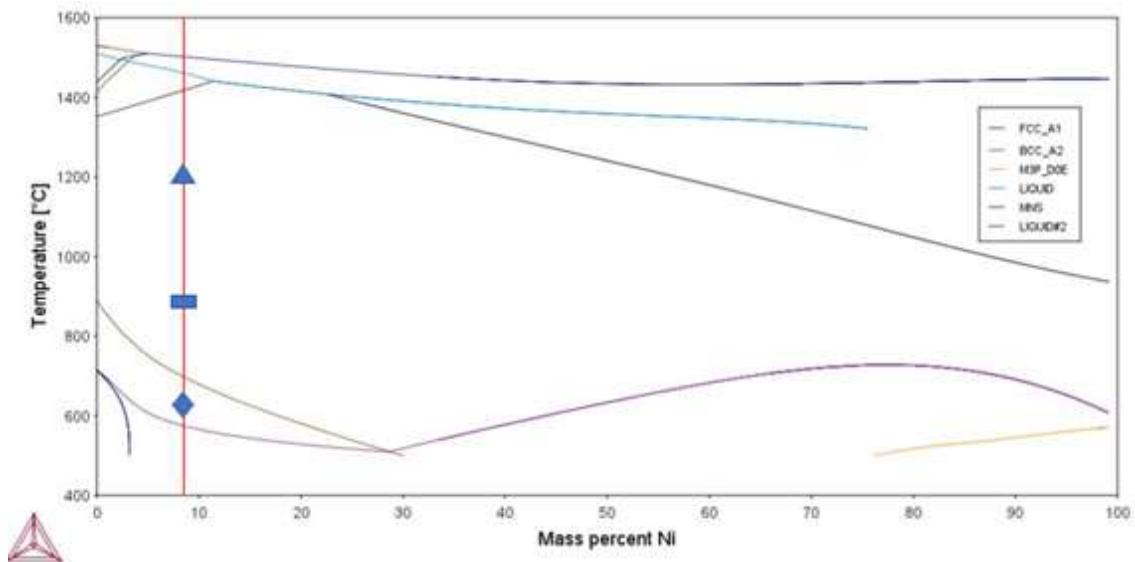


Figura 28: diagrama de fases do aço 9%Ni.

O diagrama de fases exibido na figura anterior foi gerado a partir do software Thermocalc. As formas geométricas contidas nele tem o intuito de elucidar a temperatura de pico atingida por cada região da ZTA, apesar dessa sofrer mudanças graduais conforme distancia-se da linha de fusão, foram definidas as temperaturas de 1200°C (triângulo), 900°C (retângulo) e 650°C (losango) para as zonas de grãos grosseiros, grãos finos e intercríticos, respectivamente.

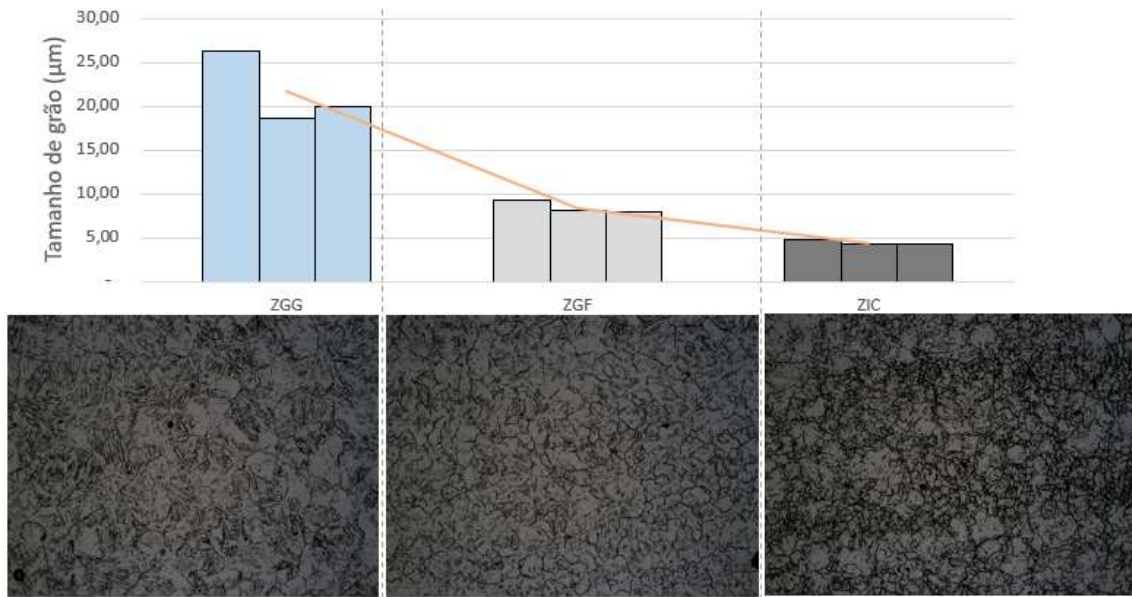
A tabela 9 expõe os resultados da granulometria obtidos a partir do software AxioVision 4.8. O baixo desvio padrão exibido entre imagens da mesma região

concede boa confiabilidade ao método aplicado. Como previsto, regiões mais próximas da linha de fusão, como a ZGG, apresentaram tamanhos de grão maiores para a austenita prévia. Isso acontece porque essas áreas experimentam altas temperaturas de pico, muito acima de AC3 (conforme demonstrado no diagrama de fases acima), o que acelera consideravelmente o crescimento de grão. Esse fenômeno acontece pelo processo espontâneo de redução de energia superficial, que ocorre pela redução da área de contornos de grão.

Apontou-se granulometrias de cerca de  $8\mu\text{m}$  para a ZGF, isso acontece porque os ciclos térmicos sofridos por essa região atingem temperaturas de  $900^{\circ}\text{C}$ , pouco acima de AC3, e portanto o grão da austenita prévia não cresce exacerbadamente. A região que apresentou granulometria mais fina foi a ZIC, onde as temperaturas de pico dos ciclos térmicos experimentadas durante a soldagem situam-se entre AC1 e AC3. O resfriamento a partir dessa região bifásica, de austenita e ferrita, caracteriza-se pela nucleação de ilhas de austenita revertida nos contornos de grão da matriz ferrítica, o que concede ao material essa granulometria menor quando comparado às outras áreas da ZTA. Vale ressaltar que conforme a temperatura decresce, nem toda austenita revertida irá manter-se nessa fase, transformando-se em martensita.

**Tabela 9:** granulometria de diferentes regiões da ZTA da amostra de aço 9%Ni com um cordão de solda.

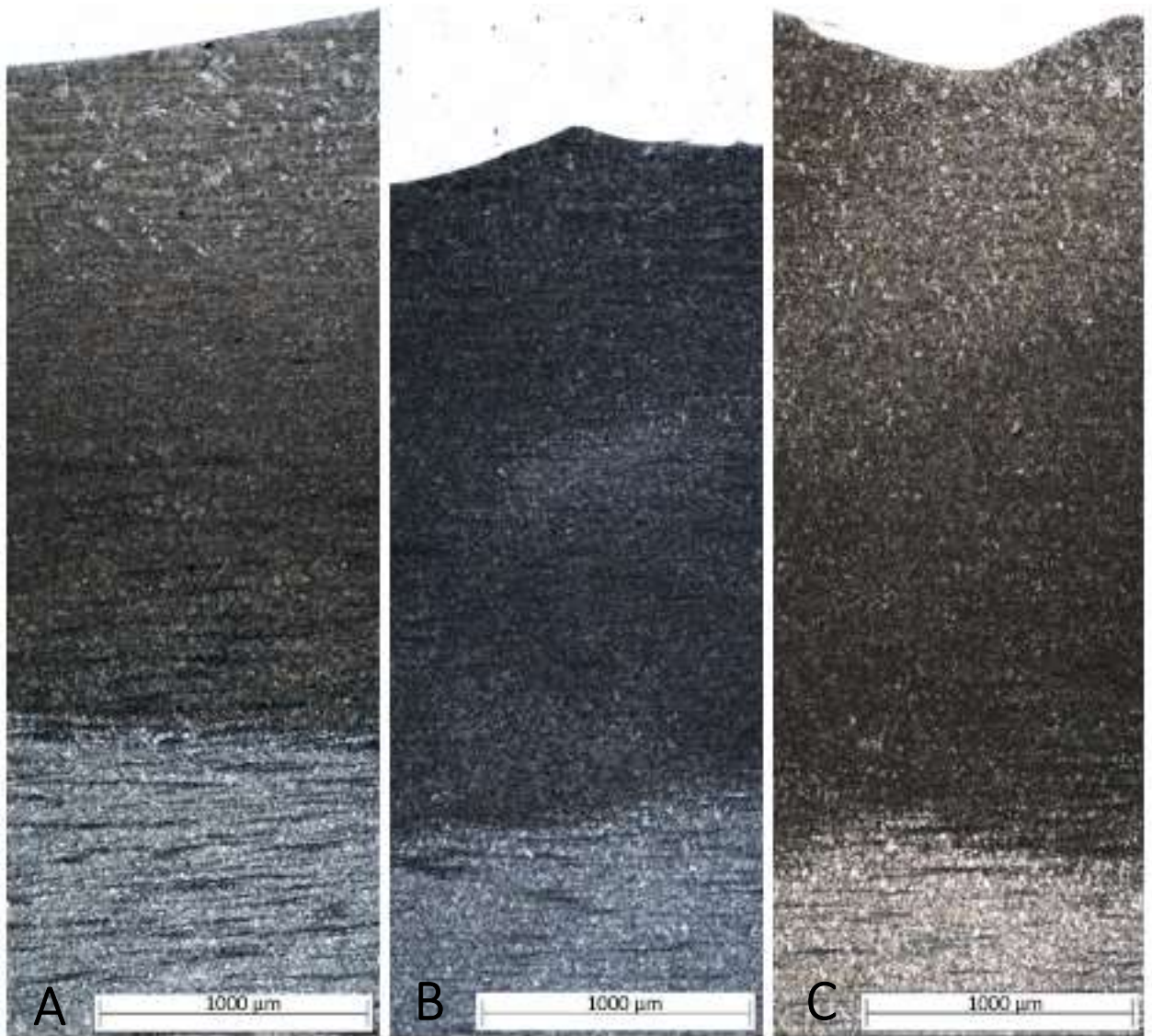
	Tamanho de grão (micrômetro)			Desvio padrão	Média
ZGG	26,32	18,52	20,00	4,14	21,61
ZGF	9,20	8,15	7,89	0,69	8,41
ZIC	4,75	4,26	4,25	0,29	4,42



**Figura 29:** gráfico com os valores expostos na tabela 9 associados às micrografias de cada região da ZTA do aço 9%Ni, atacadas com ácido pícrico e cloreto férrico.



#### 4.4.2. Extensão da ZTA



**Figura 30:** micrografias com ampliação de 10x das amostras soldadas com **A)** 1 passe; **B)** dupla camada e; **C)** camada única de revestimento.

Os mosaicos apresentados acima foram feitos com a intenção de verificar a extensão das zonas termicamente ativadas geradas durante as soldagens. Na extremidade superior das micrografias, está localizado o metal de solda (em branco), enquanto a região inferior mostra o metal base – zona que não sofreu influência do calor. Entre essas duas áreas situa-se a ZTA, que ganha esse tom escurecido ao ser atacada quimicamente pelo nital.

A amostra com um cordão de solda simples possui ZTA com extensão de 2,67mm;

a amostra soldada com dupla camada, 2,62mm; e a amostra soldada com camada única, 2,41mm. Portanto, nota-se que não houve grande discrepância na dimensão das ZTAs analisadas. Isso explica-se pela similaridade dos parâmetros de soldagem aplicados. Outro aspecto a ser considerado é que, na soldagem com revestimento de dupla camada, o que guia a extensão da ZTA é a primeira camada soldada, enquanto a segunda camada irá sobrepor parcialmente a primeira. Destarte, nesse aspecto do tamanho da ZTA, as amostras são muito semelhantes.

Outro fator importante que pôde ser constatado através dessas micrografias, foi a granulometria fina presente mesmo para regiões próximas a linha de fusão na amostra soldada com dupla camada. Pode-se observar, mesmo numa pequena ampliação de 10x, que as outras duas amostras analisadas, possuem granulometrias visivelmente mais grosseiras próximas ao metal de solda. Essa condição se dá porque a segunda camada soldada sobre a primeira, funciona como passes de revenimento, e por isso ocorre o refino de grãos observado na figura 30B.

### 4.4.3. Microdureza

#### 4.4.3.1. Amostra soldada com um cordão simples

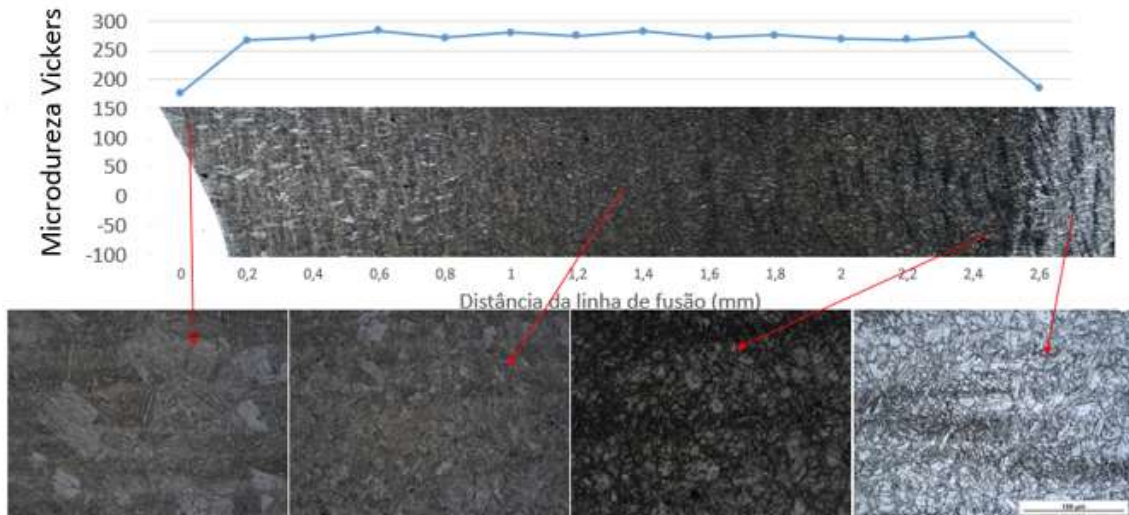


Figura 31: gráfico relacionando a microdureza com a microestrutura da amostra.

O gráfico da figura 31 integra os resultados obtidos no ensaio de microdureza com um mosaico da amostra. O estudo dessa amostra é de suma importância pois demonstra as características do material soldado apenas com um cordão, ou seja, sem influência de outros passes.

Apesar do intuito do ensaio ser analisar a ZTA do material, os dois pontos extremos do ensaio, correspondentes ao metal de solda e ao metal de base, indicam que essas regiões apresentam durezas consideravelmente menores do que a ZTA. Por sua vez, essa região não exibiu variação significativa de dureza conforme houve distanciamento da linha de fusão, mesmo havendo grande discrepância entre as microestruturas de cada região.

Como a região de grãos grosseiros possui maior temperabilidade, contém predominantemente martensita, como constatado na simulação feita no JmatPro na seção 4.3. Portanto, era esperado que sua dureza fosse mais alta quando comparado às ZGF e ZIC. Entretanto, a martensita desse material é mais macia porque contém alto teor de

níquel e baixa quantidade de carbono, característica particular do aço 9%Ni.

Nas regiões mais distantes da linha de fusão, a temperatura de pico e a velocidade de resfriamento experimentadas durante o ciclo térmico de soldagem são menores. Desse modo, presume-se que a quantidade de bainita e ferrita dessas regiões seja maior, e essas fases possuem dureza mais baixa. Entretanto, há um fenômeno de refino de grão, onde a microestrutura do material tem sua granulometria reduzida devido à recristalização promovida pelo ciclo térmico de soldagem. Dessarte, existem dois mecanismos de endurecimento concorrentes, a martensita gerada pela temperabilidade de grãos grosseiros e o refino de grão das ZGF e ZIC, que dão origem a uma ZTA com dureza relativamente homogênea.

#### 4.4.3.2. Amostra soldada com revestimento de camada única

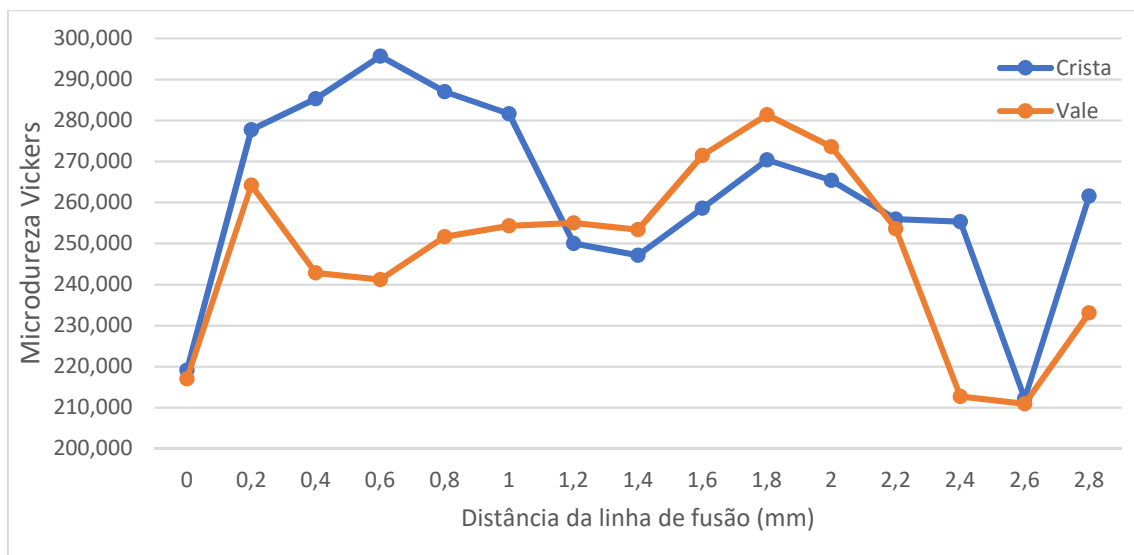
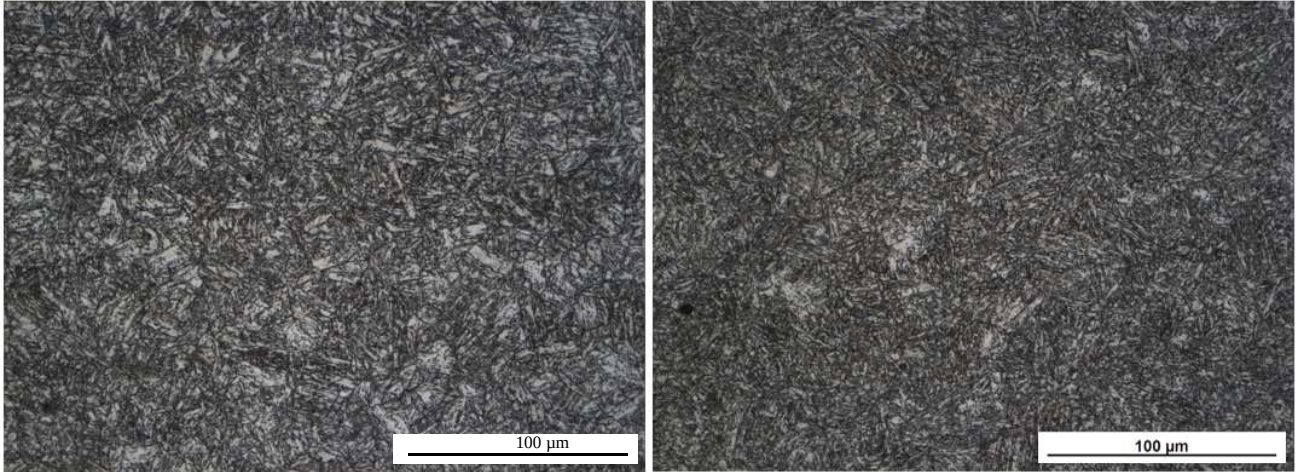


Figura 32: gráfico comparando as microdurezas da amostra soldada com revestimento de camada única.

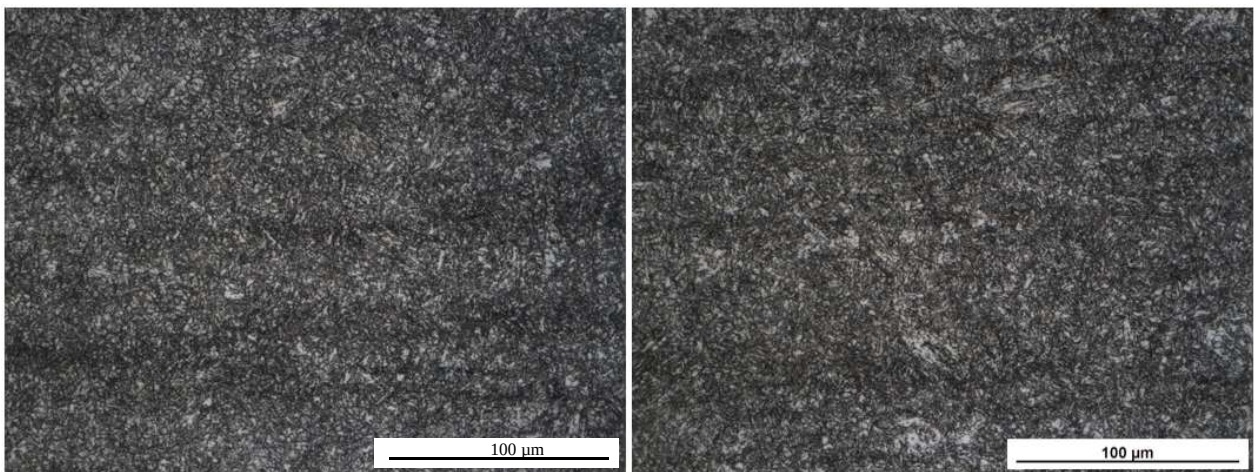
O gráfico da figura 32 confronta os dois ensaios de microdureza realizados em diferentes regiões da amostra: crista e vale. Nota-se que a principal diferença de dureza está presente na faixa inicial do gráfico, até 1mm de distância da linha de fusão. A crista chegou a apresentar valores de dureza até 55Hv mais elevados em comparação com o

vale, nesse intervalo. Portanto, ambas micrografias obtidas nessa distância da linha de fusão foram colocadas lado a lado na figura 33 para que pudessem ser analisadas.



**Figura 33:** Microestruturas a 0,6mm da linha de fusão: vale à esquerda, e crista à direita.

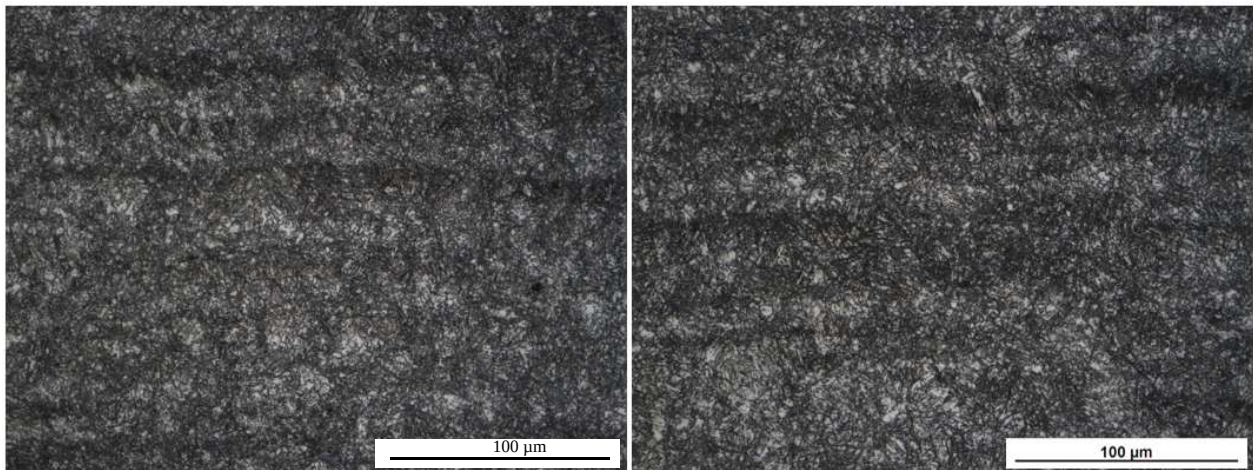
Pode-se notar que a microestrutura da região de vale diferencia-se da crista principalmente pela granulometria exibida. A área da crista, onde há sobreposição de ZTAs, parece apresentar grãos refinados de martensita, enquanto o vale indica ter microestrutura martensítica com ripas de grãos grosseiros.



**Figura 34:** Microestruturas a 1,3mm da linha de fusão: vale à esquerda, e crista à direita.

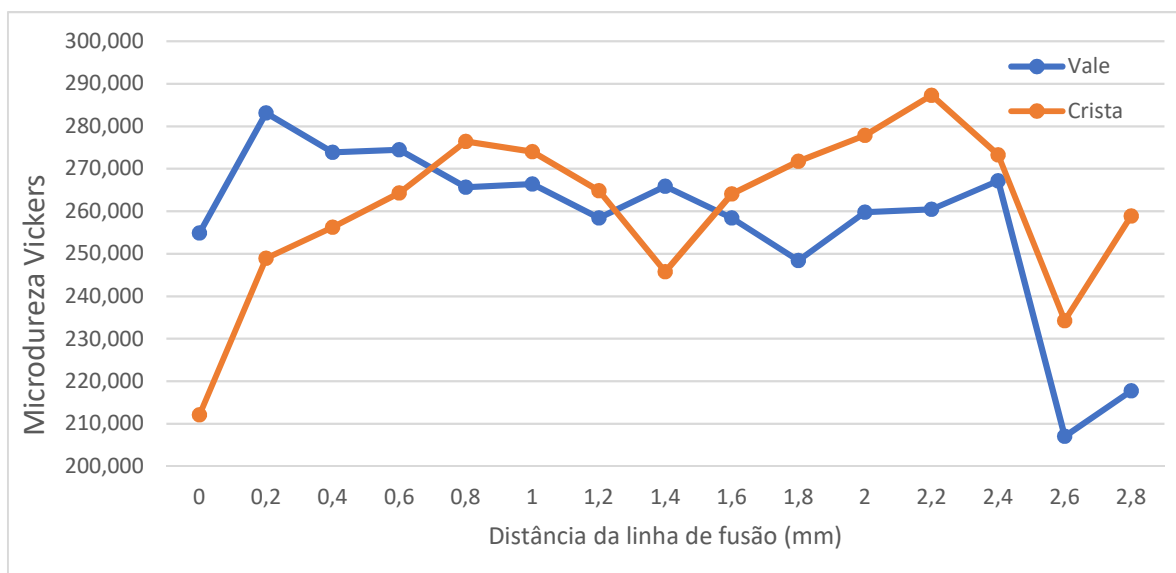
A partir de 1,2mm de distância da linha de fusão, constata-se que os valores de dureza entre as duas regiões analisadas passam a ser bastante semelhantes, isso é

corroborado pelas micrografias obtidas das microestruturas dessas áreas, que são muito parecidas, conforme mostram as figuras 34 e 35. À medida que distancia-se da linha de fusão, é esperado que a microestrutura apresente menores teores de martensita e maiores quantidades de bainita e ferrita.



**Figura 35:** Microestruturas a 2,1mm da linha de fusão: vale à esquerda, e crista à direita.

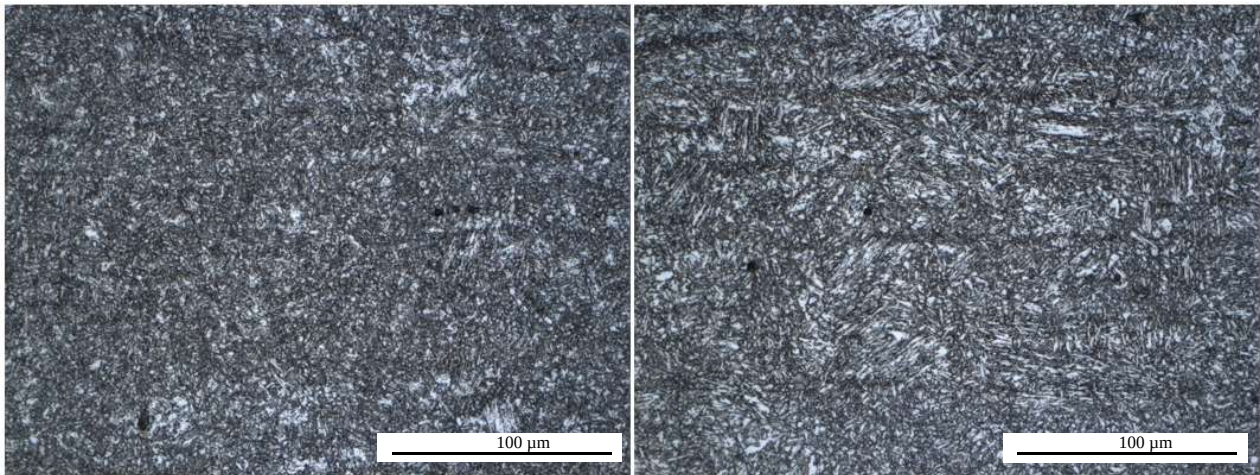
#### 4.4.3.3. Amostra soldada com revestimento de camada dupla



**Figura 36:** gráfico comparando as microdurezas da amostra soldada com revestimento de camada dupla.

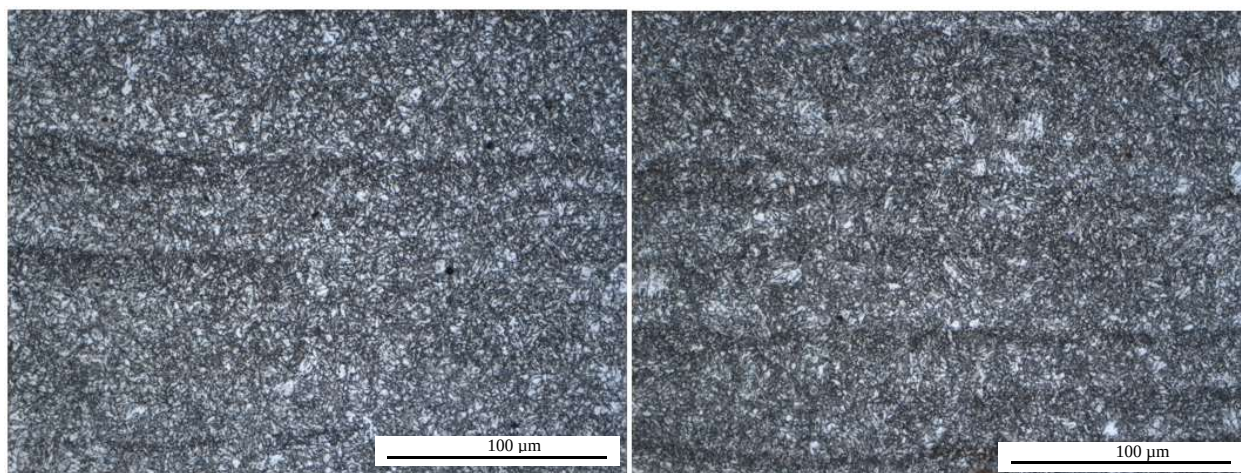
O gráfico da figura 36 compara os valores da dureza da região de crista e vale ao longo da ZTA para a amostra soldada com revestimento de camada dupla. Esse caso pode

ser considerado mais complexo, pois além da sobreposição de ZTA entre os passes adjacentes, há também a influência dos passes da segunda camada. Portanto, diferentemente da amostra soldada com apenas uma camada, presume-se que não só as cristas irão apresentar um efeito de revenimento, mas também as regiões de vale.



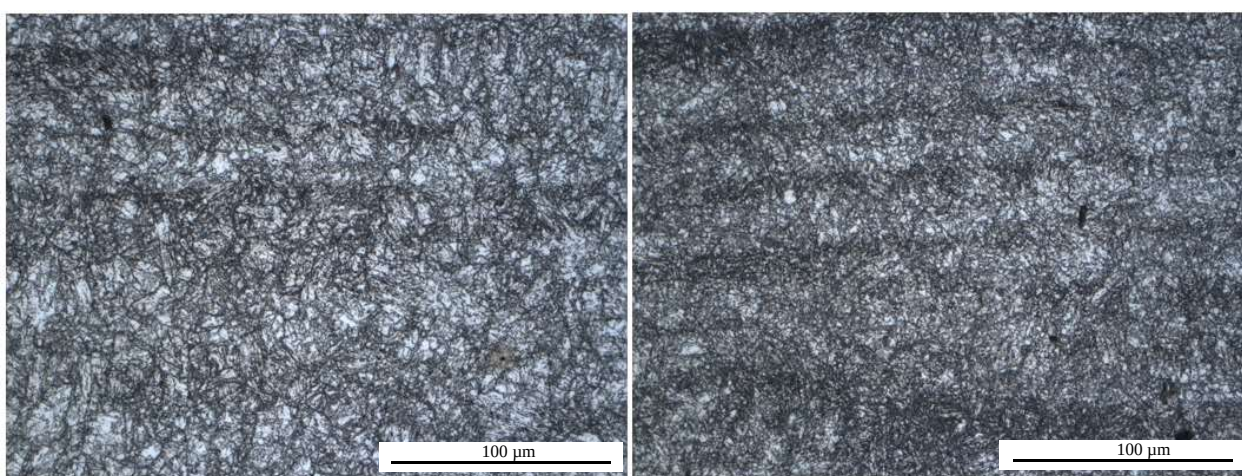
**Figura 37:** Microestruturas a 0,2mm da linha de fusão: vale à esquerda, e crista à direita.

A figura acima explicita o ponto a 0,2mm da linha de fusão, onde a diferença entre os valores de dureza do vale e crista, é de 45HV. Pode-se observar que a granulometria apresentada pela região de vale é muito mais fina do que a vista na imagem à direita. A região de crista exibe grãos grosseiros com microestrutura acicular, característica inerente a martensita. Dessa forma, como a martensita do aço 9%Ni possui a particularidade de ser mais macia em relação aos outros aços, devido ao seu alto teor de níquel e baixo carbono, o fenômeno de endurecimento do refino de grão sobrepôs a alta temperabilidade e a região de vale expôs resultados com maior dureza.



**Figura 38:** Microestruturas a 1,1mm da linha de fusão: vale à esquerda, e crista à direita.

Constata-se pela figura 38, que a microestrutura das duas regiões assemelham-se bastante. Tal verificação é corroborada pelos valores de dureza apresentados pelos gráficos, ambos são praticamente iguais nos pontos adjacentes à zona examinada.



**Figura 39:** Microestruturas a 2,2mm da linha de fusão: vale à esquerda, e crista à direita.

As imagens colocadas lado a lado na figura 39 exibem microestruturas distintas, o que pode explicar a grande disparidade nos valores de dureza apresentados no gráfico para essa região. Observa-se que o efeito de revenimento causado pela segunda camada de revestimento afetou cada área de maneira desigual. Enquanto a região de crista possui grãos refinados, a região de vale parece ter experimentado temperaturas mais amenas e



por isso, assemelha-se mais ao metal de base intacto do material. Isso fez com que a crista tivesse dureza de 287HV e o vale, 260HV.

## 5. Conclusão

A partir dos resultados obtidos, pôde-se concluir que, diferentemente da grande maioria dos outros aços, o 9%Ni não tem uma divisão bem definida da ZTA entre região dura e macia. Foram observadas, por meio da microscopia óptica, regiões de grãos grosseiros, grãos finos e intercrista.

O ataque químico com ácido pícrico e cloreto férrico mostrou-se uma ótima opção para a revelação dos contornos de grão da austenita prévia. Diante disso, concluiu-se na análise granulométrica da amostra soldada com cordão simples, que conforme distanciasse da linha de fusão, os grãos da ZTA ficam mais finos. Portanto, ZGG possuem grãos maiores que a ZGF, que por sua vez possui grãos maiores que a ZIC. Já os grãos do metal base possuem granulometria entre a ZGG e a ZGF, com cerca de 11µm.

A simulação feita no JmatPro indicou que a zona de grãos grosseiros possui majoritariamente martensita. Entretanto, observou-se na amostra com um cordão de solda simples, que essa região não era mais dura que a zona de grãos finos, que resfria mais lentamente e por isso, também possui ferrita e bainita em sua microestrutura. Concluiu-se então, que a martensita do aço 9%Ni tem uma característica particular de ser macia devido ao seu alto teor de níquel e baixa quantidade de carbono. Por outro lado, o refino de grão presente na ZGF mostrou-se um mecanismo de endurecimento eficiente, capaz de igualar a dureza apresentada na ZGG.

As amostras soldadas com revestimento têm áreas com superposições de ZTA. Na peça com uma camada de revestimento, essas sobreposições são localizadas nas regiões de crista e fizeram com que o perfil de microdureza obtido tivesse um comportamento

bem definido. Os cinco pontos da ZGG da crista tiveram média de 285HV, enquanto a região de vale teve 250HV. Por outro lado, as ZGF e ZIC não tiveram grandes diferenças. Portanto, conclui-se que o revenimento à altas temperaturas contribui para o aumento da dureza das regiões atingidas pela sobreposição de ZTAs devido ao refino de grão.

A peça soldada com dupla camada de revestimento não tem regiões bem definidas de sobreposição de ZTA, entretanto, por meio das micrografias obtidas no microscópio óptico, foi possível concluir que essa amostra seguiu o comportamento exibido pela amostra com uma camada: as regiões com granulometrias mais finas apresentaram durezas mais altas.

## **6. Sugestões para trabalhos futuros**

Diante da alta complexidade e diversificação dos ramos de estudos possíveis para o material analisado, nem tudo foi contemplado nesse presente trabalho. Portanto, ficam algumas sugestões de temas que poderiam ser aprofundados em trabalhos futuros:

- Para melhor estudo da soldagem por revestimento, sugere-se que sejam feitas análises granulométricas, relacionando-as com as áreas de sobreposição de ZTA e assim, concluir a magnitude dos efeitos de revenimento presentes nas soldagens com uma e duas camadas.
- Para melhor relação da microestrutura e microdureza, recomenda-se que sejam feitas análises microestruturais mais a fundo com maiores ampliações e microscópios eletrônicos de varredura e transmissão.
- Para ampliação do estudo da microdureza da ZTA do aço 9%Ni, aconselha-se que sejam feitas novas análises com diferentes processos de soldagem.

# REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] R. H. THARBY, D. J. H., FLANNERY, J. W. “Welding 9%nickel steel - a review of current practices”, *Proceedings of the Conference on Welding Low Temperature Containment Plant*, TWI, ,n.10,1973.
- [2] Low Temperature Properties of Nickel Alloy Steels, The International Nickel Company (INCO), New York, USA, 1975.
- [3] YOON, Y.K., KIM, J.H., SHIM, K.T., “Mechanical Characteristics of 9% Ni Steel Welded Joint for LNG Storage Tank at Cryogenic”, v. 6, pp. 355-360, 2012.
- [4] CHIAVERINI, V. *Aços e Ferros Fundidos*. 7ed. São Paulo, Brasil, ABM, 1996
- [5] AHSAN, Q., HASEEB, A., SYAHRIAH BINTI HUSSEIN, N. S. B., et al., “9% Nickel Steels and Their Welding Behavior”, Elsevier, pp.135 – 149, 2014
- [6] S. KHODIR, T. SHIBAYANAGI, M. T. “Microstructural evolution and mechanical properties of high strength 3-9welding”, *Materials and Design*, 2014.
- [7] J. R. Strife and D. E. Passoja, “The effect of heat treatment on microstructure and cryogenic fracture properties in 5Ni and 9Ni steel,” *Metall. Trans. A*, vol. 11, no. 8, pp. 1341–1350, 1980.
- [8] DUPONT J. N., LIPPOLD J. C., K. S. D. *Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-Base Alloys*. 1 ed. New Jersey, JOHN WILEY AND SONS, INC, 2009.
- [9] Pense, A. W., and Stout, R. D. May 1975. Fracture toughness and related characteristics of the cryogenic nickel steels. WRC Bulletin No. 205.
- [10] Wilson, A. D. May 1981. Variables influencing the toughness of 9% nickel steel. American Gas Association Transmission Conference, Atlanta, Georgia.
- [11] Marschall, C. W., Hehemann, R. F., and Troiano, A. R. 1962. The characteristics of 9% nickel low carbon steel. *Trans. ASM* 55: 135148
- [12] Syn, C. K., Jin, S., and Morris, J. W7, Jr. 1976. Cryogenic fracture toughness of 9 Ni steel enhanced through grain refinement. *Met. Trans.* 7A(12): 1827-1832.
- [13] Marques, Paulo Villani. *Soldagem: fundamentos e tecnologia*. 3ed
- [14] E. Nippes and J. Balaguer, “A Study of the Weld Heat-Affected Zone Toughness of

9% Nickel Steel,” *Weld. Res. Suppl.*, vol. 57, no. Vi, pp. 237–243, 1986.

[15] *Guide to the Welding and Weldability of Cryogenic Steels*, International Institute of Welding, Welding Research Institute, Bratislava, 1984

[16] YOON, Y.K., KIM, J.H., SHIM, K.T., “Mechanical Characteristics of 9% Ni Steel Welded Joint for LNG Storage Tank at Cryogenic”, v. 6, pp. 355-360, 2012

[17] LUIS MARCO CACERES ALVAREZ, *Previsão do efeito de revenido da zona termicamente afetada em soldagem multipasse*. 1999

[18] Partin, K., Findley, K. O., & Van Tyne, C. J. (2010). Microstructural and alloy influence on the low-temperature strengthening behavior of commercial steels used as plates. *Materials Science and Engineering A*, 527, 5143–5152. doi:10.1016/j.msea.2010.04.092

[19] ZEEMAN, A. “*9% Ni alloy steel for H2S Service*”, *Corrosion* 2014.

[20] H. KAWATA, K. SAKAMOTO, T. M. S. M. T. F. T. M. “Crystallography of ausformed upper bainite structure in Fe-9Ni-C alloy”, .

[21] RODRIGUES, R. C., *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