



INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ALÍVIO DE TENSÕES NA  
MICROESTRUTURA E DUREZA DE UM AÇO ALTA LIGA DE ELEVADA  
TENACIDADE

Cássio Márcio Gotardo Vasconcelos

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

Maio de 2017

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ALÍVIO DE TENSÕES NA  
MICROESTRUTURA E DUREZA DE UM AÇO ALTA LIGA DE ELEVADA  
TENACIDADE

Cássio Márcio Gotardo Vasconcelos

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.

Examinado por:



Prof. João da Cruz Payão Filho, D.Sc.



Prof. Juan Garcia de Blás, D.Sc.



Rodrigo Stohler Gonzaga, M.Sc.



Eng. Gabriel Yudy Matsunaga dos Santos.

Rio de Janeiro

Maio de 2017



Vasconcelos, Cássio Márcio Gotardo

Influência do tratamento térmico de alívio de tensões na microestrutura e dureza de um aço alta liga de elevada dureza/ Cássio Márcio Gotardo Vasconcelos – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2017.

XX, 98 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Projeto de Graduação – UFRJ/ Escola Politécnica/ Curso de Engenharia Metalúrgica, 2017.

Referências Bibliográficas: p 95 - 98.

1. Aço 9% Ni. 2. Tratamento térmico de alívio de tensões. 3. Microestrutura. 4. Dureza. I. Filho, João da Cruz Payão. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia Metalúrgica. III. Influência do tratamento térmico de alívio de tensões na microestrutura e dureza de um aço alta liga de elevada dureza

A minha mãe, Dora Vasconcelos, que sempre foi o grande alicerce da minha vida, dando apoio, conselhos, incentivo e orientação e a quem eu mais devo essa vitória.

## Agradecimentos

Ao meu pai, Paulo Vasconcelos, e minha irmã, Ana Paula Vasconcelos, pelo suporte, apoio e compreensão que me deram ao longo da vida e especialmente ao longo do curso.

Ao professor João Payão da Cruz Filho pelos ensinamentos, pela orientação e apoio.

A equipe do LNTSold, Rodrigo Stohler, Gustavo Senna, Pedro Netto, Pedro Leitão, Rodrigo Campano, Rodrigo Moura, Elisa Kimus, Vitor Hugo, Augusto Veríssimo e Paloma Estebanez pelas dicas e apoio, e principalmente pela amizade.

Ao engenheiro da Petrobrás, Alexandre Marchon, pela partilha de conhecimento e material, pela ajuda concedida e também pela amizade.

Ao George Gilberto do Laboratório de Hidrogênio pelas horas de ajuda que me cedeu, dicas e ensinamentos.

À equipe da Cascadura Industrial, em especial aos gerentes Adriano Francisco e Reginaldo Gentil, ao Leandro Souza e ao engenheiro Gabriel Yudy pela compreensão nos momentos de ausência e por toda a ajuda fornecida.

Aos grandes amigos que fiz na universidade, com quem partilhei os melhores momentos de vida acadêmica.

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

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ALÍVIO DE TENSÕES NA  
MICROESTRUTURA E DUREZA DE UM AÇO ALTA LIGA DE ELEVADA  
TENACIDADE

Cássio Márcio Gotardo Vasconcelos

Maio/ 2017

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Curso: Engenharia Metalúrgica

A descoberta da presença de gases a baixas temperaturas e altas pressões em alguns reservatórios do Pré-Sal e na Cessão Onerosa das bacias de Campos, Santos e Espírito Santo, motivou a busca por materiais que apresentem elevada tenacidade em condições como as descritas. Tradicionalmente utilizado para transporte e armazenamento de gases liquefeitos, o aço 9% Ni é um forte candidato na composição de equipamentos e componentes em sistemas de processamento e reinjeção de gases em FPSO's.

O presente trabalho objetiva explorar os efeitos sobre a microestrutura e dureza do metal, previamente temperado e revenido, quando submetido a tratamentos térmicos de alívio de tensões pós-soldagem, por meio de análise de difratogramas, microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e testes de dureza. A maior expectativa fica por conta do comportamento da austenita retida presente no aço, fase que é obtida por estabilização garantida pelo níquel e outros elementos de liga e que mais contribui para a tenacidade da liga.

*Palavras-chave:* Aço 9% Ni, tratamento térmico de alívio de tensões, microestrutura, dureza.

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

INFLUENCE OF STRESS RELIEF HEAT TREATMENT ON THE  
MICROSTRUCTURE AND HARDNESS OF A HIGHALLOY STEEL OF HIGH  
TOUGHNESS

Cássio Márcio Gotardo Vasconcelos

May/ 2017

Advisor: João da Cruz Payão Filho

Course: Metallurgical engineering

The discovery of presence of low temperatures and high pressure gases in Pre-salt and in “Cessão Onerora” reservoirs, on Campos, Santos and Espírito Santo basins, motivated the search for materials that presents high low temperature toughness. Traditionally used for transport and storage of liquefied gases, the 9% Ni steel is a strong candidate to compose equipment and components for gas processing and reinjection systems on FPSO’s.

This paper aims to explore the effects on the, previously quenched and tempered, metal’s microstructure and hardness when subjected to post-weld stress relief treatments by means of diffractograms, optical microscopy and scanning electron microscopy analysis and hardness testing. The highest expectations are due to the retained austenite present in the steel behavior. The phase is obtained by its own stabilization by presence of nickel and other alloying elements and it’s one of the main factors that contribute to the alloy’s high toughness.

*Keywords:* 9% Ni steel, post weld heat treatment, microstructure, hardness.



## Sumário

<b>1. Introdução</b> .....	21
<b>2. Objetivo</b> .....	22
<b>3. Revisão bibliográfica</b> .....	23
<b>3.1 Metalurgia física do aço 9% Ni</b> .....	23
<b>3.2 Tratamento térmico de alívio de tensões</b> .....	30
<b>3.3 Ensaio de dureza Vickers</b> .....	31
<b>3.4 Microscopia óptica</b> .....	32
<b>3.6 Microscopia eletrônica de varredura</b> .....	35
<b>3.4 Difração de raios X</b> .....	37
<b>4. Materiais e métodos</b> .....	38
<b>4.1 Material analisado</b> .....	38
<b>4.2 Tratamento térmico de alívio de tensões</b> .....	39
<b>4.3 Ensaio de dureza Vickers</b> .....	41
<b>4.4 Microscopia óptica</b> .....	43
<b>4.5 Microscopia eletrônica de varredura</b> .....	44
<b>4.4 Difração de raios X</b> .....	45
<b>5. Resultados e discussões</b> .....	45
<b>5.1 Ensaio de dureza Vickers</b> .....	45
<b>5.1.1 Macroindentação</b> .....	45
<b>5.1.2 Microindentação</b> .....	53
<b>5.2 Microscopia óptica</b> .....	60
<b>5.2.1 Tamanho de grão ASTM</b> .....	73
<b>5.3 Microscopia eletrônica de varredura</b> .....	80
<b>5.3.1. EDS</b> .....	85
<b>5.4. Difração de raios-X</b> .....	88
<b>6. Conclusões</b> .....	94

<b>7. Referências bibliográficas</b> .....	96
--	----

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1:</b> Diagrama de equilíbrio ferro-níquel. Adaptado de [6].	24
<b>Figura 2:</b> Efeito do teor de níquel em aços baixo carbono normalizados na resistência ao impacto verificado em ensaio Charpy. Adaptado de [8].	26
<b>Figura 3:</b> Diagramas de resfriamento contínuo. a) 2 ¼ % Ni; b) 3 ½% Ni; c) 9% Ni. Adaptado [7].	27
<b>Figura 4:</b> Microscopia ótica de chapa de aço 9Ni duplamente normalizado e temperado. Nital [2].	28
<b>Figura 5:</b> Microscopia eletrônica de varredura de chapa de aço 9Ni duplamente normalizado e temperado. Nital. Adaptado [2].	29
<b>Figura 6:</b> Efeito do tempo e da temperatura sobre o teor de austenita retida durante o revenimento. Adaptado [2], [11].	30
<b>Figura 7:</b> Indentador piramidal de base quadrada [16].	32
<b>Figura 8:</b> Exemplo de circunferência traçada sobre imagem de microestrutura para determinação do número do tamanho de grão ASTM [20].	34
<b>Figura 9:</b> Colisão de um fóton de raios-X com um elétron de uma amostra [24].	37
<b>Figura 10:</b> Disposição de amostras dentro do forno para tratamento térmico de alívio de tensões.	41
<b>Figura 11:</b> Durômetro de microindentação.	42
<b>Figura 12:</b> Durômetro de macroindentação.	43
<b>Figura 13:</b> Gráfico de dureza por macroindentação em função do tempo de tratamento térmico a 535 °C.	47
<b>Figura 14:</b> Gráfico de dureza por macroindentação em função do tempo de tratamento térmico a 550 °C.	48

<b>Figura 15:</b> Gráfico de dureza por macroindentação em função do tempo de tratamento térmico a 568 °C.....	48
<b>Figura 16:</b> Gráfico de dureza por macroindentação em função do tempo de tratamento térmico a 585 °C.....	49
<b>Figura 17:</b> Gráfico de dureza por macroindentação em função do tempo de tratamento térmico a 600 °C.....	49
<b>Figura 18:</b> Comparação dos gráficos de dureza por macroindentação em função do tempo de tratamento térmico.....	50
<b>Figura 19:</b> Gráfico de dureza por macroindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 2 h.....	50
<b>Figura 20:</b> Gráfico de dureza por macroindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 3 h.....	51
<b>Figura 21:</b> Gráfico de dureza por macroindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 4 h.....	51
<b>Figura 22:</b> Gráfico de dureza por macroindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 5 h.....	52
<b>Figura 23:</b> Comparação dos gráficos de dureza por macroindentação em função da temperatura de tratamento térmico.....	52
<b>Figura 24:</b> Gráfico de dureza por microindentação em função do tempo de tratamento térmico a 535 °C.....	54
<b>Figura 25:</b> Gráfico de dureza por microindentação em função do tempo de tratamento térmico a 550 °C.....	55
<b>Figura 26:</b> Gráfico de dureza por microindentação em função do tempo de tratamento térmico a 568 °C.....	55
<b>Figura 27:</b> Gráfico de dureza por microindentação em função do tempo de tratamento térmico a 585 °C.....	56

<b>Figura 28:</b> Gráfico de dureza por microindentação em função do tempo de tratamento térmico a 600 °C.....	56
<b>Figura 29:</b> Comparação dos gráficos de dureza por microindentação em função do tempo de tratamento térmico.....	57
<b>Figura 30:</b> Gráfico de dureza por microindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 2 h.....	57
<b>Figura 31:</b> Gráfico de dureza por microindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 3 h.....	58
<b>Figura 32:</b> Gráfico de dureza por microindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 4 h.....	58
<b>Figura 33:</b> Gráfico de dureza por microindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 5 h.....	59
<b>Figura 34:</b> Comparação dos gráficos de dureza por microindentação em função da temperatura de tratamento térmico.....	59
<b>Figura 35:</b> Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente Beraha. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.....	60
<b>Figura 36:</b> Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente Klemm. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.....	61
<b>Figura 37:</b> Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente Nital. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.....	61
<b>Figura 38:</b> Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.....	62
<b>Figura 39:</b> Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.....	62
<b>Figura 40:</b> Microestrutura da amostra TT01, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.....	63

- Figura 41:** Microestrutura da amostra TT02, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 63
- Figura 42:** Microestrutura da amostra TT03, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 64
- Figura 43:** Microestrutura da amostra TT04, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 64
- Figura 44:** Microestrutura da amostra TT05, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 65
- Figura 45:** Microestrutura da amostra TT06, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 65
- Figura 46:** Microestrutura da amostra TT07, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 66
- Figura 47:** Microestrutura da amostra TT08, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 66
- Figura 48:** Microestrutura da amostra TT09, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 67
- Figura 49:** Microestrutura da amostra TT10, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 67
- Figura 50:** Microestrutura da amostra TT11, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 68
- Figura 51:** Microestrutura da amostra TT12, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 68
- Figura 52:** Microestrutura da amostra TT13, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 69
- Figura 53:** Microestrutura da amostra TT14, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. .... 69

<b>Figura 54:</b> Microestrutura da amostra TT15, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. ....	70
<b>Figura 55:</b> Microestrutura da amostra TT16, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. ....	70
<b>Figura 56:</b> Microestrutura da amostra TT17, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. ....	71
<b>Figura 57:</b> Microestrutura da amostra TT18, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. ....	71
<b>Figura 58:</b> Microestrutura da amostra TT19, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. ....	72
<b>Figura 59:</b> Microestrutura da amostra TT20, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x. ....	72
<b>Figura 60:</b> Contagem de grãos interceptados pela circunferência do método dos interceptos da ASTM E112. Aumento de 1000x.....	74
<b>Figura 61:</b> Relação entre G e o tempo de TTAT's realizados a 535 °C.....	75
<b>Figura 62:</b> Relação entre G e o tempo de TTAT's realizados a 550 °C.....	76
<b>Figura 63:</b> Relação entre G e o tempo de TTAT's realizados a 568 °C.....	76
<b>Figura 64:</b> Relação entre G e o tempo de TTAT's realizados a 585 °C.....	77
<b>Figura 65:</b> Relação entre G e o tempo de TTAT's realizados a 600 °C.....	77
<b>Figura 66:</b> Comparação entre as relações entre G e o tempo de TTAT's realizados a cinco diferentes temperaturas. ....	78
<b>Figura 67:</b> Relação entre G e a temperatura de TTAT's conduzidos por 2 h.....	78
<b>Figura 68:</b> Relação entre G e a temperatura de TTAT's conduzidos por 3 h.....	79
<b>Figura 69:</b> Relação entre G e a temperatura de TTAT's conduzidos por 4 h.....	79

<b>Figura 70:</b> Relação entre G e a temperatura de TTAT's conduzidos por 5 h.....	80
<b>Figura 71:</b> Comparação entre as relações entre G e a temperatura de TTAT's conduzidos por quatro diferentes tempos. ....	80
<b>Figura 72:</b> Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente Nital. Aumento e sinal: a) 1000x, BSE; b) 3000x, SE; c) 5000x, SE e d) 8000x, SE. ....	81
<b>Figura 73:</b> Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Aumento e sinal: a) 3000x, BSE; b) 4000x, SE; c) 5000x, SE e d) 8000x, SE. ....	82
<b>Figura 74:</b> Microestrutura da amostra TT01, revelada com o reagente de Nital. Aumento e sinal: a) 1000x, SE; b) 3000x, SE; c) 5000x, BSE e d) 5000x, SE.....	82
<b>Figura 75:</b> Microestrutura da amostra TT09, revelada com Nital. Aumento e sinal: a) 3000x, BSE; b) 3000x, SE; c) 4000x, SE e d) 7000x, SE. ....	83
<b>Figura 76:</b> Microestrutura da amostra TT12, revelada com o reagente Nital. Aumento e sinal: a) 3000x, SE, b) 4000x, SE c) 3000x, SE e d) 7000x, SE. ....	83
<b>Figura 77:</b> Microestrutura da amostra TT17, revelada com o reagente Nital. Aumento e sinal: a) 2000x, SE; b) 3000x, SE; c) 4000x, SE e d) 5000x, SE. ....	84
<b>Figura 78:</b> Microestrutura da amostra TT20, revelada com o reagente Nital. Aumento e sinal: a) 1500x, SE; b) 2000x, SE; c) 3000x, SE e d) 5000x, SE. ....	84
<b>Figura 79:</b> EDS de um ponto na matrix da amostra TT00. ....	85
<b>Figura 80:</b> EDS de um ponto na matrix da amostra TT01. ....	85
<b>Figura 81:</b> EDS de um ponto na matrix da amostra TT03. ....	86
<b>Figura 82:</b> EDS de uma área na matrix da amostra TT03. ....	86
<b>Figura 83:</b> EDS de um ponto na matrix da amostra TT05. ....	86
<b>Figura 84:</b> EDS de um ponto na matrix da amostra TT05. ....	87
<b>Figura 85:</b> EDS de um ponto na matrix da amostra TT09. ....	87



<b>Figura 86:</b> EDS de um ponto na matrix da amostra TT17. ....	87
<b>Figura 87:</b> EDS de um ponto na matrix da amostra TT20. ....	88
<b>Figura 88:</b> Difratomogramas padrão da ferrita e da austenita. ....	88
<b>Figura 89:</b> Difrátograma da amostra TT00.....	90
<b>Figura 90:</b> Difrátograma da amostra TT01.....	90
<b>Figura 91:</b> Difrátograma da amostra TT04.....	91
<b>Figura 92:</b> Difrátograma da amostra TT09.....	91
<b>Figura 93:</b> Difrátograma da amostra TT12.....	92
<b>Figura 94:</b> Difrátograma da amostra TT17.....	92
<b>Figura 95:</b> Difrátograma da amostra TT20.....	93
<b>Figura 96:</b> Valores de FWHM identificados para cada amostra. ....	94

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1:</b> Especificações do aço 9Ni conforme normas ASTM [2] [3] [4].....	23
<b>Tabela 2:</b> Relação do número do tamanho de grão ASTM com as medidas próprio grão [20]. .....	35
<b>Tabela 3:</b> Comparação da composição do aço 9Ni especificada pela norma ASTM A333 [4] e os valores do fabricante.....	39
<b>Tabela 4:</b> Temperaturas e tempos de tratamento térmico de alívio de tensões impostos a cada amostra. ....	40
<b>Tabela 5:</b> Valores de dureza para cada macroindentação. ....	46
<b>Tabela 6:</b> Valores médios de dureza e respectivos desvios padrão para cada macroindentação. ....	46
<b>Tabela 7:</b> Valores de dureza para cada microindentação.....	53
<b>Tabela 8:</b> Valores médios de dureza e respectivos desvios padrão para cada microindentação.....	54
<b>Tabela 9:</b> Valores calculados de número G de tamanho de grão ASTM.....	74
<b>Tabela 10:</b> Valores médios e desvio padrão calculados de número G de tamanho de grão ASTM. ....	75
<b>Tabela 11:</b> Teor de austenita retida e indicadores Bragg R-Factor e RF-Factor dos difratogramas obtidos. ....	89
<b>Tabela 12:</b> FWHM ou comprimento a meia altura do pico de maior intensidade de ferrita de cada amostra.....	94

## Lista Símbolos

$\alpha$	Ferrita
$\gamma$	Austenita
$\mu\text{m}$	Micrômetros
$^{\circ}/\text{min}$	Grau por minuto
$^{\circ}\text{C}$	Graus Celsius
$^{\circ}\text{C}/\text{h}$	Grau Celsius por hora
$^{\circ}\text{F}$	Grau Fahrenheit

## Índice de Siglas

ASME	<i>American Society of Mechanical Engineers</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
atm	Atmosfera
BSE	<i>Backscattering electron</i>
C	Carbono
CCC	Cúbica de Corpo Centrada
CFC	Cúbica de Face Centrada
DP	Desvio padrão
DRX	Difração de raios-X
EBDS	<i>Electron BackScatter Diffraction</i>
EDS	<i>Energy Dispersive Spectroscopy</i>
eV	Elétron-Volt
FWHM	<i>Full Width at Half Maximum</i>
FPSO	<i>Floating production storage and offloading</i>

LPG	<i>Liquefied petroleum gas</i>
g	Gramas
gf	Gramas força
GNL	Gás natural liquefeito
GTAW	<i>Gas Tungsten Arc Welding</i>
h	hora
HV	<i>Hardness Vickers</i>
J	Joules
kg	Quilogramas
kgf	Quilograma força
mm	milímetros
mim	Minuto
Mn	Manganês
ml	Mililitros
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MO	Microscopia óptica
MPa	Mega Pascal
N	Newton
NACE	<i>National Association of Corrosion Engineers</i>
nm	Nanômetro
Ni	Níquel
P	Fósforo
S	Enxofre

s	segundo
SE	<i>Secondary electron</i>
Si	Silício
TTAT	Tratamento Térmico de Alívio de Tensões
ZTA	Zona Termicamente Afetada

## 1. Introdução

As severas condições de processamento, manipulação ou extração de alguns recursos naturais motiva a busca por novos materiais mais resistentes que possam aliar suas propriedades à viabilidade econômica de seu uso, o que desafia a Engenharia Metalúrgica e de Materiais a selecionar e desenvolver novas concepções para empreendimentos cada vez mais agressivos e que demandam elevado nível de segurança. Por muitas vezes, no entanto, a indústria e os pesquisadores têm a oportunidade de adequar ligas e materiais de uso já tradicional em certas áreas a novas aplicações nas quais a tecnologia vigente se torna inviável devido a novas descobertas referentes a sua operação. Esse é o caso da utilização dos aços 9% Ni em linhas de separação de óleo, água e gases a elevadas pressões e baixas temperaturas encontrados em módulos de FPSO's.

O desenvolvimento do 9% Ni data do início dos anos 1940, conduzido pela *International Nickel Co*, objetivando a construção de tanques para o transporte e armazenamento de GNL [1], o que exige um nível de tenacidade suficientemente elevado para suportar as temperaturas criogênicas inerentes a tais operações. Em 1960 uma demonstração pública conhecida como *Operation Cryogenics* (“Operação Criogenia”) testou tanques retangulares e cilíndricos em escala industrial, com e sem tratamento térmico de alívio de tensões pós soldagem, comprovando assim sua boa tenacidade apresentada a temperaturas de até -196 °C [1].

Outra importante propriedade apresentada pelo 9Ni é sua resistência a fratura frágil, que veio de encontro ao critério *leak-before-failure* (“vazamento antes da falha”) utilizado pela indústria para os materiais componentes de plantas de processamento de gases como forma de garantir a integridade dos tanques em caso de falhas e de prevenção de acidentes [1]. Testes mostram que trincas nucleadas no 9Ni não se propagam de forma catastrófica de modo a completar uma falha, mas podem ser detectadas devido aos vazamentos que provocam, permitindo assim a realização de reparos[1].

Ainda em relação a dificuldades operacionais, boa resistência a corrosão ou resistência a abrasão nem sempre se aliam às propriedades mecânicas exigidas em certos empreendimentos, em um mesmo material. Por isso muitas vezes a utilização de somente um metal não é suficiente para determinadas operações, o que torna necessária a união

das propriedades de dois ou mais metais em um mesmo componente, o que é permitido por meio de processos de soldagem.

A exemplo do que foi citado, pequenas quantidades de H<sub>2</sub>S e CO<sub>2</sub> em presença de água apresentadas nas linhas de gás de FPSO's motivaram a pesquisa da utilização de tubos de 9Ni, conformes com as normas ASTM A333 grau 8 e ASME B31.3, mas que ainda não foi qualificado pela ISO 15156 [2], revestidos internamente com superliga de Níquel 625 por soldagem por GTAW arame quente. Dessa forma, em um mesmo componentes pode aliar-se boas propriedades mecânicas e alta tenacidade em baixas temperaturas do 9Ni com a resistência a corrosão da liga de níquel.

O cenário descrito acima é bastante promissor quanto a utilização do 9Ni em componentes para sistemas de compressão de CO<sub>2</sub> seco a alta pressão, a qual delimita temperaturas de serviço entre -70 e 123 °C [2]. Alguns dos reservatórios de Pré-sal e de Cessão Onerosa, nas Bacias de Campos, Santos e Espírito Santo, apresentam pressões de até 542,81 atm e temperaturas que chegam a -70 °C, o que explica a procura por novos materiais em seus FPSO's [3]. Em tais reservatórios também são encontradas pequenas quantidades de H<sub>2</sub>S e CO<sub>2</sub> em presença de água [2] [3], o que justificaria a necessidade de utilização de materiais resistentes ao H<sub>2</sub>S. Testes realizados por fornecedores de 9Ni indicaram uma resistência aceitável ao cenário descrito, porém o aço ainda não foi qualificado pela ISO 15156 [2]. Entretanto questões cruciais ainda devem ser esclarecidas antes de permitir-se tal empreendimento, como por exemplo o comportamento da austenita retida no aço, ou a sua microestrutura de um modo geral principalmente após ter sido submetido a um processo de soldagem e posterior TTAT.

## **2. Objetivo**

Este trabalho tem como finalidade identificar e explicar os efeitos de tratamentos térmicos de alívio de tensões pós soldagem sobre o metal base de tubos de aço 9Ni revestidos internamente com superliga de Níquel 625 por meio de processo de soldagem GTAW arame quente. Mais precisamente busca-se verificar mudanças na microestrutura do metal, como mudanças de fase, precipitações, etc., e suas consequências sobre a dureza da liga.

O processo de soldagem, o revestimento aplicado ou mesmo a zona termicamente afetada não compõem o tema principal estudado aqui, porém o tratamento térmico realizado sobre amostras do tubo é uma etapa subsequente a soldagem e a mesma deve ser abordada para definir-se o estado inicial do metal de estudo, de modo a ter-se um ponto de partida para comparações.

### 3. Revisão bibliográfica

#### 3.1 Metalurgia física do aço 9% Ni

O 9Ni pode apresentar-se na forma de tubos duplamente normalizados ou temperados e revenidos (ASTM A333 grau 8), na forma de chapas duplamente normalizadas (ASTM A353) ou temperadas e revenidas (ASTM A553), forjados (ASTM A522 tipo I) e como acessórios para tubulações (ASTM A420 grau WPL 8) [2] [3]. A Tabela 1 apresenta as especificações para o metal.

**Tabela 1:** Especificações do aço 9Ni conforme normas ASTM [2] [3] [4]

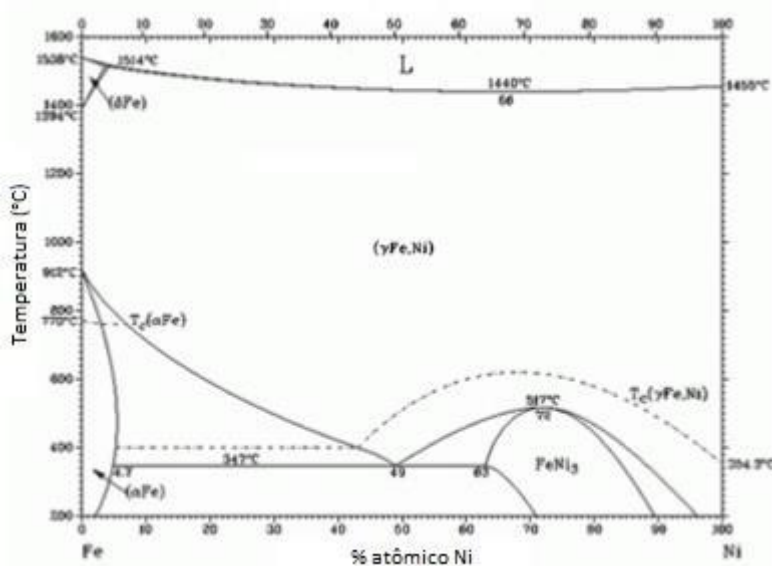
		A333	A353	A553	A522
Descrição		Tubos	Chapas	Chapas	Forjados
Tratamento térmico		Têmpera e revenimento / dupla normalização	Dupla normalização	Têmpera e revenimento	Têmpera e revenimento / dupla normalização
Composição química (% em peso)	C	0,13 máx.	0,13 máx.	0,13 máx.	0,13 máx.
	Mn	0,90 máx.	0,90 máx.	0,90 máx.	0,90 máx.
	P	0,025 máx.	0,035 máx.	0,035 máx.	0,030 máx.
	S	0,25 máx.	0,035 máx.	0,035 máx.	0,030 máx.
	Si	0,13 – 0,32	0,15 – 0,40	0,15 – 0,40	0,13 – 0,37
	Ni	8,40 – 9,60	8,50 – 9,50	8,50 – 9,50	8,40 – 9,60
Tensão de escoamento (MPa)		515	515	585	515



Limite de resistência (MPa)	515	690 – 825	690 – 825	690
-----------------------------	-----	-----------	-----------	-----

O aço 9% Ni apresenta, em média, 690 e 515 Mpa como limites de resistência e limite de escoamento, respectivamente, o que permite seu uso em regimes de trabalho a baixa temperatura e elevada pressão como componentes de pequena espessura, o que possibilita a redução de peso para os equipamentos. Em ensaios de absorção ao impacto realizados a temperatura de  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ , a energia absorvida por corpos de prova chega a ser da ordem de 170 J, com expansão lateral de até 1,80 mm [3]. Muitas de suas propriedades devem-se ao fato do metal apresentar teores de níquel entre 8,40% e 9,60%, o que é crucial para a elevada tenacidade do material [4].

A Figura 1 apresenta o diagrama de equilíbrio entre o ferro e o níquel, pelo qual se pode entender o desempenho de seus elementos na liga. Fica evidente que a adição de Ni ao ferro provoca de forma progressiva a redução da temperatura de transformação da austenita para a ferrita [7].



**Figura 1:** Diagrama de equilíbrio ferro-níquel. Adaptado de [6].

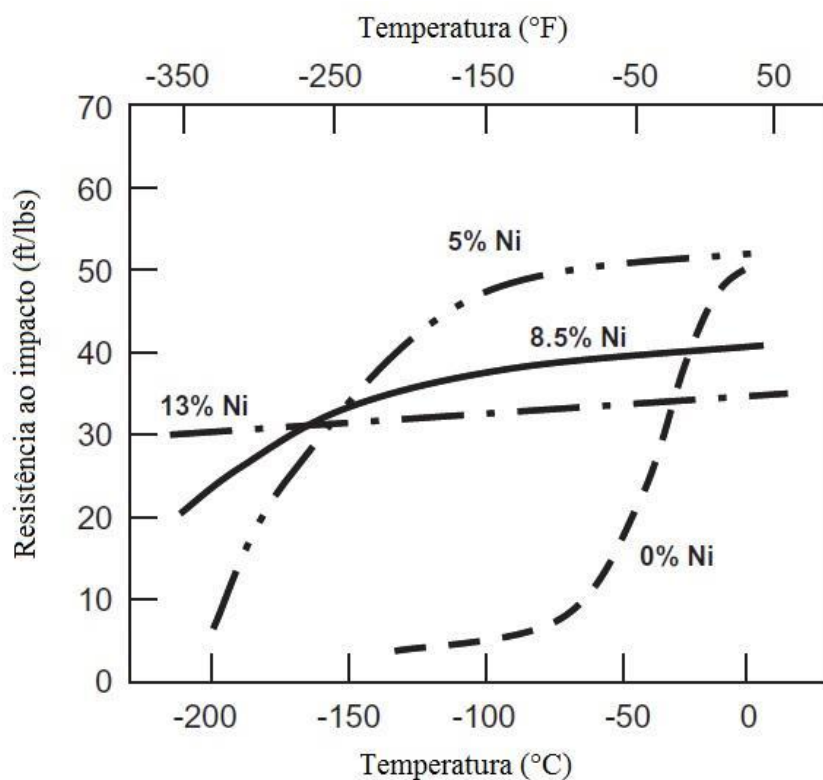
As propriedades dos aços de baixo carbono têm melhora significativa em presença de níquel como elemento de liga. Eles apresentam como fase predominante a ferrita, a qual exerce um significativo efeito sobre a tenacidade do metal de forma

proporcionalmente inversa ao seu tamanho de grão, tamanho este que é reduzido com a adição de níquel. Este, em solução sólida, é reconhecido por facilitar a geração de discordâncias em baixas temperaturas, reduzindo-se o nível de tensões relacionado à força coesiva, resultando em ganho de tenacidade. O níquel também garante a supressão de ferrita pró-eutetóide e favorece o surgimento das fases bainítica e martensítica, uma vez que o elemento eleva a temperabilidade dos aços, e provoca também, quando em elevados teores, a retenção de austenita, já que o níquel reduz o intervalo de temperaturas de transformação, assim aumentando a tenacidade do metal [7].

Outro importante efeito do níquel como elemento de liga pode ser observado no gráfico da Figura 2. Fica claro que para aços com teores de Ni acima de 13% a temperatura de transição dúctil-frágil não existe. Na curva que representa aços com 8,5%, curva mais próxima do 9Ni, já é bastante difícil de se encontrar um ponto de inflexão, que estaria entre as temperaturas de  $-200$  e  $-150$  °C, indicando segurança de operação em temperaturas muito baixas [8].

A elevada tenacidade do 9Ni somente é garantida com o correto controle do teor dos outros elementos de liga. Conforme experiência da *Industeel*, para evitar-se fragilização do metal e ainda garantir boa soldabilidade, elementos endurecedores como o carbono e o nitrogênio devem compor o teor em massa do aço abaixo de 0,050 e 0,005%, respectivamente. Alguns elementos residuais que também podem provocar fragilização em temperaturas criogênicas são o fósforo e o enxofre. Estes também devem ter pequena presença na liga e não devem ultrapassar teores de 0,005 e 0,001%, respectivamente [9].

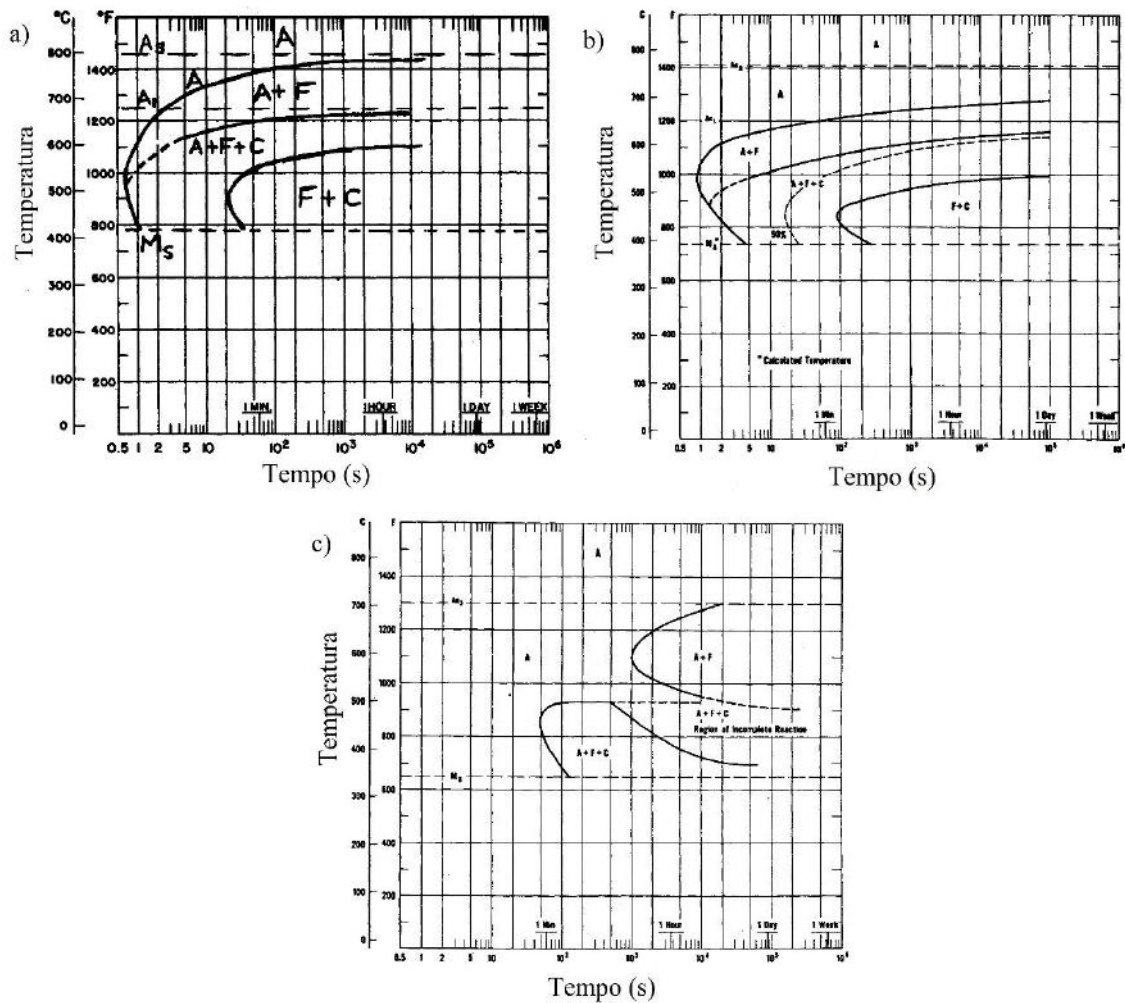
A combinação entre o Ni como elemento de liga e tratamentos térmicos tem-se mostrado bastante eficaz quanto ao aumento de tenacidade. Para o melhor entendimento dos efeitos dos tratamentos térmicos sobre o metal deve-se observar o seu diagrama de resfriamento contínuo, ou curva tempo, temperatura, transformação. Os diagramas mostrados na Figura 3 também apresentam, comparativamente, o efeito do níquel sobre a temperabilidade do metal, a qual se eleva conforme o teor do elemento de liga aumenta. Observa-se que com o teor de Ni há um alargamento do campo martensítico, o que garante menores velocidades de resfriamento.



**Figura 2:** Efeito do teor de níquel em aços baixo carbono normalizados na resistência ao impacto verificado em ensaio Charpy. Adaptado de [8].

Ao submeterem-se chapas do aço ao tratamento de normalização a 900 °C e posteriormente a nova normalização para refino de grão a 790 °C, ou seja, tratamentos pouco acima da temperatura  $A_1$ , conforme ASTM A533, os carbetos decompõem-se em “ilhas” enriquecidas em níquel e austenita enriquecida em carbono, a qual se mantém estável a uma temperatura de até -195 °C. O resultando do tratamento é uma estrutura composta por martensita revenida com “ilhas” de austenita retida dispersas na matriz, garantindo assim boa resistência à tração e ao impacto a um baixo custo relativo [8].

A têmpera e o revenimento previstos nas normas ASTM A553 e A333 provocam o mesmo efeito no 9Ni, porém com tensão de escoamento levemente maior. O tratamento consiste na austenitização à temperatura entre 800 e 925 °C seguida de têmpera em água e posterior revenimento entre 565 e 635 °C. A tenacidade obtida deve-se à presença da ordem de 10% em volume de austenita retida, da redução do teor de carbono da martensita revenida durante o revenimento e ao pequeno tamanho de grão da microestrutura [8].



**Figura 3:** Diagramas de resfriamento contínuo. a) 2 ¼ % Ni; b) 3 ½% Ni; c) 9% Ni. Adaptado [7].

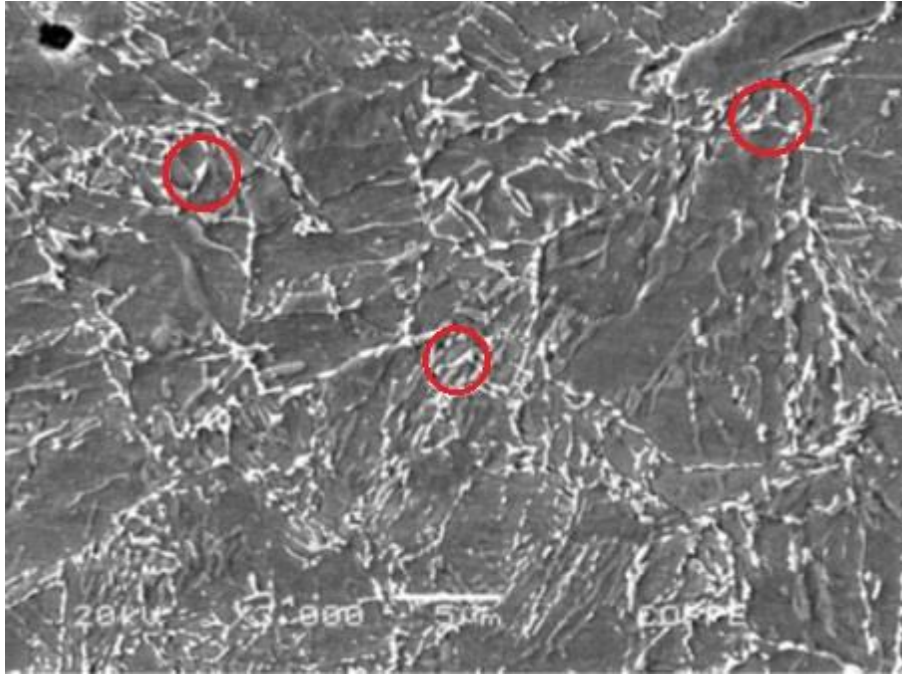
O resfriamento a partir da têmpera é realizado de tal forma a não se reter nenhuma austenita garantindo a formação de martensita com “ilhas” ricas em níquel dispersas pela matriz. A formação da austenita ocorre então quando do revenimento, onde as “ilhas” ricas em níquel sofrem a reversão para a fase cúbica de face centrada. A austenita reversa “puxa” para si o carbono e elementos deletérios da matriz durante o patamar de temperatura do tratamento. A retenção então ocorre durante o resfriamento a partir do revenimento, dependendo se os elementos presentes garantem a estabilização da fase. O resultado do tratamento é uma matriz de martensita revenida e uma quantidade de austenita retida, também chamada de revertida/retida, em torno de 5 a 15% em volume [2].

As Figuras 4 e 5 apresentam, respectivamente, imagens obtidas por microscopia ótica, onde vê-se somente a matriz, e microscopia por varredura de elétrons onde além da martensita revenida é possível visualizar austenita retida que se apresentam como pequenas “ilhas” de cor branca dispersas pela matriz, que estão destacadas pelas circunferências vermelhas [2].



**Figura 4:** Microscopia ótica de chapa de aço 9Ni duplamente normalizado e temperado. Nital [2].

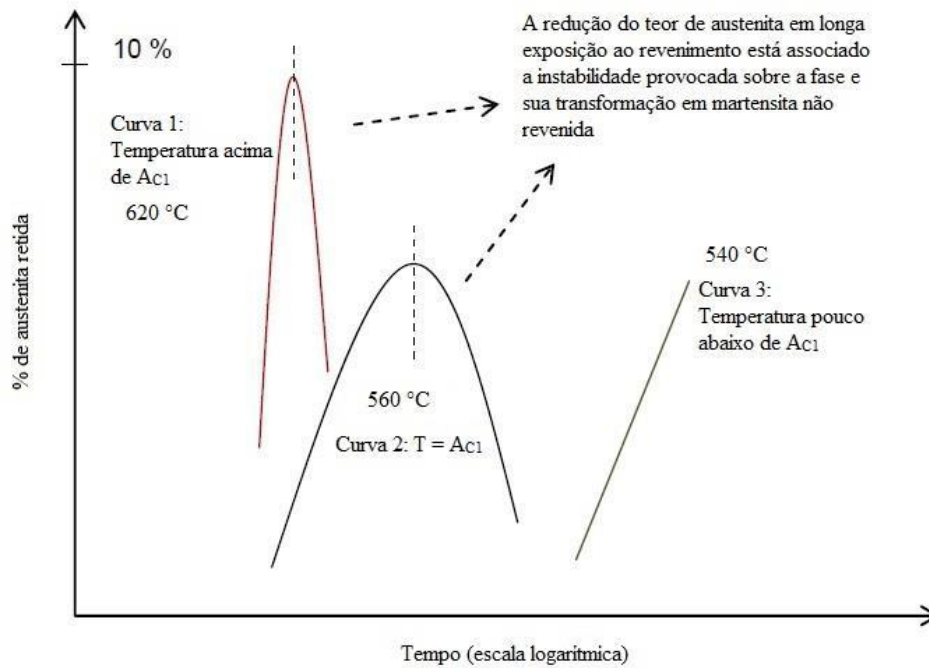




**Figura 5:** Microscopia eletrônica de varredura de chapa de aço 9Ni duplamente normalizado e temperado. Nital. Adaptado [2].

A retenção de austenita deve ser feita em quantidade ideal para combinar-se a resistência mecânica e a tenacidade em baixas temperaturas. A fase CFC confere ao metal elevada resistência a propagação de trincas. Além disso, a difusão de carbono e certos elementos deletérios da matriz para fase  $\gamma$ , previne a formação de carbeto e nitreto, o que eleva o limite de escoamento do metal e aumenta sua habilidade de endurecer-se em serviço, o confere tenacidade a fratura [10]. Outra característica proveniente da diminuição do teor de carbono da matriz é que o impedimento de precipitação de cementita ajuda a reduzir-se a temperatura de transição dúctil-frágil [11].

Deve-se, entretanto, ter cuidado com o tempo de exposição ao revenimento, assim como a temperatura do tratamento, uma vez que o aço é suscetível a fragilização por revenimento [5]. A formação de austenita é diretamente proporcional a temperatura de revenimento, porém longos tempos de exposição ou temperaturas muito acima de  $A_1$  podem provocar a instabilização da fase  $\gamma$ , uma vez que o teor de elementos de liga começa a diminuir em volumes de fase cada vez maiores. Esse efeito pode ser visualizado na Figura 6, onde podemos ver que em temperaturas iguais ou superiores à crítica há o aumento e posterior redução de austenita. Como resultado as “ilhas” de austenita revertida transformam-se em martensita não revenida logo ao final do tratamento, ou ainda durante operação, quando estiver sob efeito de algum carregamento [11].



**Figura 6:** Efeito do tempo e da temperatura sobre o teor de austenita retida durante o revenimento. Adaptado [2], [11].

### 3.2 Tratamento térmico de alívio de tensões

Durante o procedimento de soldagem, devido ao calor fornecido ao metal base, ocorre o surgimento de tensões de tração e contração provenientes da dilatação e da contração térmicas e quando elas não se anulam tem-se como resultante tensões residuais, as quais podem provocar deformações na peça ou gerar trincas e fraturas prematuras na peça [12].

Para a eliminação das tensões residuais pode-se submeter a peça soldada a um tratamento térmico de alívio de tensões, que consiste no aquecimento da mesma a uma temperatura abaixo da região crítica, a manutenção da temperatura por tempo determinado e o posterior resfriamento. Para tanto as taxas de aquecimento e de resfriamento devem ser controladas [13].

Quanto a tratamento térmico de alívio de tensões, a norma B31.3 estipula que somente se faz necessário para paredes maiores que 51 mm, por mais que o aço apresente grandes tensões residuais associadas a processos de soldagem. A norma explica que a martensita formada na ZTA nessas situações apresenta condições de dureza satisfatórias em relação ao que é requerido [2].

Como a faixa de temperaturas e tempo de TTAT para o aço 9Ni é bastante próxima da a faixa de temperaturas e tempo do tratamento de revenimento, sendo, respectivamente, de 565 a 605 °C durante tempo mínimo de uma hora pra cada polegada de espessura e 550 a 585 °C durante tempo mínimo de duas horas pra cada polegada de espessura mais uma hora adicional por cada polegada extra [4], os resultados esperados para o primeiro tratamento não devem diferir muito dos resultados do segundo.

Portanto, um efeito possível de se ocorrer é a fragilização de revenido. A fragilização é caracterizada pela presença de impurezas e certos elementos de liga nos contornos de grão. A microestrutura do aço não sofre alterações e o fenômeno somente pode ser revelado por meio de ensaio de resistência ao impacto, uma vez que outras propriedades mecânicas não são afetadas [14].

Aços que contêm concentrações apreciáveis de manganês, níquel ou cromo como elementos de liga, adicionalmente a um ou mais elementos dentre antimônio, fósforo, arsênio e estanho na forma de impurezas em concentrações baixas, são mais suscetíveis a fragilização de revenido. Os elementos elevam a temperatura de transição dúctil-frágil e a segregação deles e das impurezas para os contornos de grão permitem que a propagação de trincas dê-se de forma intergranular [15].

### **3.3 Ensaio de dureza Vickers**

O ensaio de dureza Vickers consiste na medição de uma indentação que é formada sobre a superfície de um corpo de prova quando este é submetido a um carregamento constante aplicado por meio de um penetrador [16].

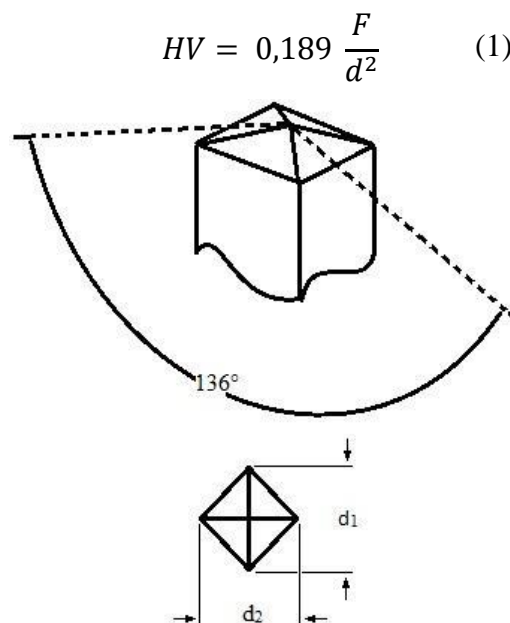
O citado penetrador é feito de diamante e possui geometria específica, que facilita a identificação de sua marca deixada no corpo de prova. Neste trabalho em questão, foi realizado o ensaio Vickers, onde o carregamento é aplicado sobre a superfície da amostra durante um período de 10 a 15 segundos por um penetrador piramidal de base quadrada, cujas faces opostas fazem um ângulo de 136° entre si, conforme a Figura 7[16].

O número de dureza Vickers é definido como um carregamento dividido pela área da indentação realizada. Na prática, essa área deve ser calculada por meio de medidas realizadas através de microscopia ótica [17].



As forças aplicáveis são divididas em duas categorias, a micro e a macroindentação. A microindentação abrange forças entre  $9,807 \times 10^{-3}$  e  $9,807$  N (1 a 1000 gf). Por sua vez, a macroindentação abrange forças acima de  $9,807$  até o valor de  $1176,80$  N (1 a 120 kgf) [16].

Para o cálculo da dureza Vickers (HV), indicada na Equação (1), é necessário selecionar uma força (F), em Newton, a ser aplicada e dividir seu valor pela área da projeção da indentação (d), em milímetros quadrados, que pode ser determinada pela média das diagonais ( $d_1$  e  $d_2$ ) [16].



**Figura 7:** Indentador piramidal de base quadrada [16].

A principal vantagem do teste, em relação a outros métodos, é a escala contínua de números de dureza, o que facilita a comparação de dureza de diferentes materiais sem a necessidade de troca de escala. Entretanto ele é mais lento, necessita de boa preparação superficial e está sujeito a falhas humanas quando da medição das diagonais [17].

### 3.4 Microscopia óptica

A microestrutura de um metal, obviamente, não é visível a olho nu. Para análise da mesma é possível utilizar-se da técnica de microscopia óptica, onde a luz transmitida,

ou refletida como é o caso de uso de amostras metálicas, é absorvida pelo olho humano após interagir com a superfície visualizada e passar por uma coluna de magnificação. O microscópio óptico permite a obtenção com rapidez de informações quanto a proporção de fases, morfologia, microestrutura e tamanho de grão [18].

Para que a análise possa ocorrer as amostras devem passar por preparação metalográfica que consiste em lixamento e polimento até que a superfície fique com aspecto liso e espelhado. Posteriormente deve-se realizar o emprego de reagentes químicos apropriados ao que se deseja revelar. Determinados reagentes atuam de forma diferenciada dependendo da orientação cristalina, já outros atuam em fases determinadas. Os contornos de grão, de forma geral, possuem átomos mais reativos e por isso são facilmente destacados pela ação dos reagentes [15].

Para a determinação do tamanho de grão existem inúmeras técnicas baseadas em termos de área, volume ou do diâmetro médio dos grãos. As técnicas mais utilizadas são aquelas desenvolvidas pela ASTM. Foram preparados vários quadros de comparação padronizados, contendo diferentes tamanhos médios de grão. A cada quadro foi atribuído um número denominado número do tamanho de grão [15].

A determinação do número de tamanho de grão pelo método do intercepto é conduzida de modo que retas ou círculos são sobre uma região da microestrutura, de modo a interceptarem os contornos de grão, conforme a Figura 8. É realizada a contagem do número de grãos interceptados e o valor obtido é utilizado nas seguintes equações [19]:

$$l = \frac{1}{N_L} \quad (2)$$

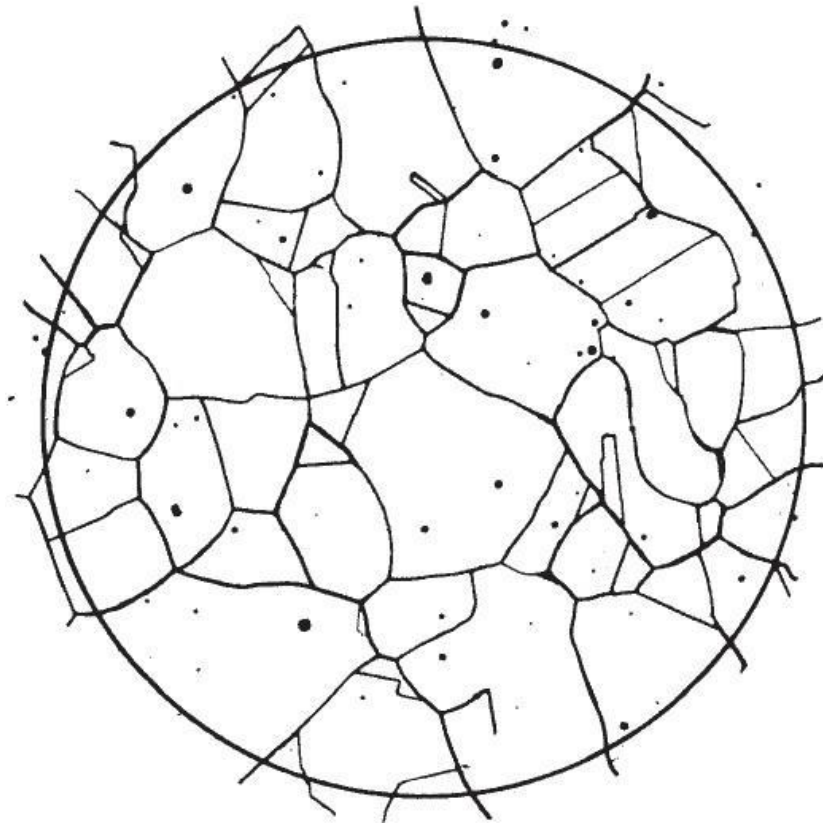
$$G = -6,644 * (\log l) - 3,288 \quad (3)$$

$$N_L = \frac{N * M}{\pi * D} \quad (4)$$

$$n = 2^{G-1} \quad (5)$$

Onde  $l$  é o número de intersecções por unidade de comprimento,  $N_L$  é número de grãos interceptados por unidade de comprimento,  $G$  é o número de tamanho de grão ASTM,  $N$  é o número de grãos interceptados,  $M$  é a magnificação utilizada na imagem e  $D$  é o diâmetro da circunferência traçada em mm. Ainda é possível calcular  $n$ , que é o número médio de grãos por polegada quadrada [19].

A Tabela 2 mostra a relação do número de tamanho de grão ASTM com as medidas dos grãos que cada um representa.



**Figura 8:** Exemplo de circunferência traçada sobre imagem de microestrutura para determinação do número do tamanho de grão ASTM [20].

**Tabela 2:** Relação do número do tamanho de grão ASTM com as medidas próprio grão [20].

Grain Size No. G	$\bar{N}_A$ Grains/Unit Area		$\bar{A}$ Average Grain Area		$\bar{d}$ Average Diameter		$\bar{T}$ Mean Intercept		$\bar{N}_L$ No./mm
	No./in. <sup>2</sup> at 100X	No./mm <sup>2</sup> at 1X	mm <sup>2</sup>	µm <sup>2</sup>	mm	µm	mm	µm	
00	0.25	3.88	0.2581	258064	0.5080	508.0	0.4525	452.5	2.21
0	0.50	7.75	0.1290	129032	0.3592	359.2	0.3200	320.0	3.12
0.5	0.71	10.96	0.0912	91239	0.3021	302.1	0.2691	269.1	3.72
1.0	1.00	15.50	0.0645	64516	0.2540	254.0	0.2263	226.3	4.42
1.5	1.41	21.92	0.0456	45620	0.2136	213.6	0.1903	190.3	5.26
2.0	2.00	31.00	0.0323	32258	0.1796	179.6	0.1600	160.0	6.25
2.5	2.83	43.84	0.0228	22810	0.1510	151.0	0.1345	134.5	7.43
3.0	4.00	62.00	0.0161	16129	0.1270	127.0	0.1131	113.1	8.84
3.5	5.66	87.68	0.0114	11405	0.1068	106.8	0.0951	95.1	10.51
4.0	8.00	124.00	0.00806	8065	0.0898	89.8	0.0800	80.0	12.50
4.5	11.31	175.36	0.00570	5703	0.0755	75.5	0.0673	67.3	14.87
5.0	16.00	248.00	0.00403	4032	0.0635	63.5	0.0566	56.6	17.68
5.5	22.63	350.73	0.00285	2851	0.0534	53.4	0.0476	47.6	21.02
6.0	32.00	496.00	0.00202	2016	0.0449	44.9	0.0400	40.0	25.00
6.5	45.25	701.45	0.00143	1426	0.0378	37.8	0.0336	33.6	29.73
7.0	64.00	992.00	0.00101	1008	0.0318	31.8	0.0283	28.3	35.36
7.5	90.51	1402.9	0.00071	713	0.0267	26.7	0.0238	23.8	42.04
8.0	128.00	1984.0	0.00050	504	0.0225	22.5	0.0200	20.0	50.00
8.5	181.02	2805.8	0.00036	356	0.0189	18.9	0.0168	16.8	59.46
9.0	256.00	3968.0	0.00025	252	0.0159	15.9	0.0141	14.1	70.71
9.5	362.04	5611.6	0.00018	178	0.0133	13.3	0.0119	11.9	84.09
10.0	512.00	7936.0	0.00013	126	0.0112	11.2	0.0100	10.0	100.0
10.5	724.08	11223.2	0.000089	89.1	0.0094	9.4	0.0084	8.4	118.9
11.0	1024.00	15872.0	0.000063	63.0	0.0079	7.9	0.0071	7.1	141.4
11.5	1448.15	22446.4	0.000045	44.6	0.0067	6.7	0.0060	5.9	168.2
12.0	2048.00	31744.1	0.000032	31.5	0.0056	5.6	0.0050	5.0	200.0
12.5	2896.31	44892.9	0.000022	22.3	0.0047	4.7	0.0042	4.2	237.8
13.0	4096.00	63488.1	0.000016	15.8	0.0040	4.0	0.0035	3.5	282.8
13.5	5792.62	89785.8	0.000011	11.1	0.0033	3.3	0.0030	3.0	336.4
14.0	8192.00	126976.3	0.000008	7.9	0.0028	2.8	0.0025	2.5	400.0

O controle do tamanho de grão é fundamental para a manutenção das propriedades mecânicas de uma liga, pois a cada contorno de grão tem-se uma barreira para o deslocamento de discordâncias, ou seja, uma microestrutura mais refinada apresenta maiores dificuldades para o deslocamento de discordâncias. Em consequência a um aumento do tamanho de grão, diminuem-se os valores dos limites de escoamento e de resistência [21].

### 3.6 Microscopia eletrônica de varredura

Como forma de complementação a microscopia óptica é realiza-se análises por microscopia eletrônica de varredura também. Este tipo de análise permite a utilização de vários recursos e possui capacidade maior de magnificação.

O princípio do MEV consiste na exploração da superfície observada por meio da utilização de um feixe de elétrons de pequeno diâmetro, que é conduzido por meio da utilização de um sistema de bobinas de deflexão, e captura do sinal gerado a partir da interação do feixe com a amostra, por um detector. O sinal detectado permite que uma imagem seja gerada por meio do uso de um software, mas a imagem irá depender do tipo de sinal capturado [22]. Abaixo seguem alguns dos sinais e técnicas mais utilizados:

- Elétrons Secundários – Ou SE, do inglês *secondary electron*. São de baixa energia, < 50 eV, e podem formar imagens de alta resolução, entre 3 e 5 nm. O contraste da imagem gerada a partir deste sinal é dado pelo relevo da amostra, principal modo de formação de imagens por MEV [21];
- Elétrons Retroespalhados – Ou BSE, do inglês *backscattering electron*. Possui energia superior a 50 eV. Seu princípio de atuação baseia-se nas colisões elásticas que sofrem e o sinal gerado é proveniente de interações mais profunda na amostra do que o sinal gerado por elétrons secundários permitindo imagens que fornecem informações referentes a composição química, conferindo contraste na densidade dos elementos químicos presentes [22];
- Espectroscopia de energia dispersiva - A técnica também é conhecida como EDS, do inglês *Energy Dispersive Spectroscopy*. Este sinal é gerado a partir da captura do “pacote” de energia liberado por elétrons mais externos aos átomos, quando retornam para seus níveis originais de energia, após serem excitados pelo feixe de elétrons incidente. Como os elétrons somente liberam “pacotes” de energia característicos a cada elemento químico, é possível determinar-se os elementos de liga presentes no ponto analisado [18].
- Difração de Elétrons Retroespalhados - A técnica que é conhecida como EBDS, do inglês *Electron BackScatter Diffraction*, permite a determinação da orientação cristalográfica em determinados pontos do material analisado. O método baseia-se na lei de Bragg para difração eletromagnética e gera imagens que devem ser comparadas com padrões pré-estabelecidos [22].

A preparação das amostras deve ser a mesma exigida para a MO, lixamento, polimento e ataque químico. Em seguida, no porta amostras, estas devem ser revestidas com íons metálicos de ouro ou então com recobrimento de carbono, de modo que se estabeleça condutividade entre as amostras e o porta amostras. Caso esse revestimento não seja feito o feixe incidente passa a ser repellido pelos elétrons acumulados nas amostras [22].

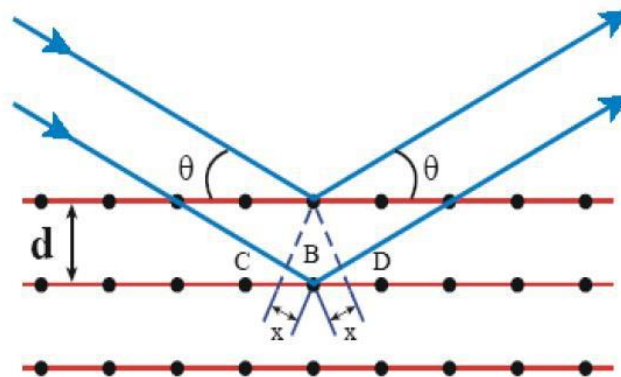
### 3.4 Difração de raios X

Uma importante etapa da caracterização de um material é a qualificação e a quantificação das fases presentes em sua estrutura. A técnica de difração de raios-X é largamente utilizada uma vez que ao incidir-se radiação sobre uma amostra metálica a estrutura cristalina da mesma, composta por átomos ordenados em planos separados por uma distância de ordem de grandeza equiparável ao comprimento de onda dos raios, provoca a difração destes e os seus fótons são difratados em direções de espalhamento tais que podem ser relacionadas às direções dos planos cristalinos pela Lei de Bragg na forma da Equação (6) [23]:

$$n\lambda = 2 d \sin \theta \quad (6)$$

Onde  $n$  é um número inteiro correspondente à ordem de difração dos planos,  $d$  é a distância interplanar e  $\theta$  é o ângulo de incidência da radiação [24].

O princípio da técnica baseia-se na interação entre raios-X incididos sobre uma amostra e os elétrons componentes do material analisado, onde um fóton de raios-X colide elasticamente com um elétron da amostra e sofre uma mudança em sua trajetória, sem alterações em seu comprimento de onda, como mostrado na Figura 9 [24].



**Figura 9:** Colisão de um fóton de raios-X com um elétron de uma amostra [24].

Os parâmetros  $\theta$  e  $\lambda$  são próprios de cada estrutura cristalina e por meio deles, em conjunto com a intensidade dos raios capturados pelo detector, é possível gerar o difratograma experimental. Este deve ser então comparado a um difratograma teórico ou

analisado por algum software que possua um banco de dados contendo padrões de referência para a identificação das fases presentes [24].

Para a análise quantitativa existe uma série de técnicas que se baseiam na proporcionalidade entre as estruturas cristalinas presentes em uma amostra e a intensidade relativa de diferentes conjuntos de picos que as representam em um difratograma, tais como método da adição, método do padrão interno, curva de calibração e método de Rietveld [24].

O citado método de Rietveld tem por base a minimização da diferença entre um difratograma calculado a partir de uma referência, e um experimental por meio do método dos mínimos quadrados. Realiza-se um refinamento do padrão calculado tornando-o mais próximo ao experimental possível, por meio de ajuste de parâmetros utilizados na geração do padrão. Ou seja, o difratograma calculado deve sobrepor o experimental da forma mais justa possível para que se possa extrair informações do mesmo [24].

## **4. Materiais e métodos**

### **4.1 Material analisado**

O material utilizado nos ensaios e testes realizados para este trabalho foi obtido a partir de um tubo sem costura de aço 9% Ni temperado e revenido de 2" de parede, conforme especificado na norma ASTM A333 grau 8, revestido internamente com superliga de Níquel 625 por GTAW arame quente. A têmpera é conduzida a temperatura de 800 +/- 15 °C durante tempo mínimo de uma hora para cada polegada de espessura e posterior imersão em água corrente. Para o revenimento deve-se manter o tubo a temperatura uniforme dentro da faixa de 565 a 605 °C durante tempo mínimo de uma hora para cada polegada de espessura e em seguida resfria-se o metal ao ar ou em água a taxas maiores que 165 °C/h [4].

As 21 amostras, de dimensões 10 x 5 x 5 mm foram cortadas, a partir da parede externa do tubo, no metal base, à 40 mm de distância da linha de ligação com o revestimento.

A Tabela 3 mostra a comparação da composição química entre o que é especificado em norma e os valores fornecidos pelo fabricante do tubo.

**Tabela 3:** Comparação da composição do aço 9Ni especificada pela norma ASTM A333 [4] e os valores do fabricante.

		A333	Fabricante
Composição química (% em peso)	C	0,13 max.	0,04
	Mn	0,90 máx.	0,61
	P	0,025 máx.	<0,006
	S	0,25 máx.	<0,002
	Si	0,13 – 0,32	0,25
	Ni	8,40 – 9,60	8,97
	Al		0,023
	Cr		0,06
	Cu		0,04
	Ti		<0,005

#### 4.2 Tratamento térmico de alívio de tensões

As temperaturas e tempos para o TTAT foram escolhidos de acordo com as normas ASTM A333 e ASME B31.3. A primeira norma estabelece que a temperatura de TTAT esteja dentro da faixa de 550 a 585 °C e o tempo de tratamento seja de 2 horas para de tubos de 1 polegada de espessura, mais 1 hora por cada polegada adicional, além de taxa de resfriamento de 165 °C/h ao ar.

A norma ASME B31.3, por sua vez, determina faixa de 552 a 585 °C como aceitável para a realização de TTAT, por 1 hora por polegada de parede do tubo e taxa de resfriamento entre 167 e 316 °C.

Para este trabalho foram selecionadas 5 temperaturas para TTAT, 3 delas dentro da faixa determinada ASTM A333, 1 abaixo da faixa e 1 acima. Todas elas estão dentro



do campo bifásico do diagrama de fases da Figura 1, portanto entre  $A_1$  e  $A_3$ . Os 4 tempos selecionados simulam tubos de parede de 1, 2, 3 e 4 polegadas, conforme a norma ASTM A333, ou 2, 3, 4 e 5 polegadas, conforme ASME B31.3. A taxa de aquecimento escolhida foi de 100 °C/h e o resfriamento foi conduzido ao ar [4] [26].

A Tabela 4 mostra o tempo e a temperatura de TTAT as quais foram submetidas cada amostra e na Figura 10 pode-se ver o posicionamento de 4 amostras dentro do forno no início do tratamento. A retirada de cada amostra de dentro do forno foi realizada sempre de uma em uma hora após a primeira amostra ter sido retirada duas horas depois de ter-se atingido a temperatura selecionada para o TTAT.

A amostra sem TTAT, ou seja, somente temperada e revenida conforme ASTM A333 grau 8, é representada como TT00.

**Tabela 4:** Temperaturas e tempos de tratamento térmico de alívio de tensões impostos a cada amostra.

		Tempo (h)			
		2	3	4	5
Temperatura (°C)	535	TT01	TT02	TT03	TT04
	550	TT05	TT06	TT07	TT08
	568	TT09	TT10	TT11	TT12
	585	TT13	TT14	TT15	TT16
	600	TT17	TT18	TT19	TT20



**Figura 10:** Disposição de amostras dentro do forno para tratamento térmico de alívio de tensões.

### **4.3 Ensaio de dureza Vickers**

Para este projeto foram realizadas de 5 a 6 indentações e a mesma quantidade de microindentações em cada uma das 21 amostras, as quais foram previamente fresadas, para garantir o paralelismo entre as superfícies de ensaio e de apoio, lixadas, polidas e atacadas com o reagente composto por solução de 200 ml de água com 4 g de cloreto férrico e 4 g de ácido pícrico para revelar os contornos de grão [25]

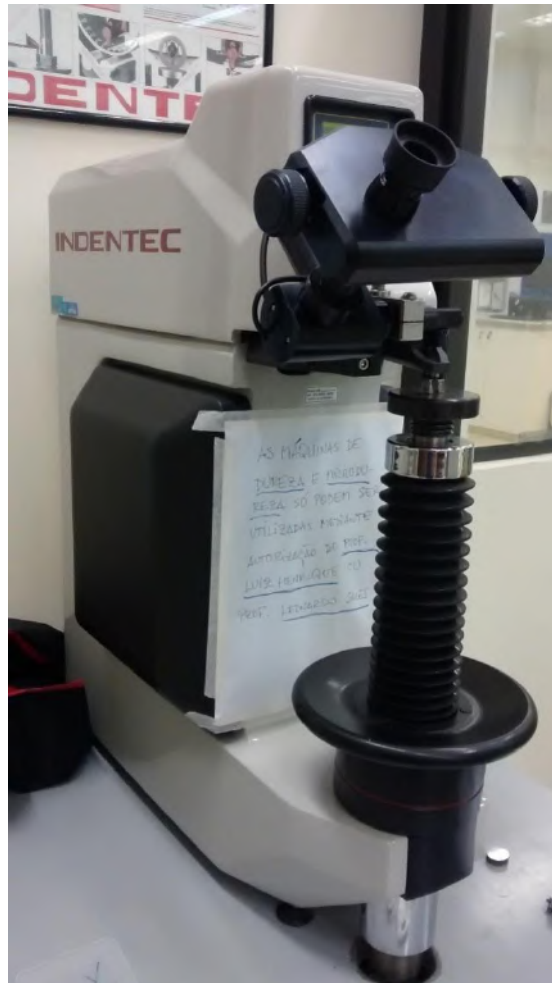
O espaçamento entre cada indentação e entre estas e a borda da amostra foi bem superior ao mínimo recomendado pela norma ASTM E384, a qual determina uma distância de 2,5 vezes o diagonal da indentação. A microindentação de maior diagonal realizada foi de 30,0  $\mu\text{m}$ , portanto o espaçamento entre cada microindentação não foi menor que 75,0  $\mu\text{m}$ . A maior diagonal de uma indentação foi de 300,0  $\mu\text{m}$  delimitando o espaçamento entre cada indentação para valores maiores que 750,0  $\mu\text{m}$ , ou 0,75 mm.

As cargas selecionadas para o ensaio foram de 100 g para microindentação, que fornece valores de dureza na unidade HV0,1, e de 10 kg para macroindentação [26], que fornece valores na unidade HV10. Os equipamentos utilizados foram durômetros da

marca INDENTEC, o primeiro com capacidade para realizar microindentação (Figura 11) e o segundo somente macro (Figura 12).



**Figura 11:** Durômetro de microindentação.



**Figura 12:** Durômetro de macroindentação.

#### 4.4 Microscopia óptica

Após as amostras serem devidamente fresadas, lixadas e polidas com a utilização de pasta diamantada, realizou-se inúmeros ataques químicos. Os reagentes utilizados foram selecionados com o objetivo de revelar os contornos de grão da martensita revenida, que possibilitou a determinação do número do tamanho de grão, precipitados e realizou-se uma tentativa de revelar austenita retida também. Suas especificações seguem abaixo:

- Reagente Beraha – Atuação: o reagente colore de forma diferenciada as fases presentes, usado para revelar a austenita retida. Composição: 16 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  + 3 g  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$  + 94 ml  $\text{H}_2\text{O}$  [27] [28]. Método de aplicação: imersão com agitação por 1 a 2 min de amostras previamente aquecidas a 50 °C com soprador térmico.

- Reagente Klemm – Atuação: o reagente colore de forma diferenciada as fases presentes, usado para revelar a austenita retida. Composição: 50 ml de água saturada em  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  + 1 g  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$  [29]. Método de aplicação: imersão com agitação por 1 a 2 min de amostras previamente aquecidas a 50 °C com soprador térmico.
- Nital 2%, usado para revelar contornos de grão. Composição: 2 ml  $\text{HNO}_3$  + 98 ml  $\text{H}_2\text{O}$  [2] [3] [10] [30]. Método de aplicação: imersão por 10 a 20 s.
- Reagente composto de 4 g de ácido pícrico + 4 g de cloreto férrico. Método de aplicação: pincelamento de detergente comercial neutro como agente molhante seguido de pincelamento com o reagente por 1 min em média [31] [32] [33] [34].

Após os ataques químicos, as amostras foram analisadas em microscópios ópticos por diferentes aumentos, para seleção do mais apropriado do reagente para cada efeito desejado para que posteriormente estes fossem utilizados de forma mais completa em todas as amostras. As imagens obtidas foram analisadas com a utilização do software Image PRO, que foi usado também na contagem dos grãos interceptados, quando da determinação dos números de tamanho de grão ASTM pelo método dos interceptos.

O método dos interceptos previsto na norma ASTM E112 foi utilizado para a determinação do número do tamanho de grão ASTM, de modo que circunferências foram traçadas sobre as imagens obtidas por MO, e o número de grãos interceptados foram contados. Fez-se uso, então, das equações (2), (3), (4) e (5).

#### **4.5 Microscopia eletrônica de varredura**

Os reagentes selecionados para análises no MEV foram o Nital 2% e o reagente a base de ácido pícrico e cloreto férrico. As análises foram executadas no Núcleo Multiusuário de Microscopia da UFRJ/ COPPE/ PEMM, conduzidas pelo operador qualificado pelo laboratório e acompanhadas pelo autor deste trabalho.

#### **4.4 Difração de raios X**

As análises foram executadas no Laboratório Multiusuário de Caracterização de Superfícies da UFRJ/ COPPE/ PEMM, conduzidas pelo operador qualificado pelo laboratório.

Com a utilização do programa FullProf, foram gerados os difratogramas assim como a análise qualitativa por comparação com padrões de referência, e a análise quantitativa por meio do refinamento de Rietveld, conduzido também no FullProf. Por meio do programa também é possível calcular o comprimento de pico a meia altura, ou FWHM, do inglês *Full Width at Half Maximum*, por meio da técnica de Gaglioti, o que permite verificar variação de tensão residual.

Abaixo seguem os parâmetros utilizados no ensaio de DRX:

- Faixa de varredura: 20 a 100°;
- Tempo de varredura: fixo em 2 s;
- Passo: 0,05°;
- Velocidade de varredura: 2°/min.

### **5. Resultados e discussões**

#### **5.1 Ensaio de dureza Vickers**

##### **5.1.1 Macroindentação**

Na Tabela 5 são exibidas todas as durezas obtidas por macroindentação realizada em 5 ou 6 penetrações em cada uma das 21 amostras analisadas neste trabalho. Em seguida, na Tabela 6, são fornecidos os valores médios de dureza para cada amostra e os respectivos desvios padrão.

**Tabela 5:** Valores de dureza para cada macroindentação.

<b>HV10</b>						
<b>TT00</b>	<b>TT01</b>	<b>TT02</b>	<b>TT03</b>	<b>TT04</b>	<b>TT05</b>	<b>TT06</b>
244,40	245,30	223,50	238,70	240,90	230,00	229,20
247,10	249,50	227,00	241,50	248,20	222,90	226,00
243,60	259,10	224,00	225,40	235,50	233,80	240,80
247,70	258,30	228,60	222,10	238,90	234,80	243,60
247,70	238,70	236,50	231,20	234,60	242,90	238,50
<b>TT07</b>	<b>TT08</b>	<b>TT09</b>	<b>TT10</b>	<b>TT11</b>	<b>TT12</b>	<b>TT13</b>
217,10	235,60	204,40	223,10	214,50	237,30	227,60
222,30	235,10	224,90	227,50	219,80	228,60	234,00
227,30	234,10	232,60	228,90	224,60	226,00	231,30
224,10	238,80	227,30	217,60	221,80	220,00	227,80
231,30	228,10	243,00	219,70	218,60	228,70	223,80
				220,40		232,00
<b>TT14</b>	<b>TT15</b>	<b>TT16</b>	<b>TT17</b>	<b>TT18</b>	<b>TT19</b>	<b>TT20</b>
224,60	212,00	220,40	206,00	214,80	220,40	213,90
216,40	223,50	215,80	211,20	228,40	212,00	219,70
228,30	224,00	219,10	255,70	218,60	216,20	215,10
225,60	228,70	223,70	227,90	214,20	211,30	220,10
228,60	231,00	219,20	235,50	223,10	212,30	220,10

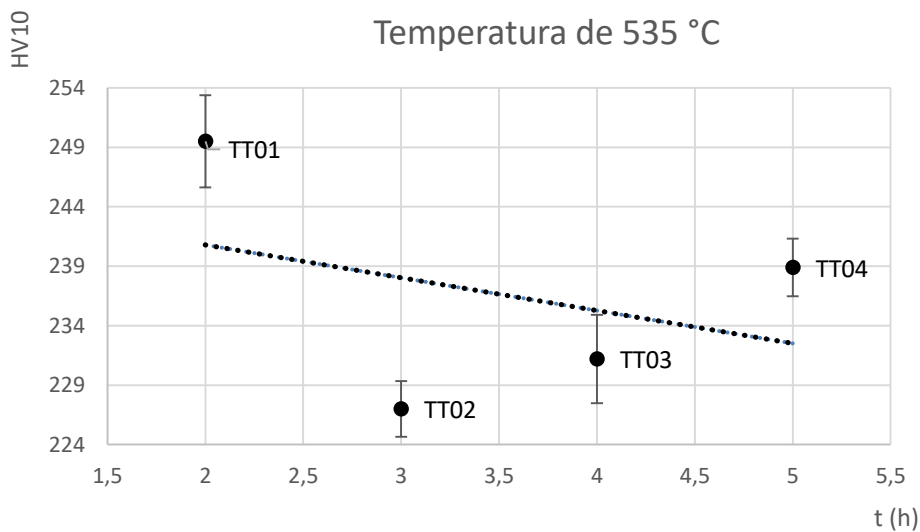
**Tabela 6:** Valores médios de dureza e respectivos desvios padrão para cada macroindentação.

<b>Amostra</b>	<b>HV10</b>	<b>DP</b>	<b>Amostra</b>	<b>HV10</b>	<b>DP</b>
<b>TT00</b>	<b>247,10</b>	<b>1,75</b>	<b>TT11</b>	220,10	3,08
<b>TT01</b>	249,50	7,77	<b>TT12</b>	228,60	5,57
<b>TT02</b>	227,00	4,69	<b>TT13</b>	229,55	3,38
<b>TT03</b>	231,20	7,44	<b>TT14</b>	225,60	4,42
<b>TT04</b>	238,90	4,86	<b>TT15</b>	224,00	6,56
<b>TT05</b>	233,80	6,52	<b>TT16</b>	219,20	2,54
<b>TT06</b>	238,50	6,82	<b>TT17</b>	227,90	17,82
<b>TT07</b>	224,10	4,77	<b>TT18</b>	218,60	5,34
<b>TT08</b>	235,10	3,49	<b>TT19</b>	212,30	3,44
<b>TT09</b>	227,30	12,66	<b>TT20</b>	219,70	2,71
<b>TT10</b>	223,10	4,35			

Na sequência os valores médios são plotados em gráficos, com suas respectivas barras de erro, de tal modo que as amostras são separadas em grupos de temperaturas de tratamento térmico de alívio de tensões iguais, onde se diferenciam entre si em tempo de tratamento térmico e dureza, e em grupos de tempos de tratamento térmico iguais, onde os parâmetros de temperatura e dureza variam.

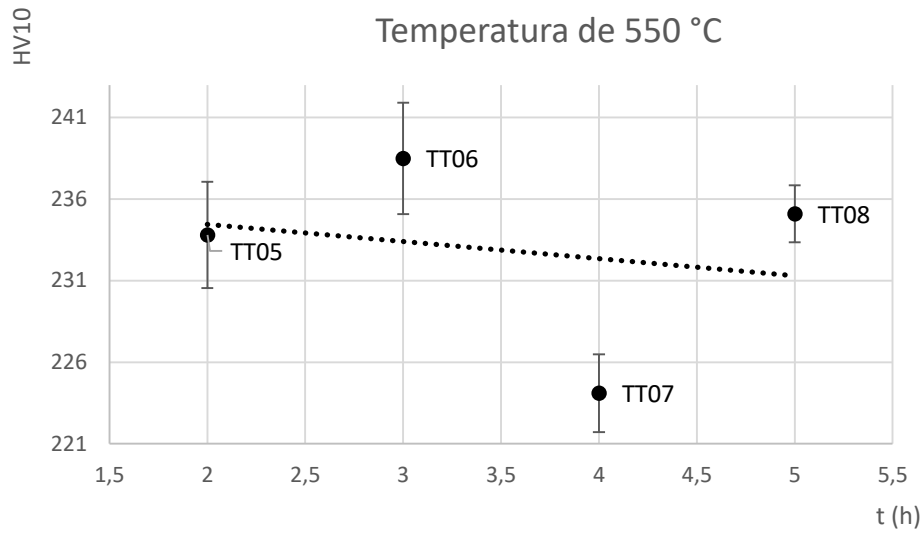
As Figuras 13, 14, 15, 16 e 17 mostram os gráficos de dureza por macroindentação *versus* o tempo em horas das amostras tratadas a temperaturas de 535, 550, 568, 585 e 600 °C, respectivamente. A Figura 18 mostra as curvas de tendência de cada um dos gráficos anteriores sobrepostos, para efeito de comparação.

Já as figuras 19, 20, 21 e 22 mostram os gráficos de dureza por macroindentação *versus* temperatura de tratamento em °C das amostras tratadas em 2, 3, 4 e 5 horas, respectivamente. A Figura 23 mostra as curvas de tendência de cada um dos gráficos anteriores sobrepostos, para efeito de comparação.

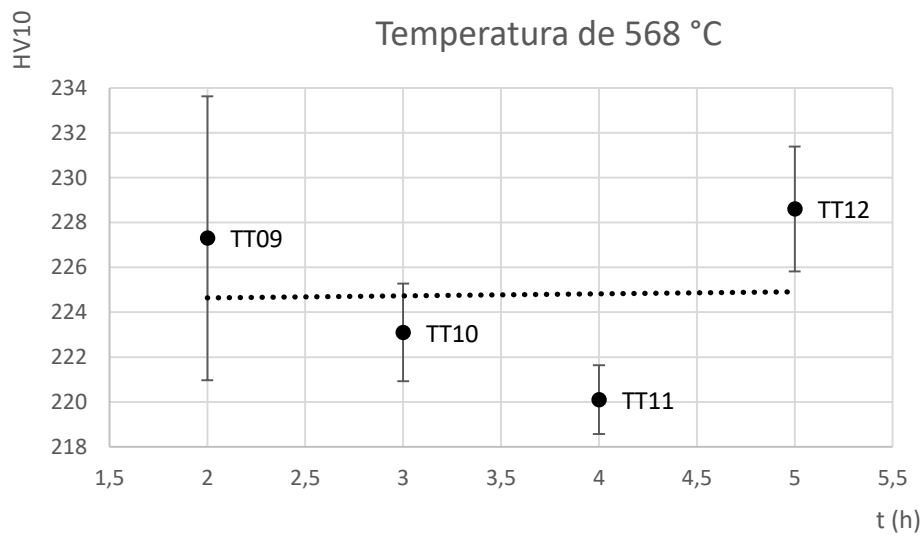


**Figura 13:** Gráfico de dureza por macroindentação em função do tempo de tratamento térmico a 535 °C.

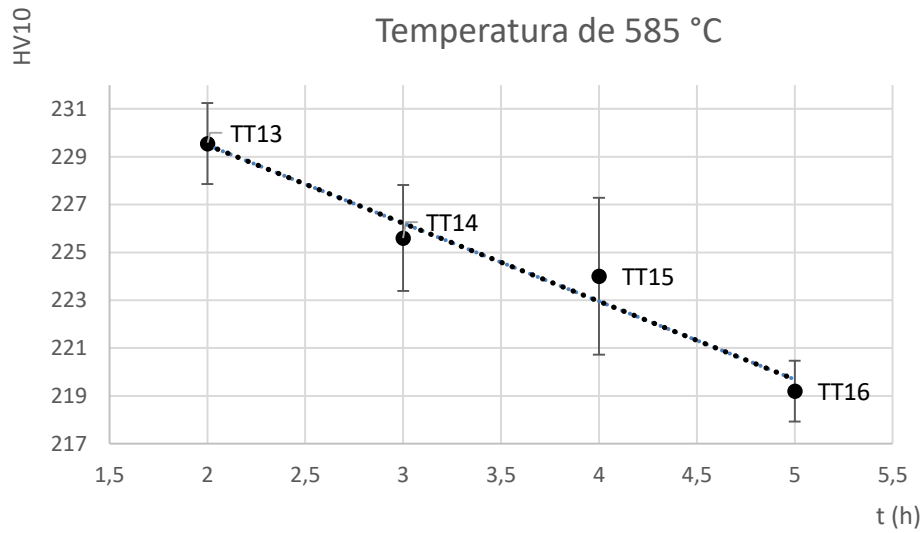




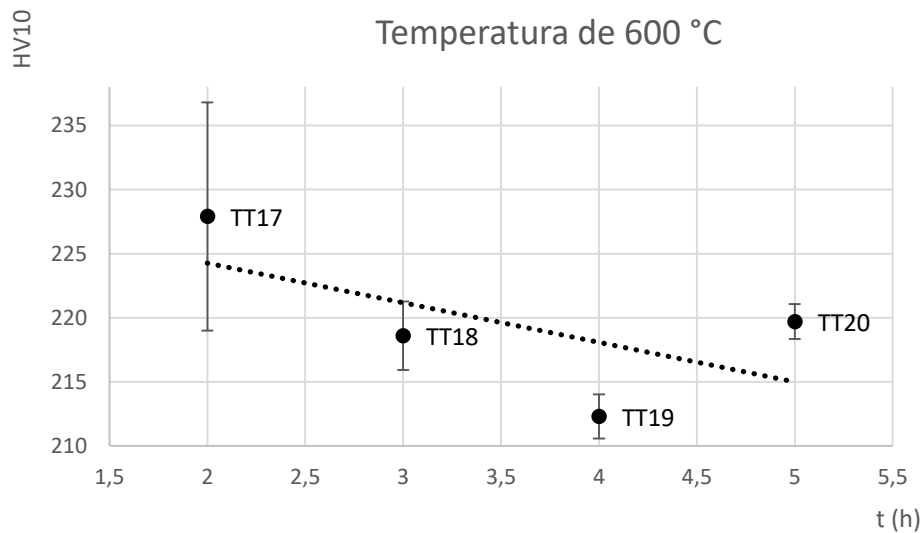
**Figura 14:** Gráfico de dureza por macroindentação em função do tempo de tratamento térmico a 550 °C.



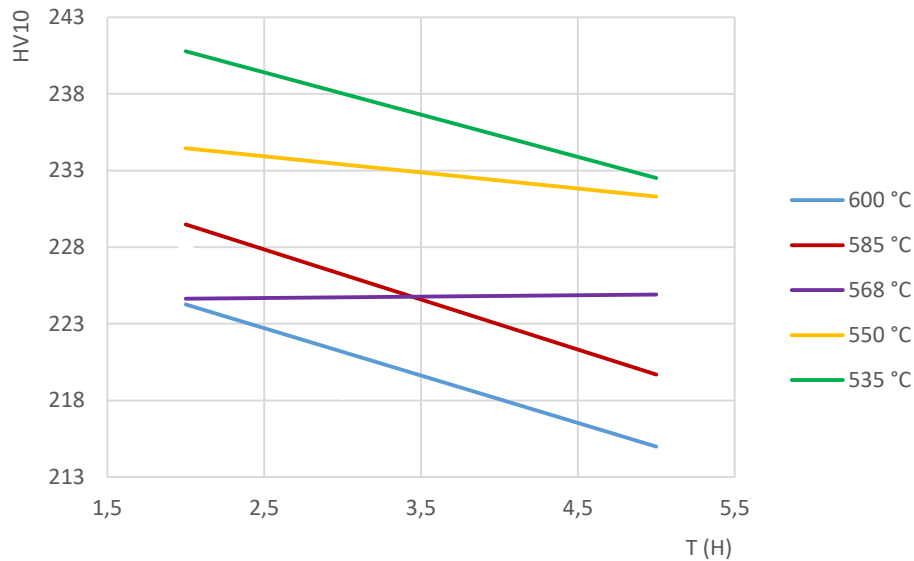
**Figura 15:** Gráfico de dureza por macroindentação em função do tempo de tratamento térmico a 568 °C.



**Figura 16:** Gráfico de dureza por macroindentação em função do tempo de tratamento térmico a 585 °C.

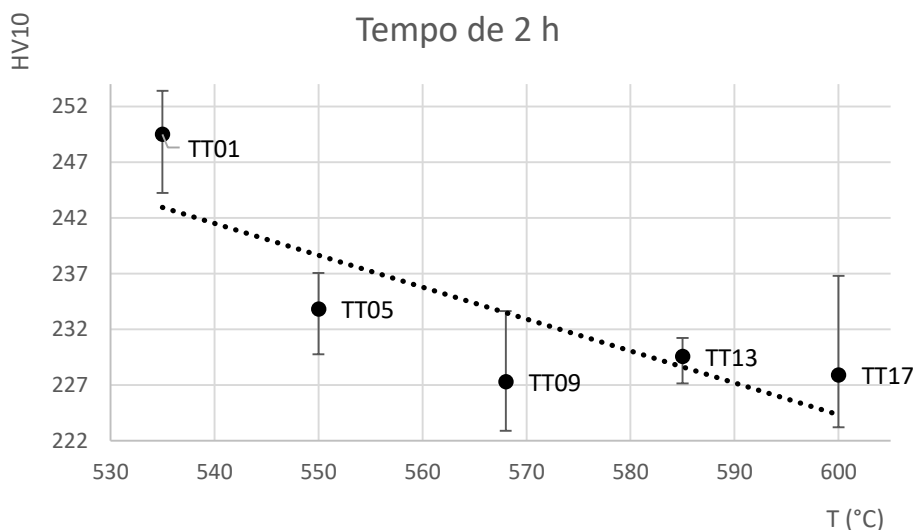


**Figura 17:** Gráfico de dureza por macroindentação em função do tempo de tratamento térmico a 600 °C.

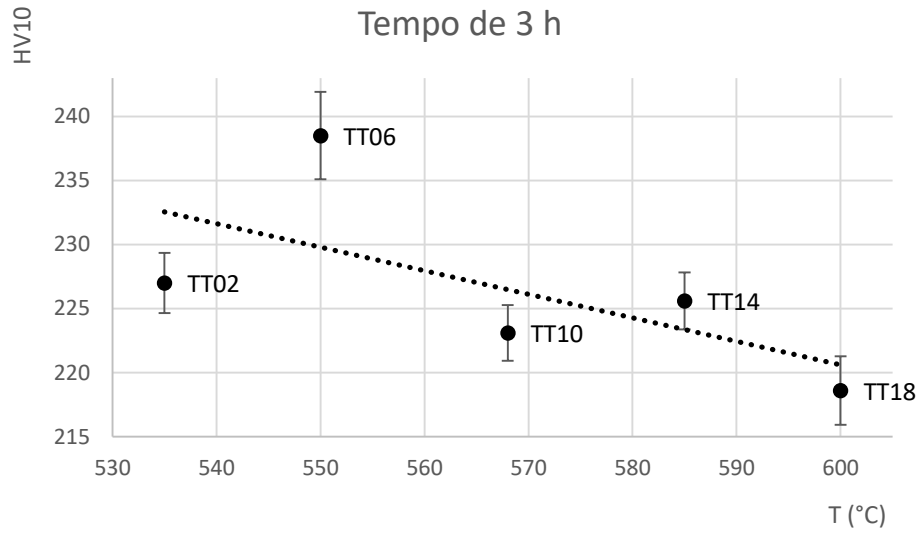


**Figura 18:** Comparação dos gráficos de dureza por macroindentação em função do tempo de tratamento térmico.

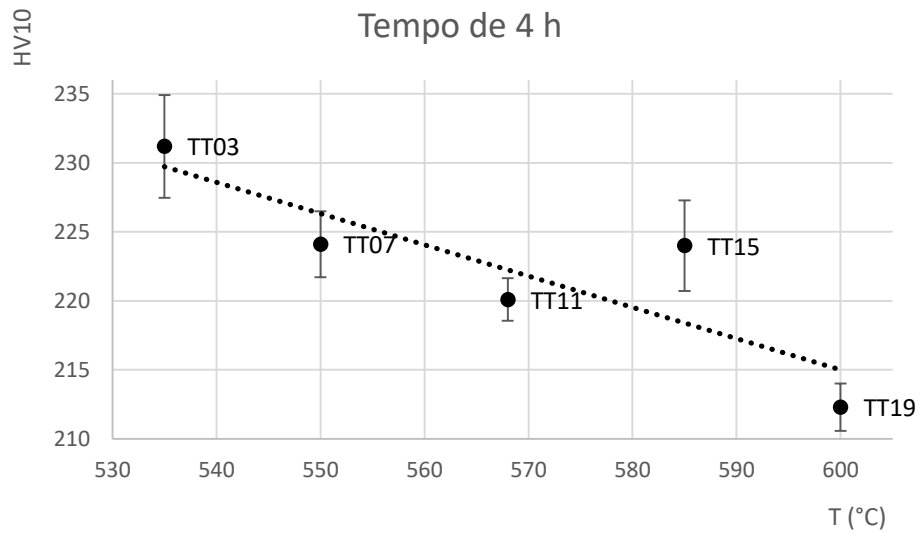
Como esperado para tratamento pós-soldagem, ocorreu progressiva redução da dureza por macroindentação das amostras por alívio das tensões residuais, como visto na Figura 18. Observa-se que quando se aumenta a temperatura o patamar dos gráficos é rebaixado. Entretanto um padrão de comportamento pode ser observado nos gráficos individuais por temperatura. Com exceção do gráfico apresentado na Figura 16, pode-se observar um aumento na dureza após 4 h de tratamento.



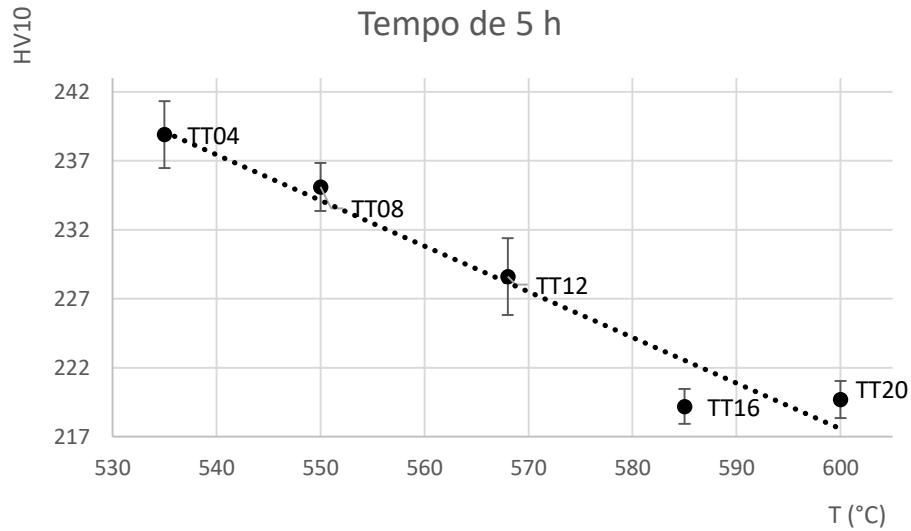
**Figura 19:** Gráfico de dureza por macroindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 2 h.



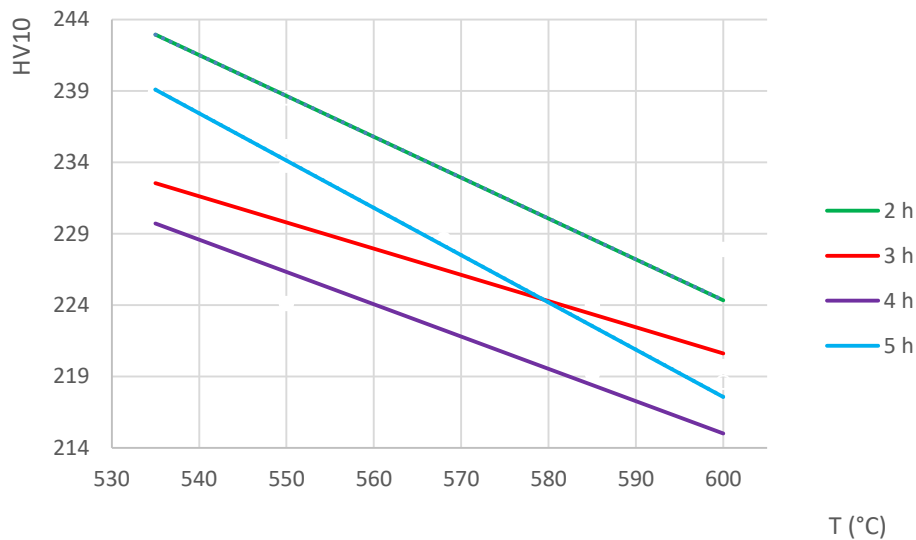
**Figura 20:** Gráfico de dureza por macroindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 3 h.



**Figura 21:** Gráfico de dureza por macroindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 4 h.



**Figura 22:** Gráfico de dureza por macroindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 5 h.



**Figura 23:** Comparação dos gráficos de dureza por macroindentação em função da temperatura de tratamento térmico.

Os gráficos das Figuras 19 a 20 confirmam o que foi observado nos gráficos anteriores, com o aumento da temperatura e do tempo até 4 h ocorre redução dos valores de dureza. Porém, acima de 4 h os valores sobem de patamar, apesar de continuarem decrescendo com o aumento de temperatura.

Em todos os casos a redução da dureza a partir da amostra (247,10 HV10) como recebida é bastante significativa.

### 5.1.2 Microindentação

Na Tabela 7 são exibidas todas as durezas obtidas por microindentação realizada em 5 ou 6 penetrações em cada uma das 21 amostras analisadas neste trabalho. Em seguida, na Tabela 8, são fornecidos os valores médios de dureza para cada amostra e os respectivos desvios padrão.

Na sequência os valores médios de dureza são plotados em gráficos, com suas respectivas barras de erro, de tal modo que as amostras são separadas em grupos de temperaturas de tratamento térmico de alívio de tensões iguais, onde se diferenciam entre si em tempo de tratamento térmico e dureza, e em grupos de tempos de tratamento térmico iguais, onde os parâmetros de temperatura e dureza variam.

As Figuras 24, 25, 26, 27 e 28 mostram os gráficos de dureza por microindentação *versus* o tempo em horas das amostras tratadas a temperaturas de 535, 550, 568, 585 e 600 °C, respectivamente. A Figura 29 mostra as curvas de tendência de cada um dos gráficos anteriores sobrepostos, para efeito de comparação.

Já as figuras 30, 31, 32 e 33 mostram os gráficos de dureza por microindentação *versus* temperatura de tratamento em °C das amostras tratadas em 2, 3, 4 e 5 horas, respectivamente. A Figura 34 mostra as curvas de tendência de cada um dos gráficos anteriores sobrepostos, para efeito de comparação.

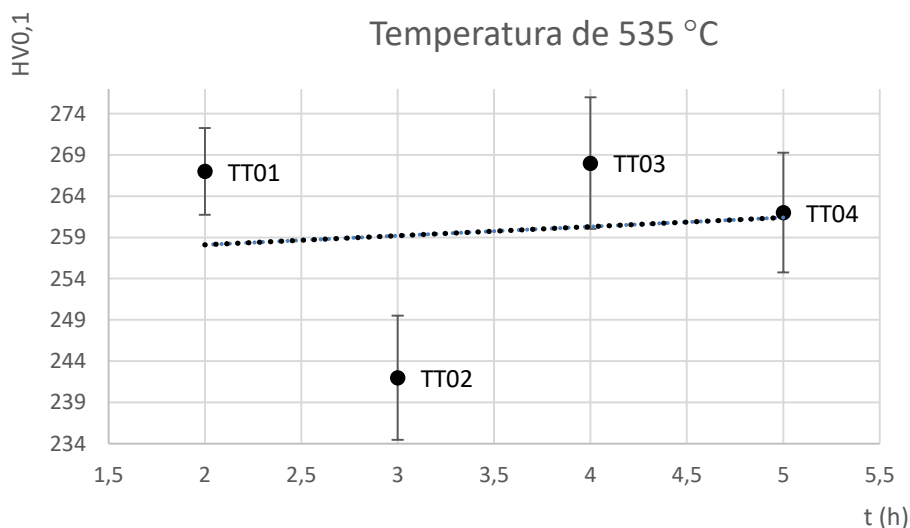
**Tabela 7:** Valores de dureza para cada microindentação.

HV0,1						
TT00	TT01	TT02	TT03	TT04	TT05	TT06
281,00	268,00	266,00	285,00	262,00	251,00	232,00
256,00	252,00	260,00	274,00	281,00	252,00	235,00
276,00	285,00	240,00	240,00	276,00	247,00	237,00
276,00	256,00	242,00	268,00	242,00	270,00	230,00
274,00	268,00	224,00	252,00	252,00	251,00	249,00
270,00	266,00					
TT07	TT08	TT09	TT10	TT11	TT12	TT13
245,00	235,00	238,00	249,00	243,00	272,00	258,00
243,00	251,00	247,00	237,00	254,00	247,00	249,00
245,00	243,00	260,00	235,00	254,00	242,00	258,00

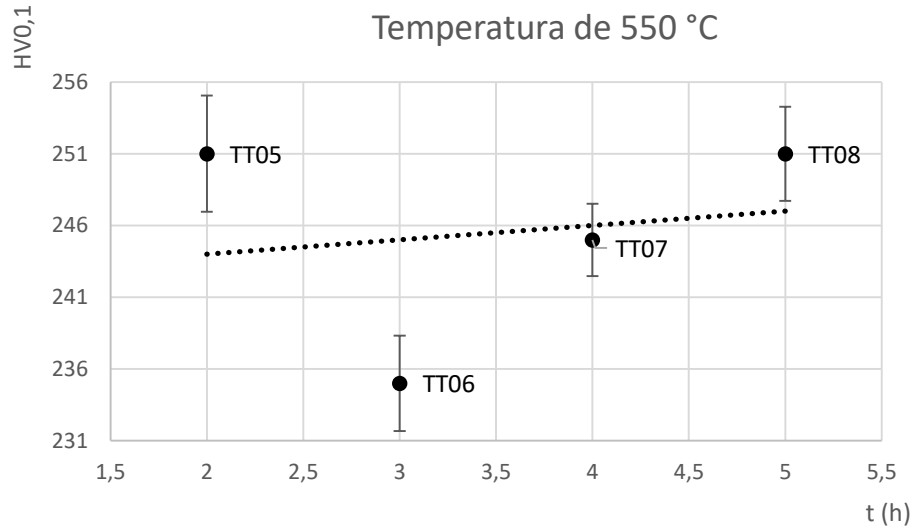
242,00	252,00	262,00	242,00	247,00	270,00	247,00
256,00	251,00	254,00	245,00	237,00	251,00	249,00
<b>TT14</b>	<b>TT15</b>	<b>TT16</b>	<b>TT17</b>	<b>TT18</b>	<b>TT19</b>	<b>TT20</b>
228,00	240,00	245,00	238,00	232,00	233,00	256,00
233,00	230,00	258,00	233,00	228,00	235,00	268,00
219,00	249,00	235,00	251,00	237,00	227,00	264,00
219,00	243,00	237,00	224,00	210,00	237,00	230,00
212,00	240,00	242,00	228,00	231,00	242,00	254,00
						260,00

**Tabela 8:** Valores médios de dureza e respectivos desvios padrão para cada microindentação.

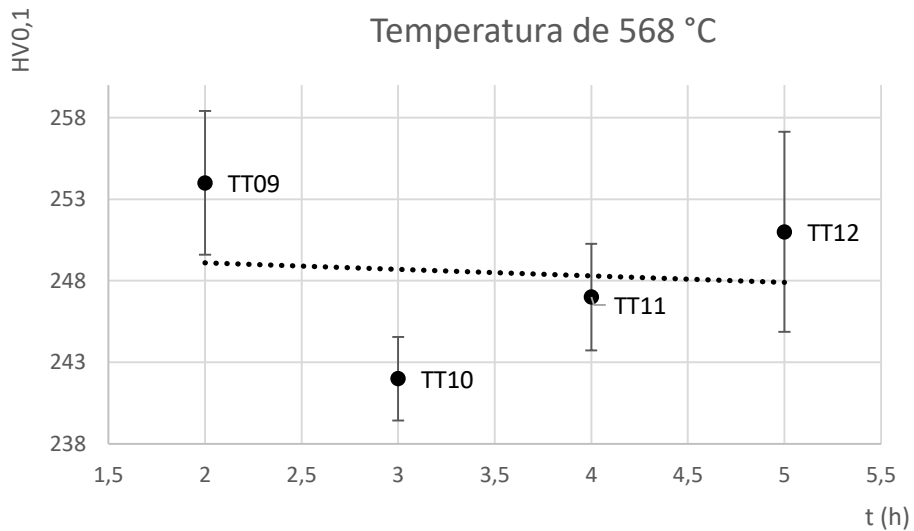
Amostra	HV0,1	DP	Amostra	HV0,1	DP
<b>TT00</b>	<b>275,00</b>	<b>7,92</b>	<b>TT11</b>	247,00	6,54
<b>TT01</b>	267,00	10,53	<b>TT12</b>	251,00	12,27
<b>TT02</b>	242,00	15,04	<b>TT13</b>	249,00	4,79
<b>TT03</b>	268,00	15,98	<b>TT14</b>	219,00	7,41
<b>TT04</b>	262,00	14,53	<b>TT15</b>	240,00	6,15
<b>TT05</b>	251,00	8,08	<b>TT16</b>	242,00	8,11
<b>TT06</b>	235,00	6,65	<b>TT17</b>	231,00	9,37
<b>TT07</b>	245,00	5,04	<b>TT18</b>	231,00	9,26
<b>TT08</b>	251,00	6,56	<b>TT19</b>	235,00	4,92
<b>TT09</b>	254,00	8,82	<b>TT20</b>	258,00	12,26
<b>TT10</b>	242,00	5,12			



**Figura 24:** Gráfico de dureza por microindentação em função do tempo de tratamento térmico a 535 °C.

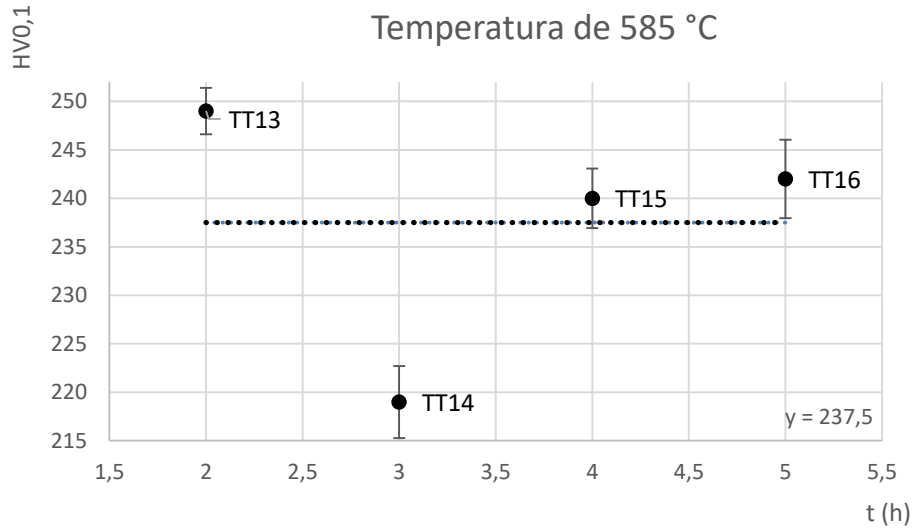


**Figura 25:** Gráfico de dureza por microindentação em função do tempo de tratamento térmico a 550 °C.

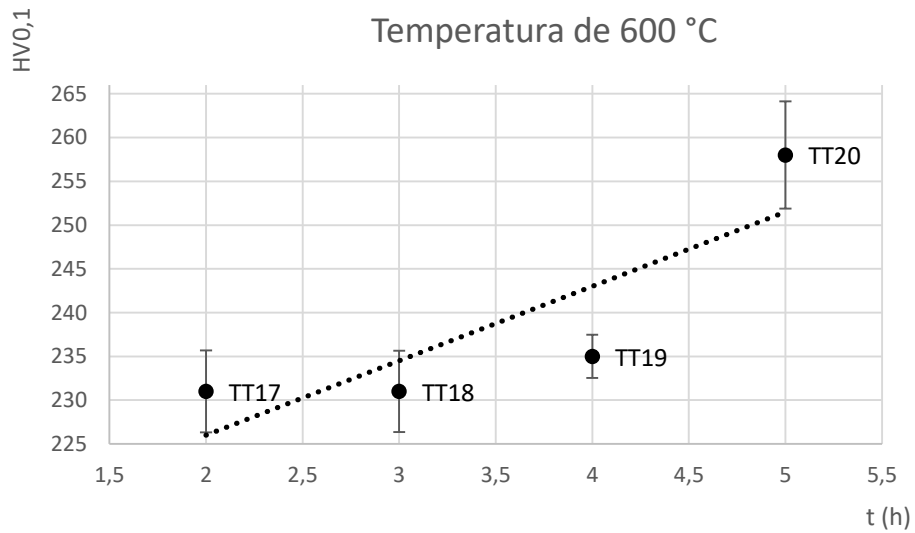


**Figura 26:** Gráfico de dureza por microindentação em função do tempo de tratamento térmico a 568 °C.

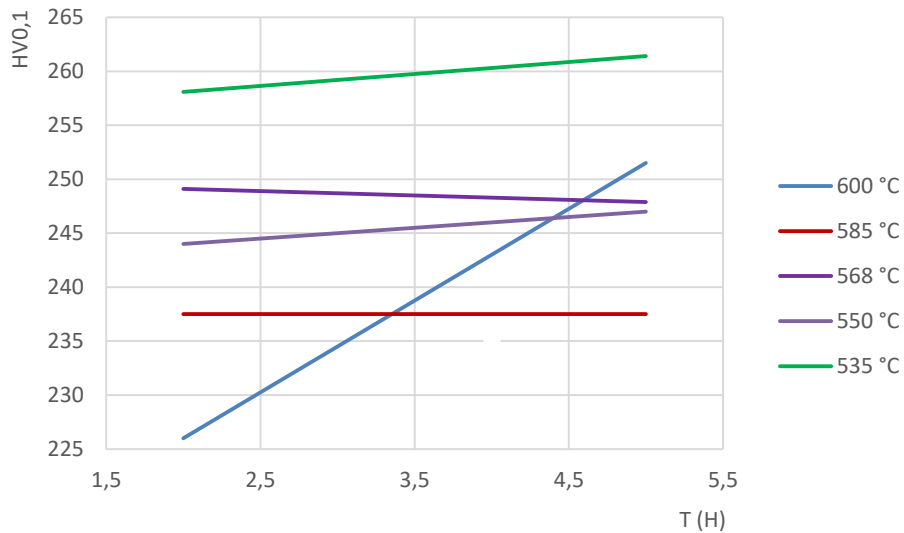




**Figura 27:** Gráfico de dureza por microindentação em função do tempo de tratamento térmico a 585 °C.

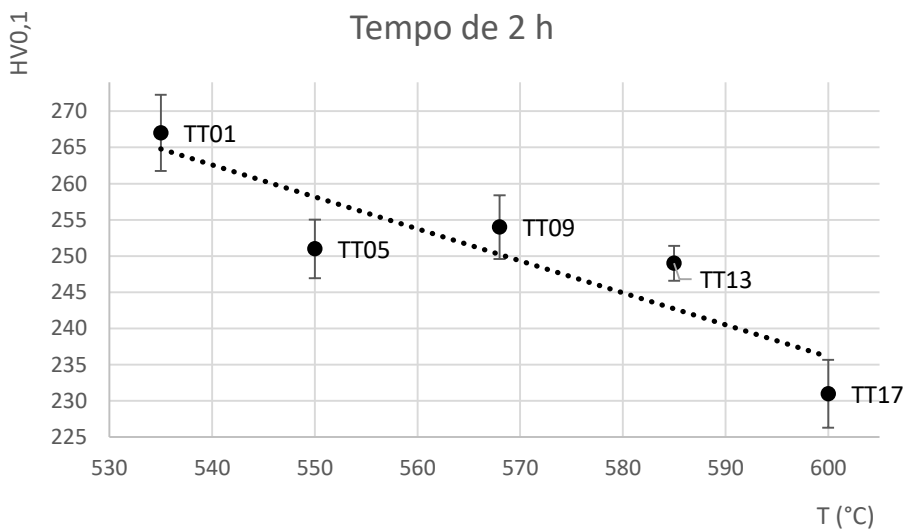


**Figura 28:** Gráfico de dureza por microindentação em função do tempo de tratamento térmico a 600 °C.

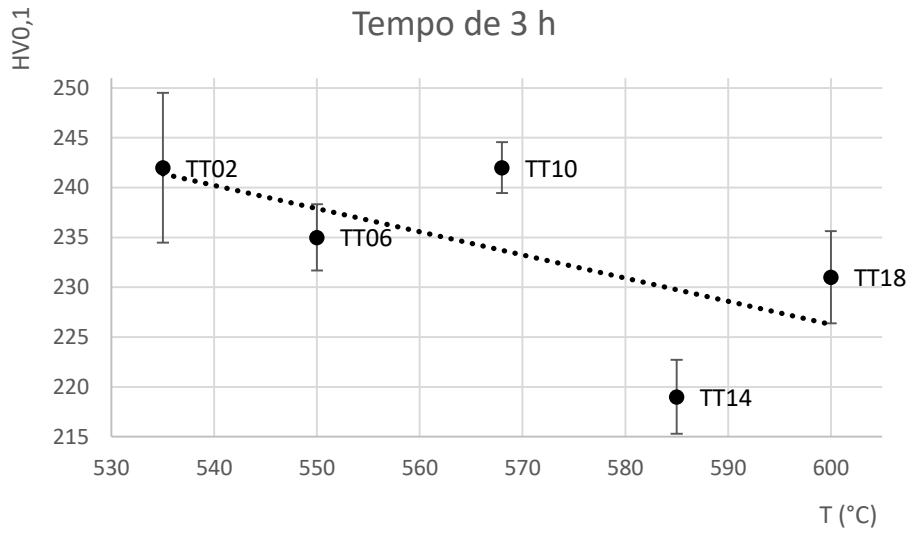


**Figura 29:** Comparação dos gráficos de dureza por microindentação em função do tempo de tratamento térmico.

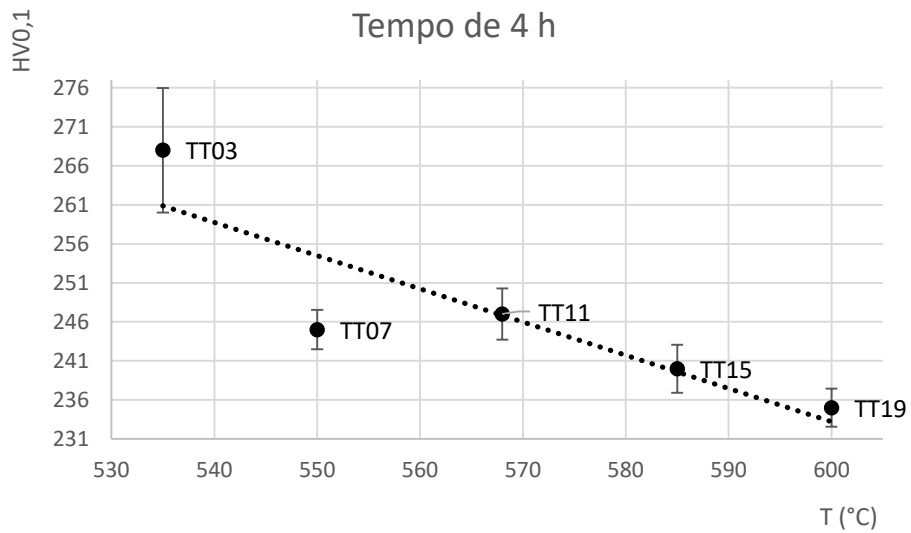
Os gráficos das Figuras 24 a 29 apresentam o mesmo comportamento observado anteriormente, uma significativa redução de dureza a partir do estado inicial, seguida pela elevação, com destaque para o gráfico da Figura 28.



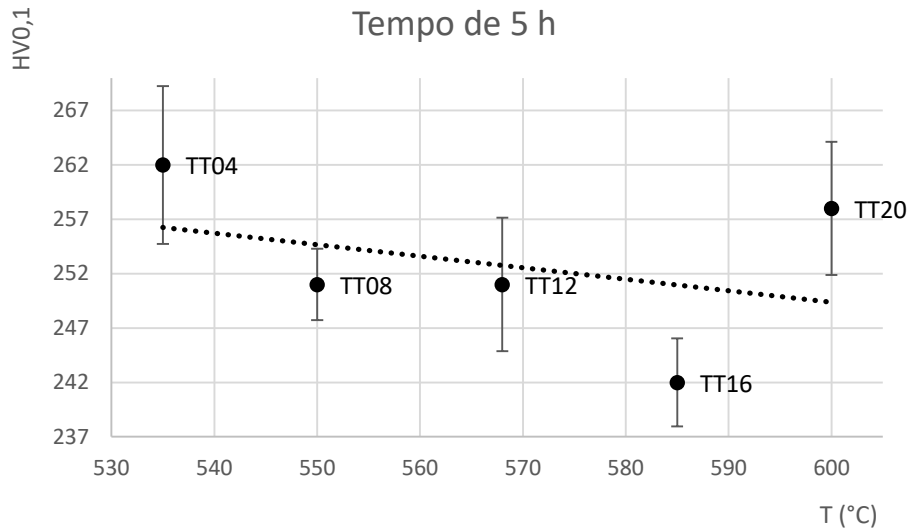
**Figura 30:** Gráfico de dureza por microindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 2 h.



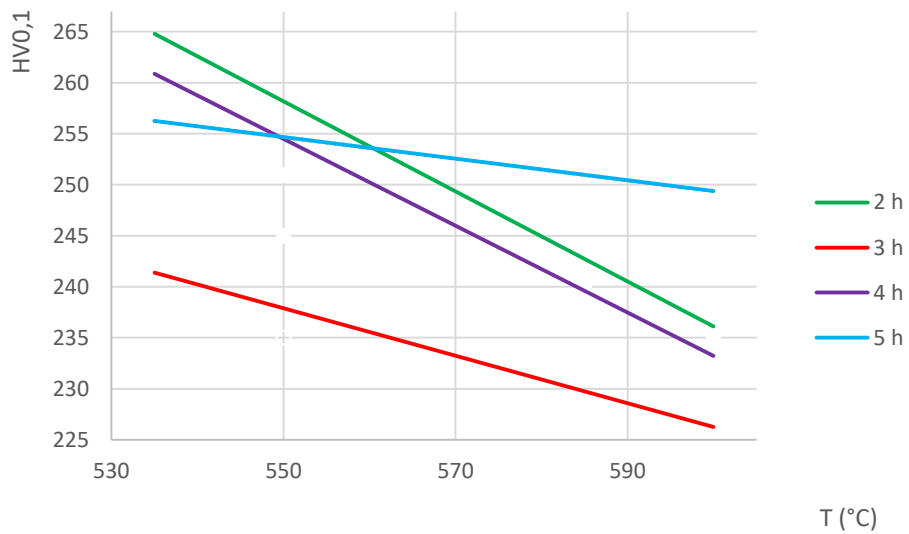
**Figura 31:** Gráfico de dureza por microindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 3 h.



**Figura 32:** Gráfico de dureza por microindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 4 h.



**Figura 33:** Gráfico de dureza por microindentação em função da temperatura de tratamento térmico por 5 h.



**Figura 34:** Comparação dos gráficos de dureza por microindentação em função da temperatura de tratamento térmico.

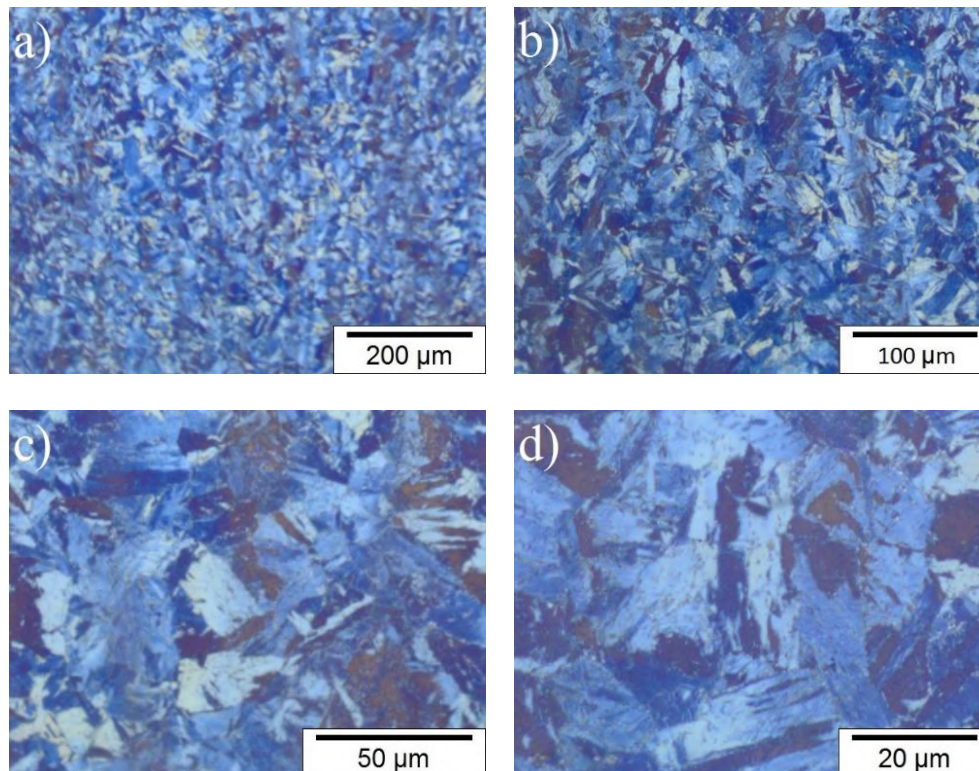
Mais uma vez percebe-se que a temperatura provoca uma progressiva diminuição dos valores de dureza, porém o tempo de exposição tem um efeito diferente, uma vez que a partir de 4 h elevam-se os patamares dos gráficos.

## 5.2 Microscopia óptica

Abaixo seguem as imagens obtidas por MO. Os reagentes utilizados foram o Beraha, Klemm, Nital e o reagente a base de cloreto férrico e ácido pícrico. As imagens das Figuras 35 a 38 serviram para seleção do melhor reagente. A austenita retida não foi revelada por nenhum reagente.

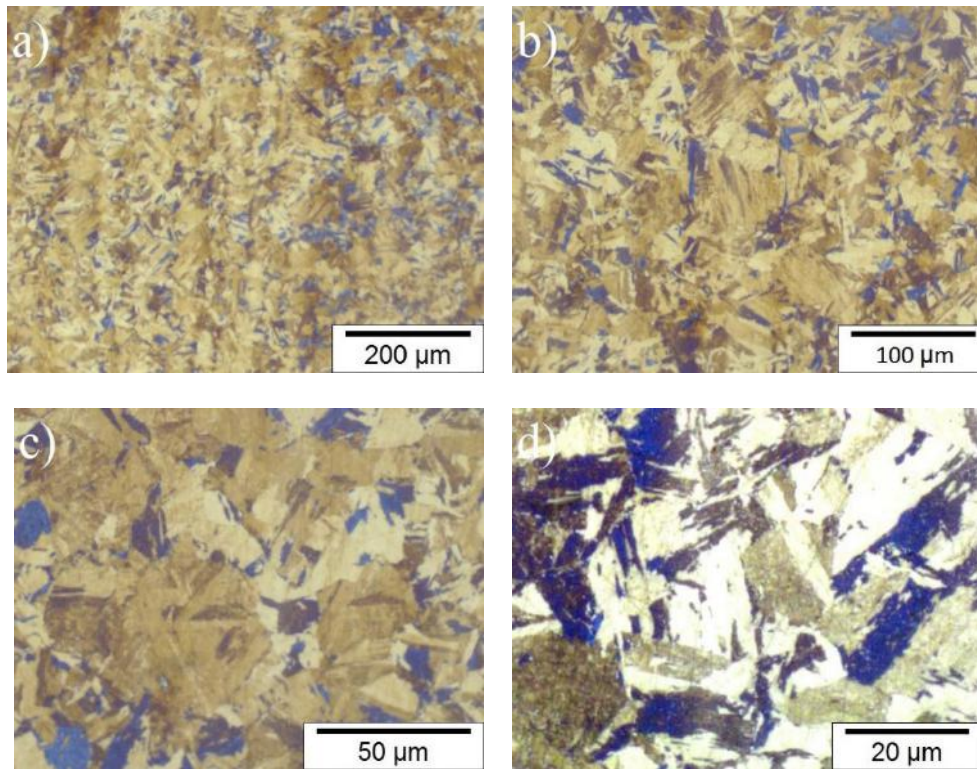
O Beraha e o Klemm, das Figuras 35 e 36, respectivamente, coloriram as amostras e conferiram contraste para diferença de orientação. O resultado apresentado é muito difícil de se obter, pois os reagentes demoram a agir, e, uma vez que começam a atuar a coloração da amostra muda rapidamente.

O Nital 2% e o reagente a base de cloreto férrico e ácido pícrico conferiram resultados semelhantes, revelando o contorno de grão. As imagens podem ser vistas nas Figuras 37 e 38, respectivamente. A MO foi conduzida com o reagente a base de cloreto férrico e ácido pícrico, mas o Nital produziria imagens semelhantes.

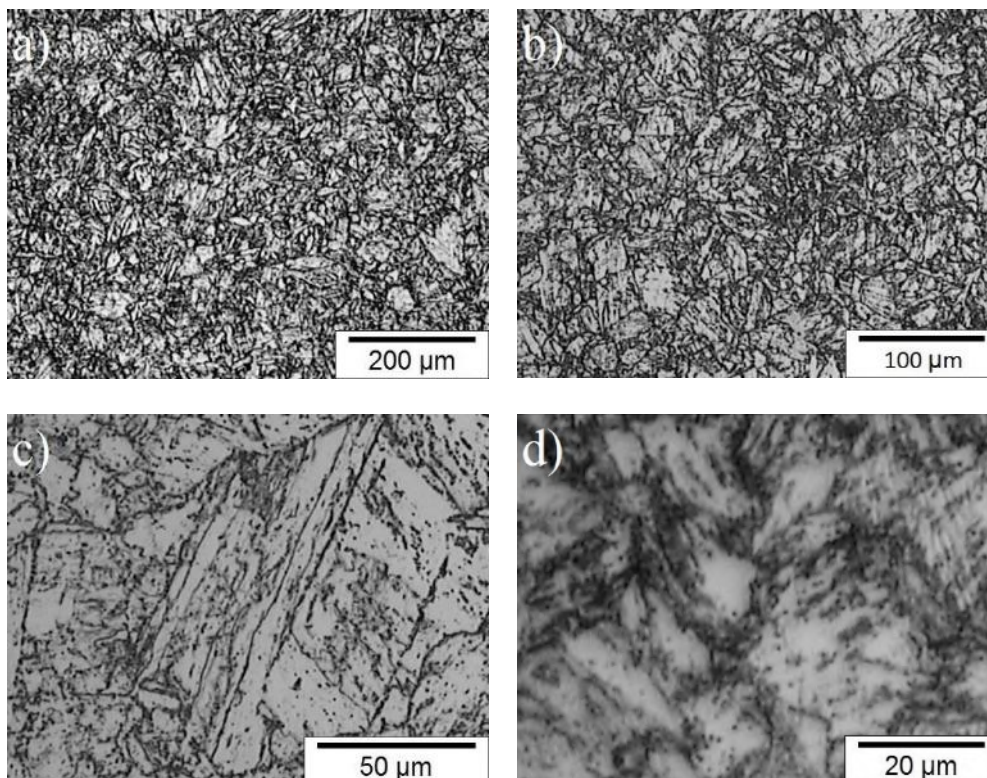


**Figura 35:** Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente Beraha. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.



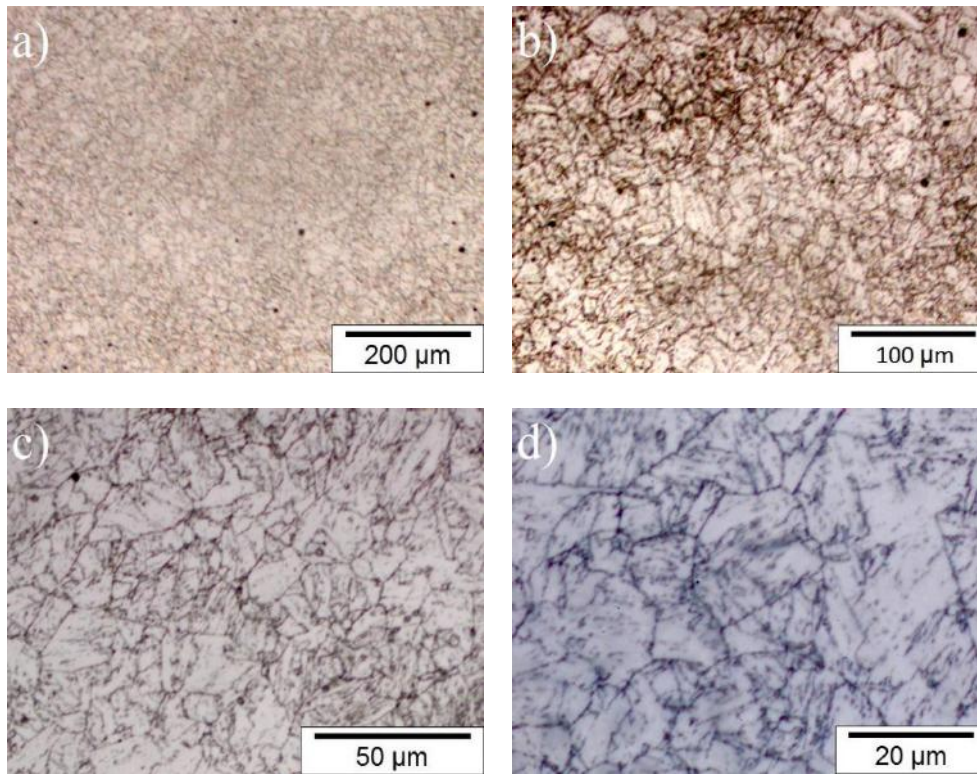


**Figura 36:** Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente Klemm. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

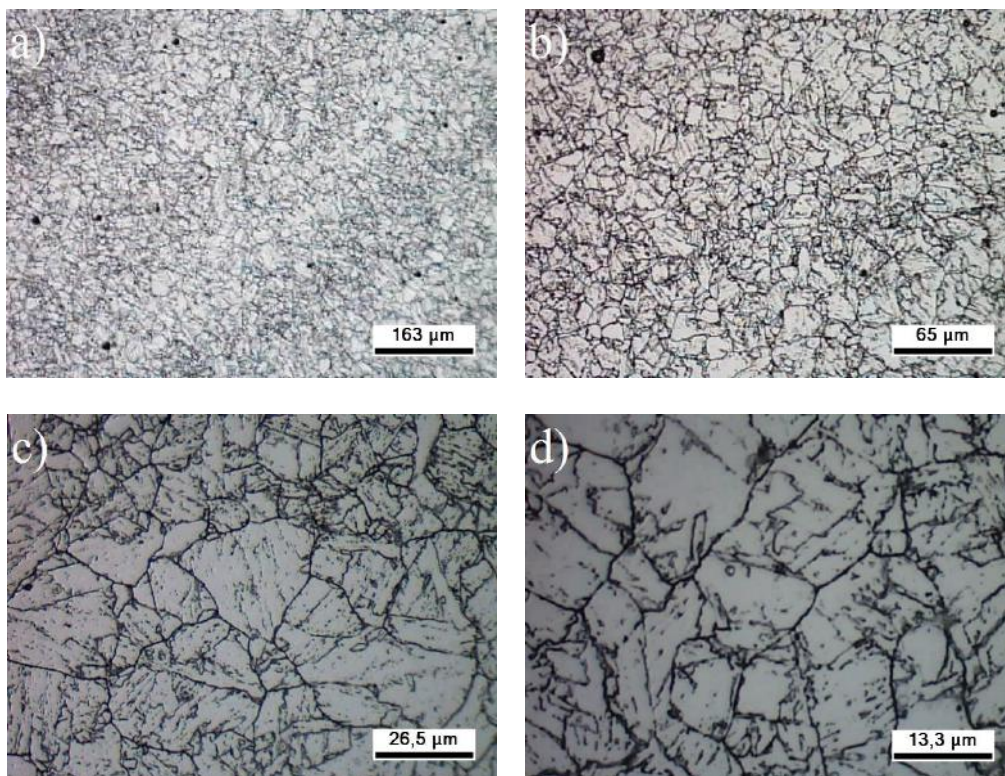


**Figura 37:** Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente Nital. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.



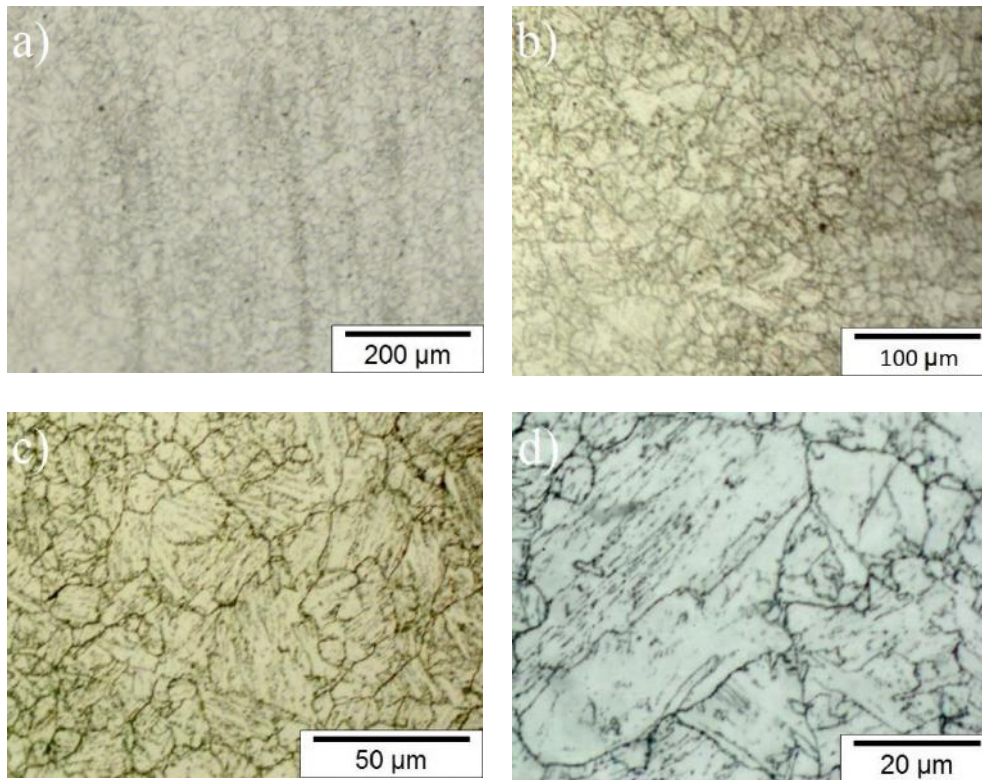


**Figura 38:** Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

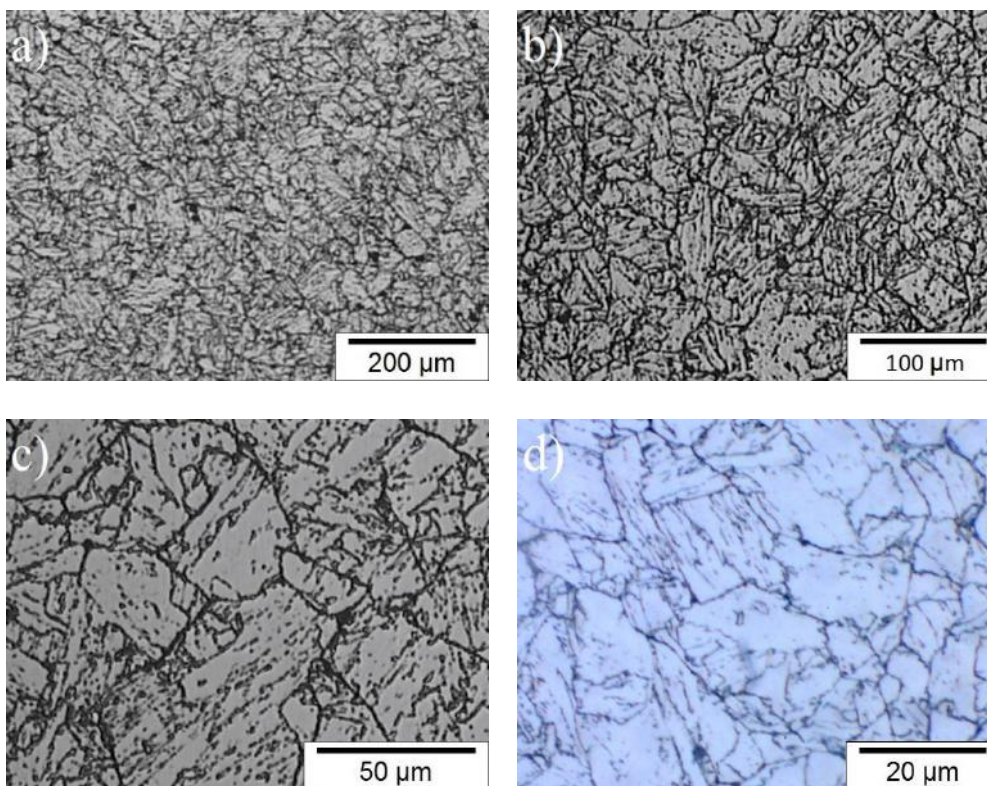


**Figura 39:** Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.



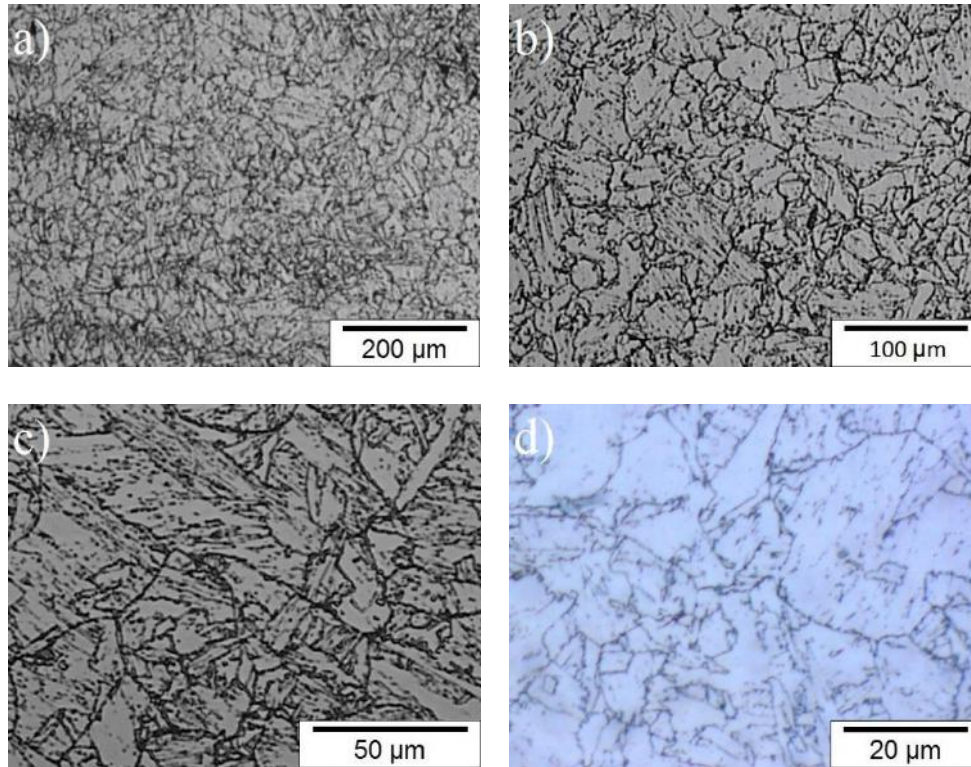


**Figura 40:** Microestrutura da amostra TT01, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

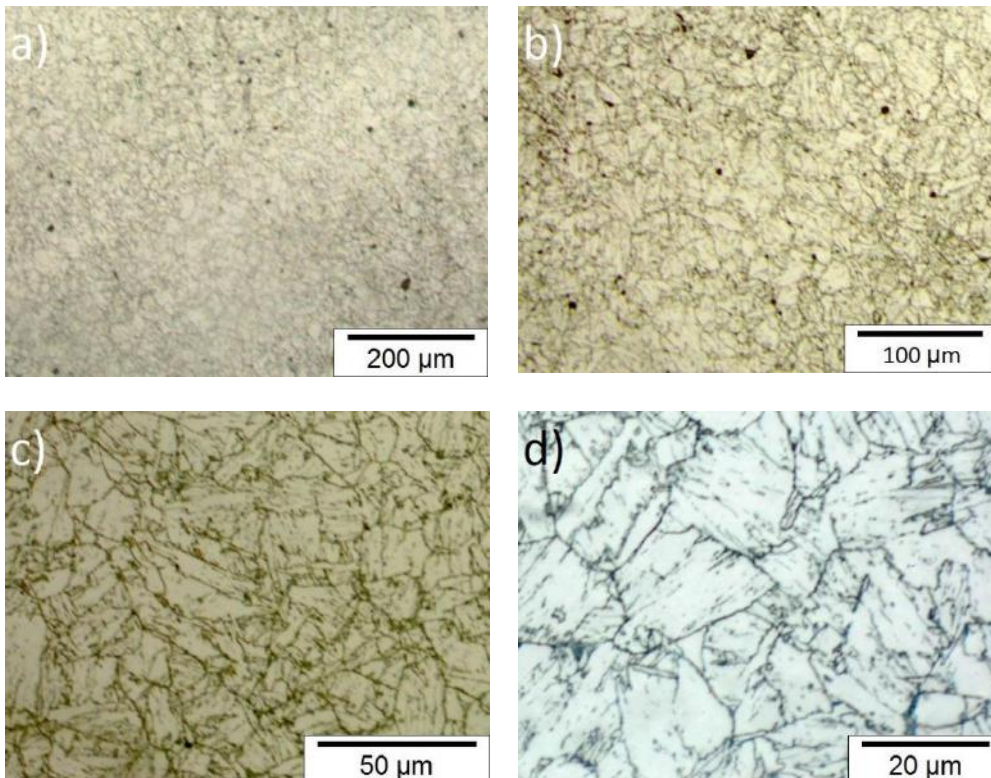


**Figura 41:** Microestrutura da amostra TT02, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.



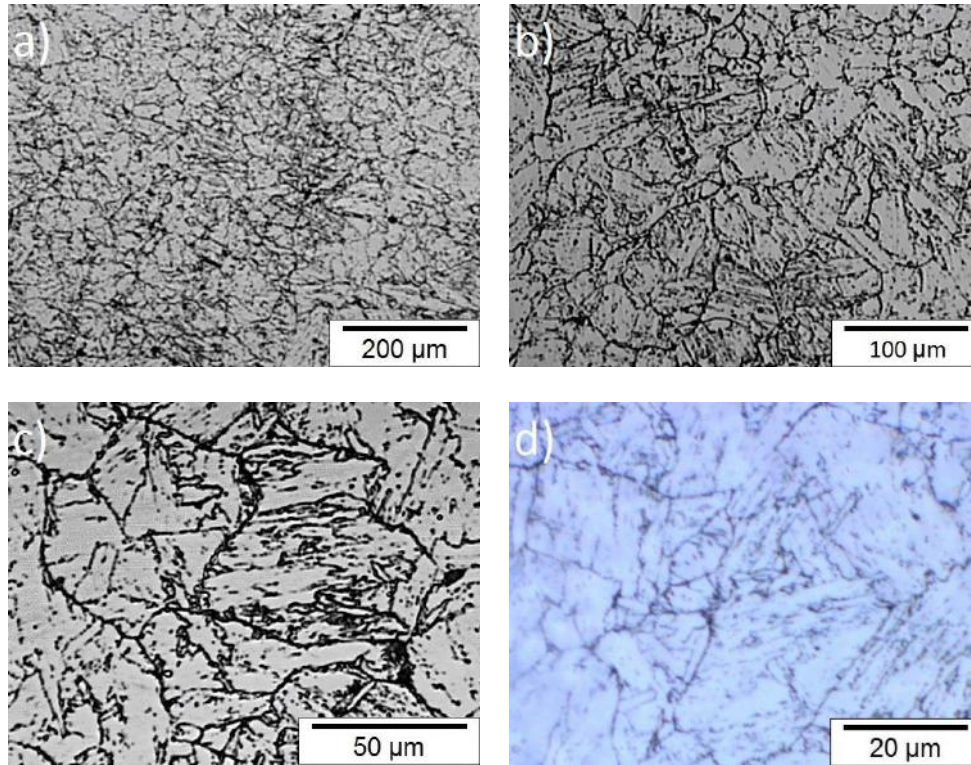


**Figura 42:** Microestrutura da amostra TT03, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

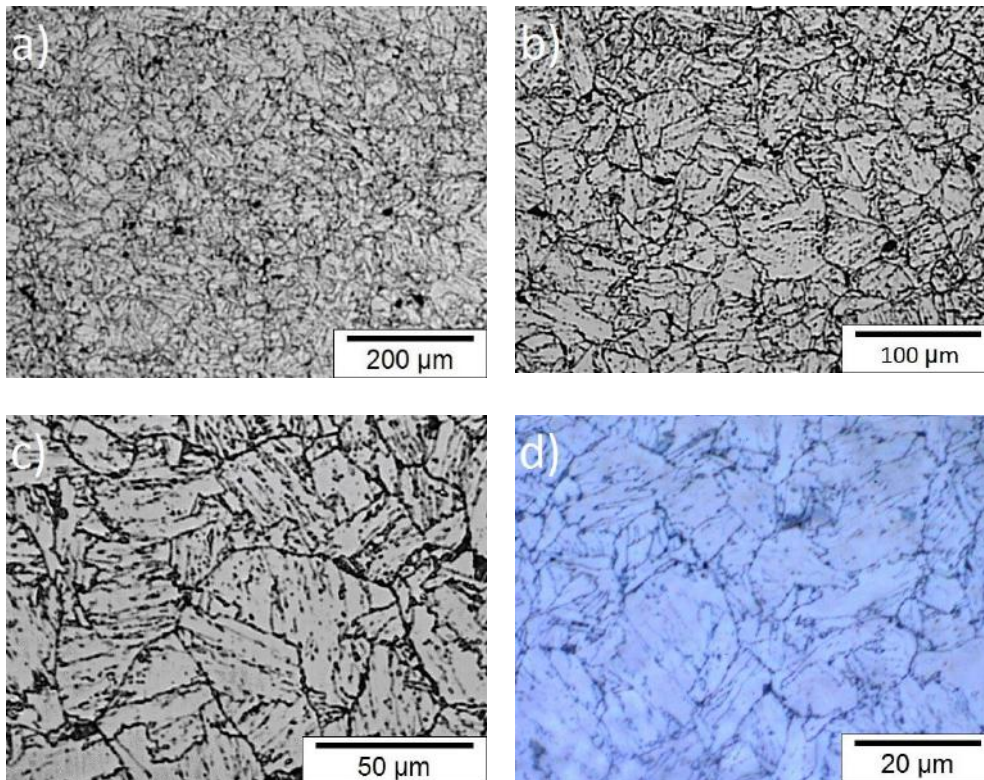


**Figura 43:** Microestrutura da amostra TT04, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.



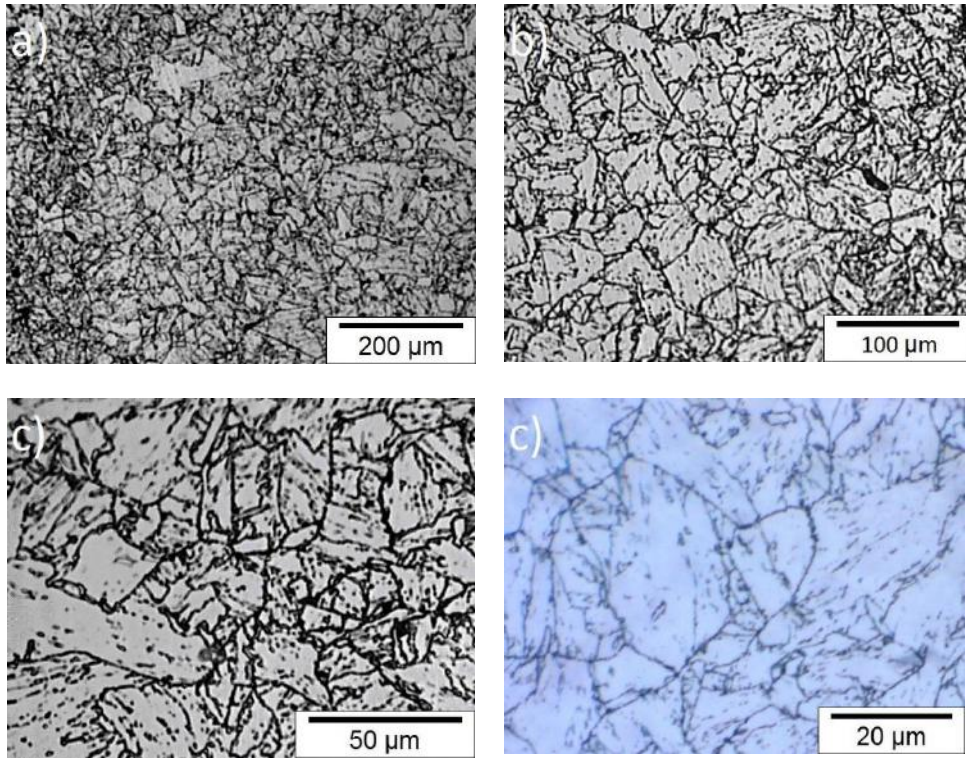


**Figura 44:** Microestrutura da amostra TT05, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

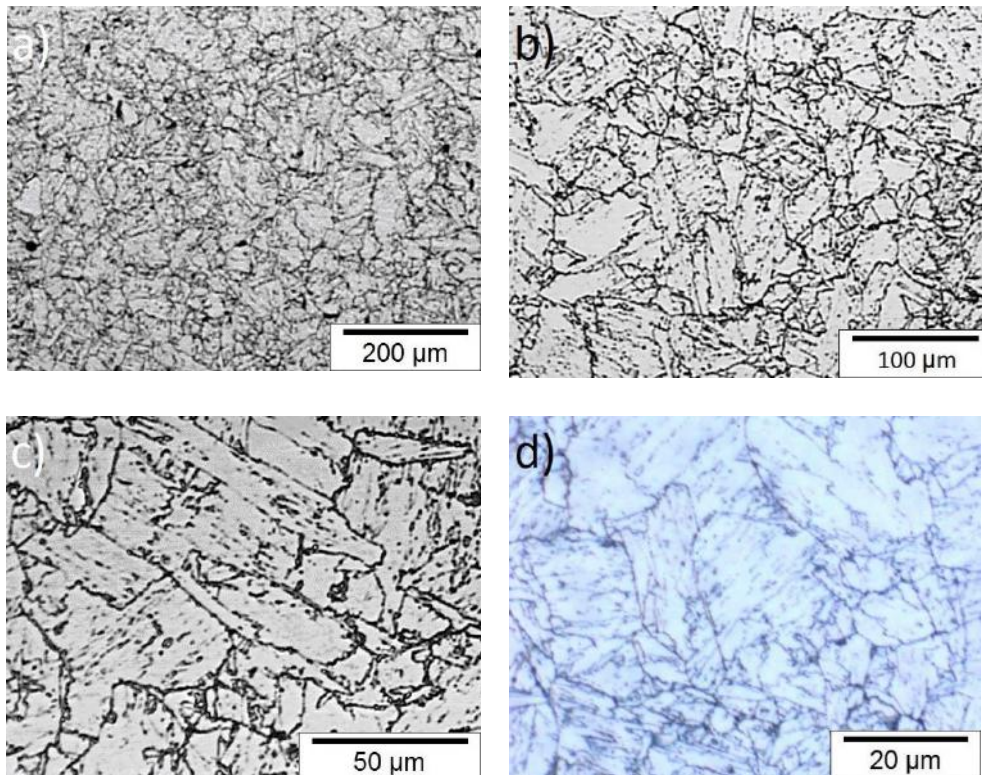


**Figura 45:** Microestrutura da amostra TT06, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.



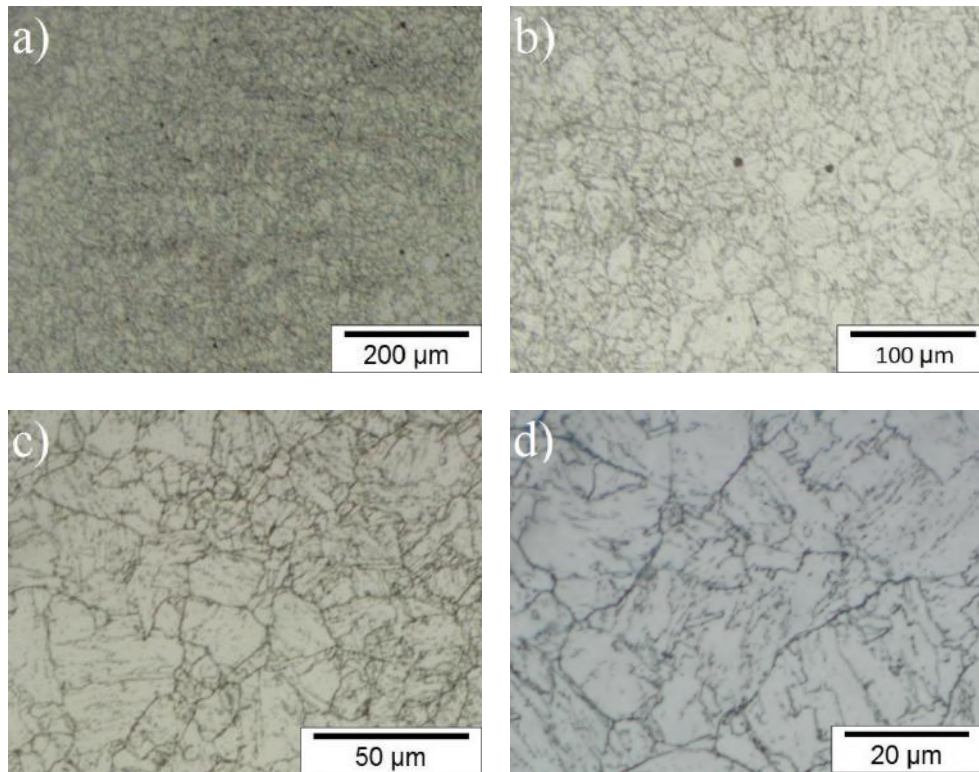


**Figura 46:** Microestrutura da amostra TT07, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

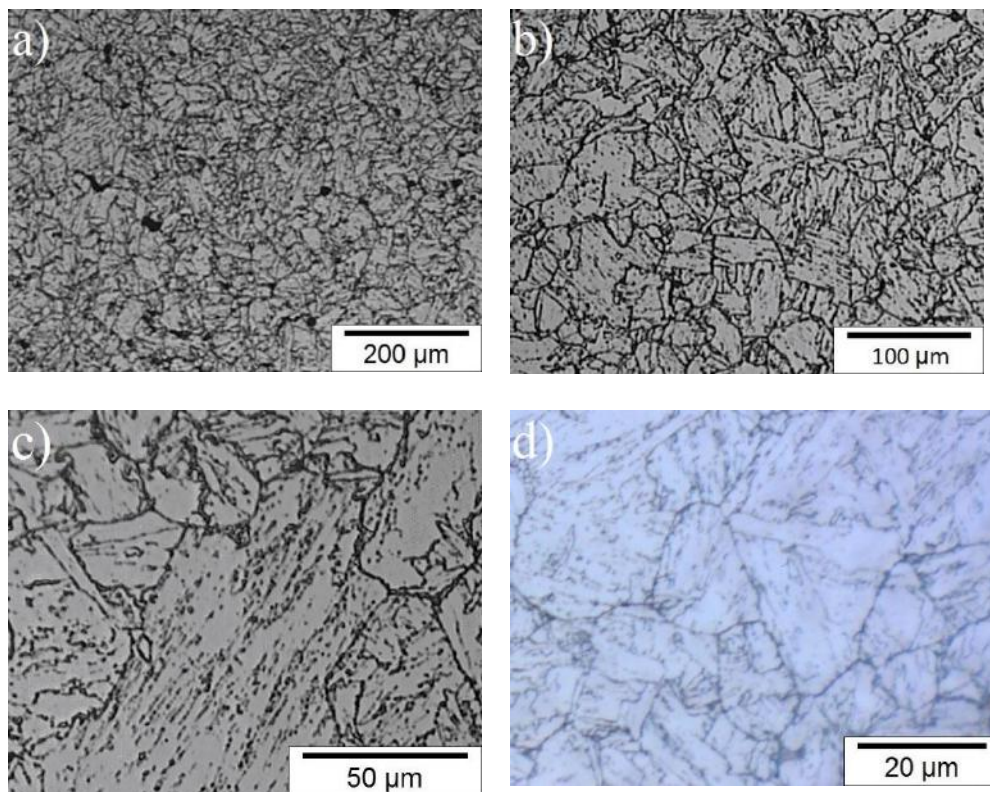


**Figura 47:** Microestrutura da amostra TT08, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

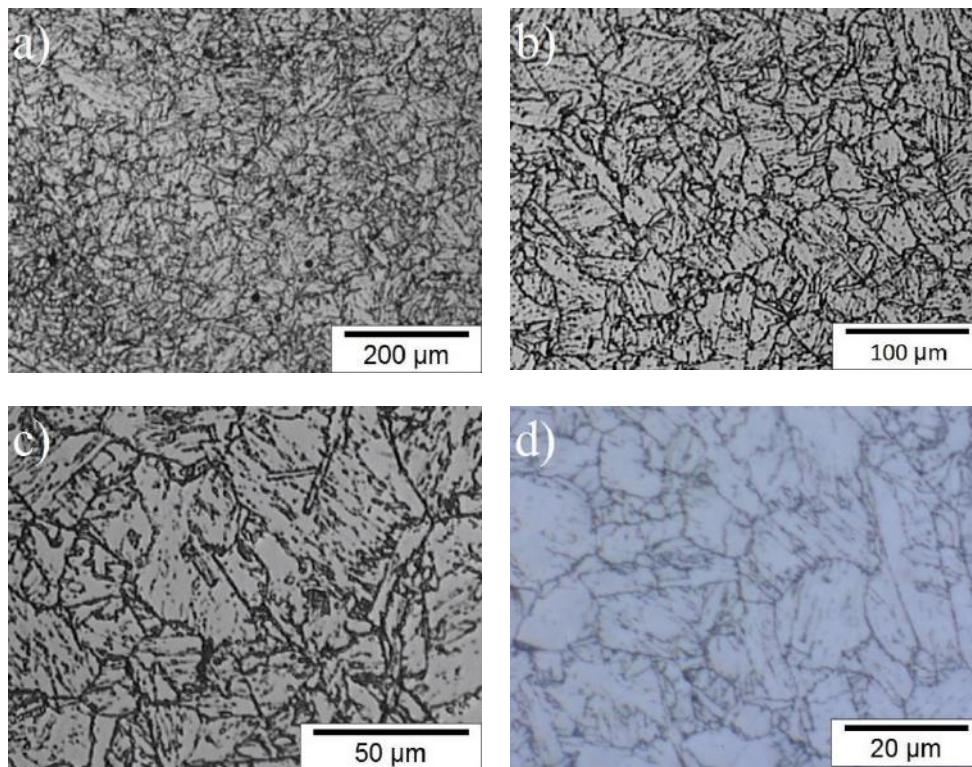




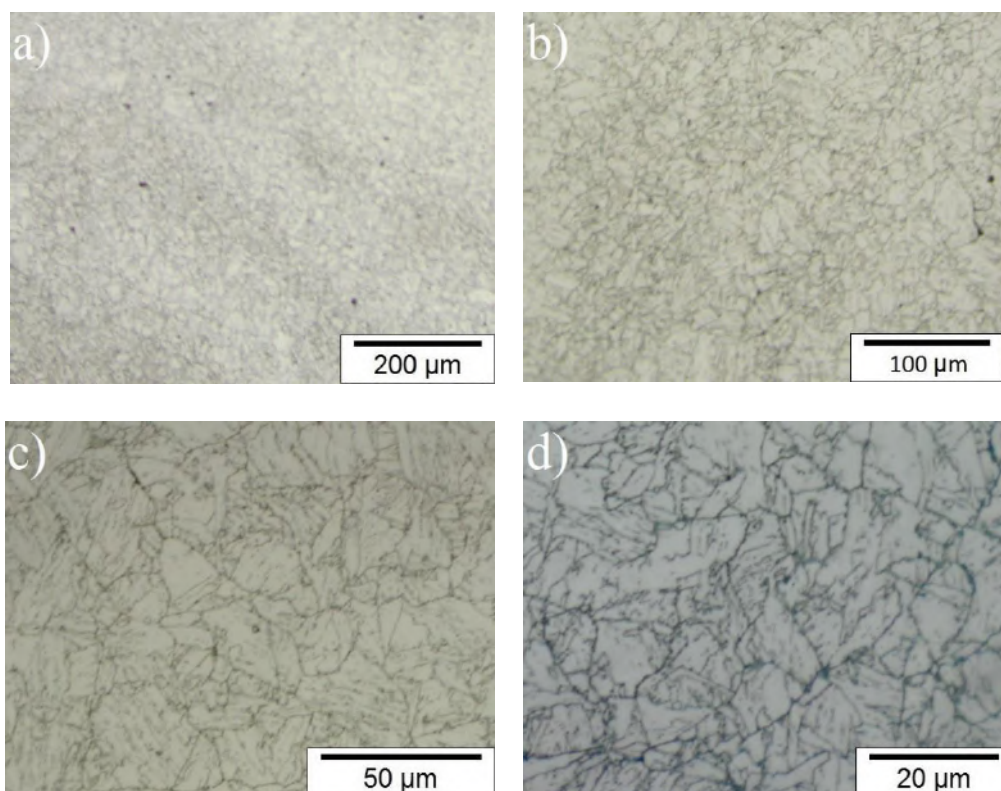
**Figura 48:** Microestrutura da amostra TT09, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.



**Figura 49:** Microestrutura da amostra TT10, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

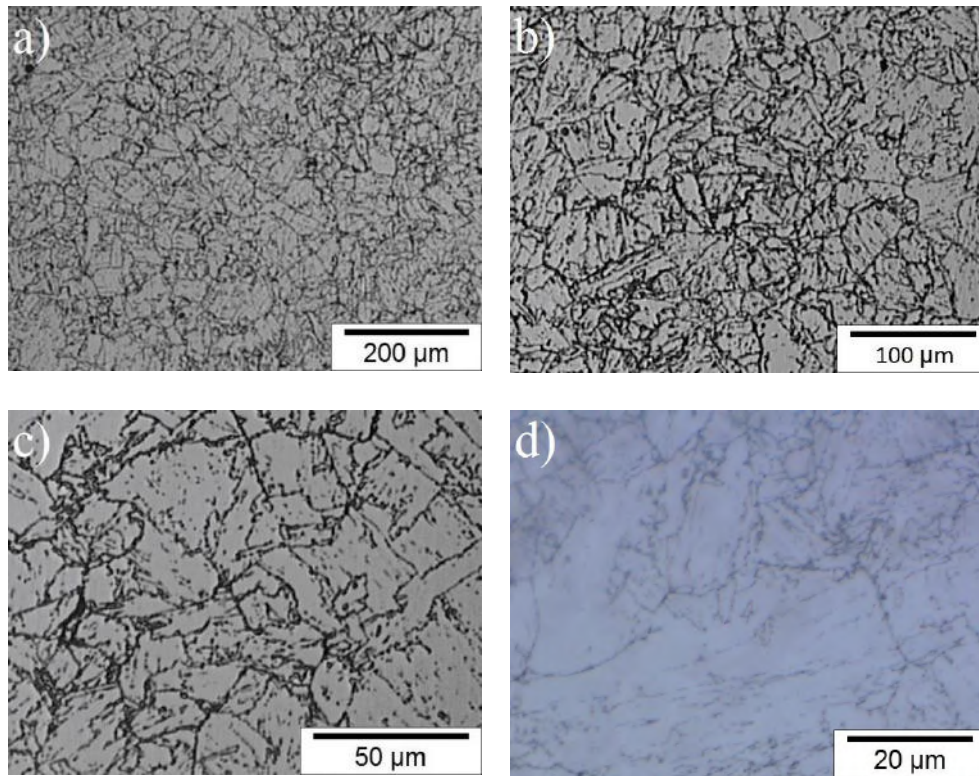


**Figura 50:** Microestrutura da amostra TT11, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

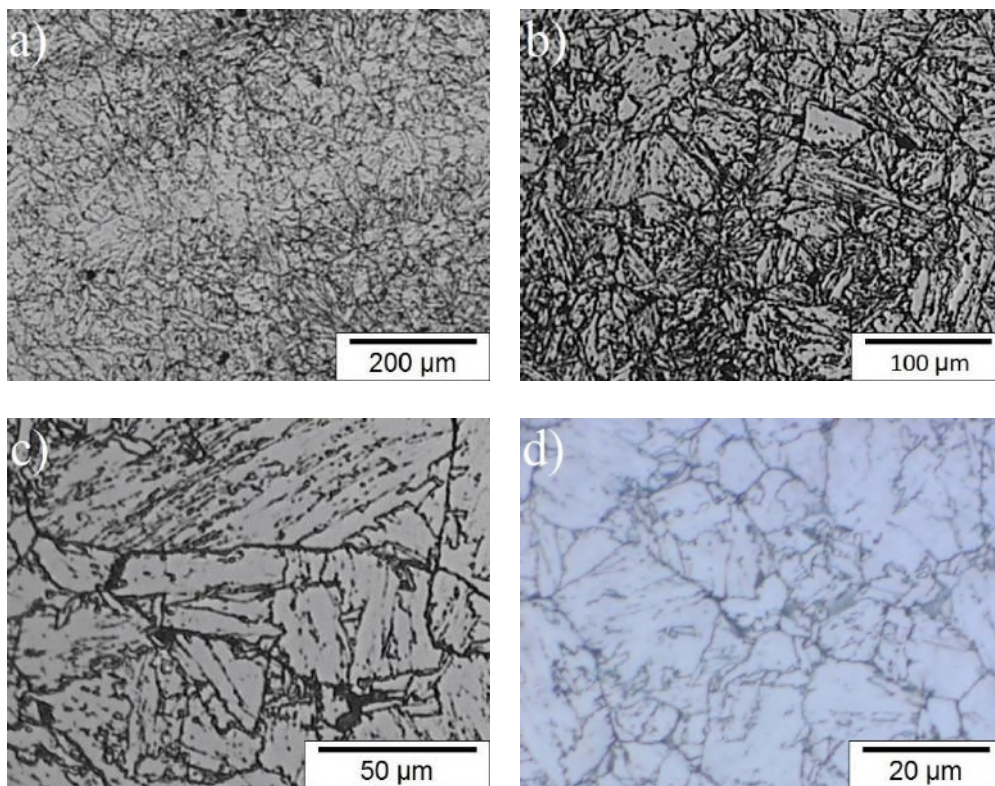


**Figura 51:** Microestrutura da amostra TT12, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

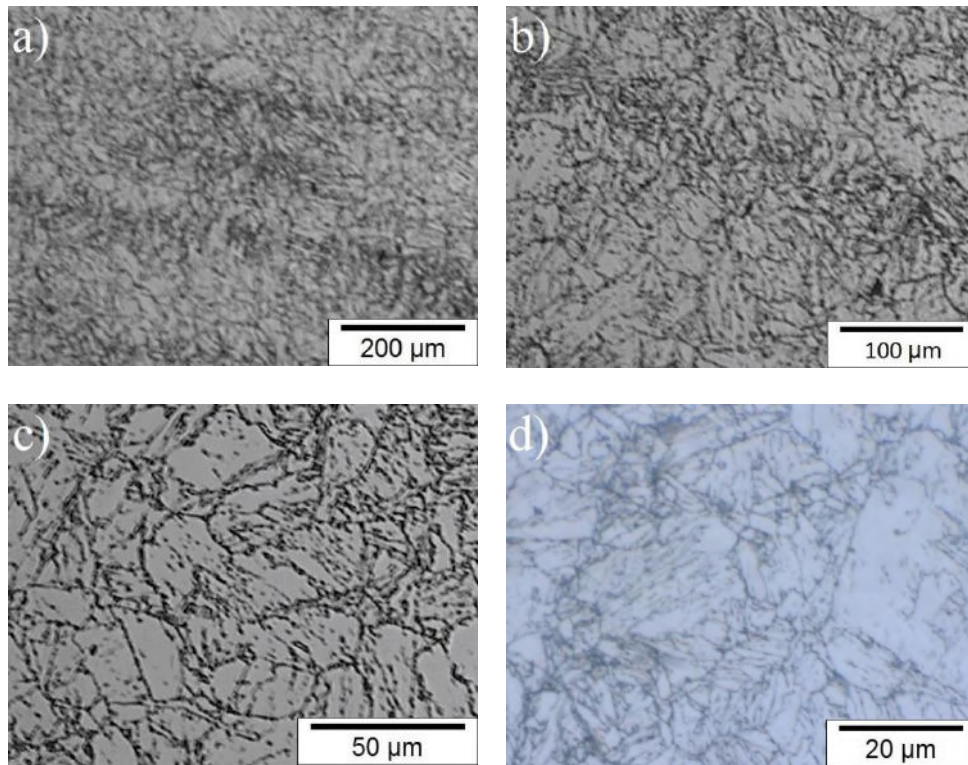




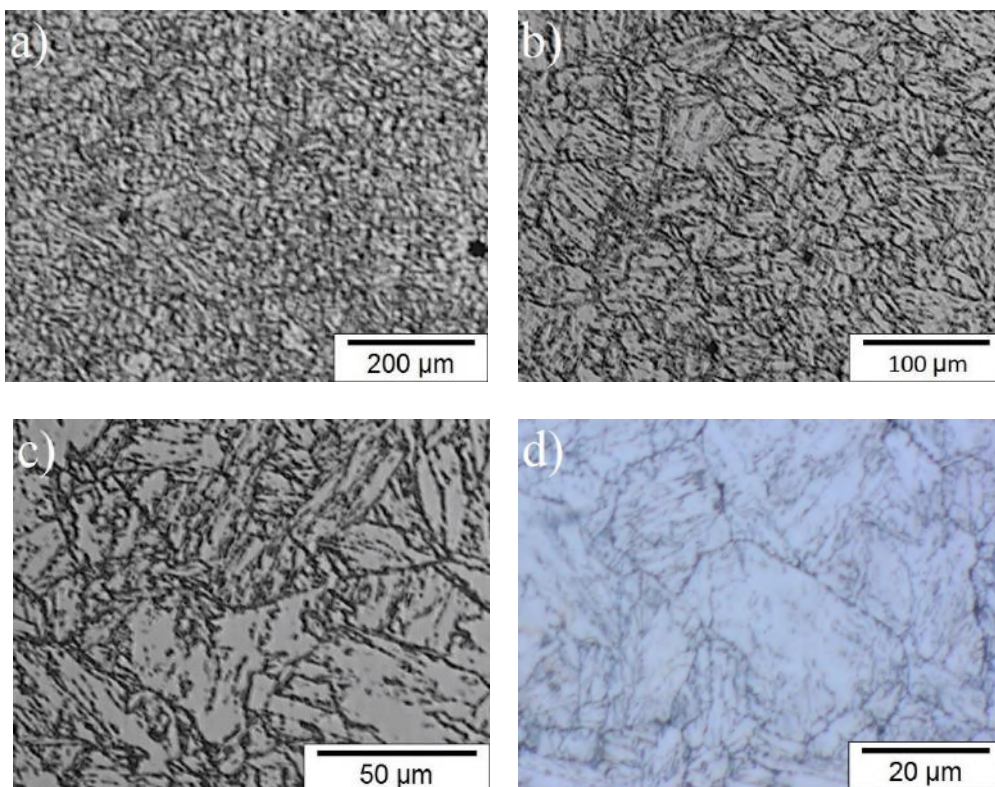
**Figura 52:** Microestrutura da amostra TT13, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.



**Figura 53:** Microestrutura da amostra TT14, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

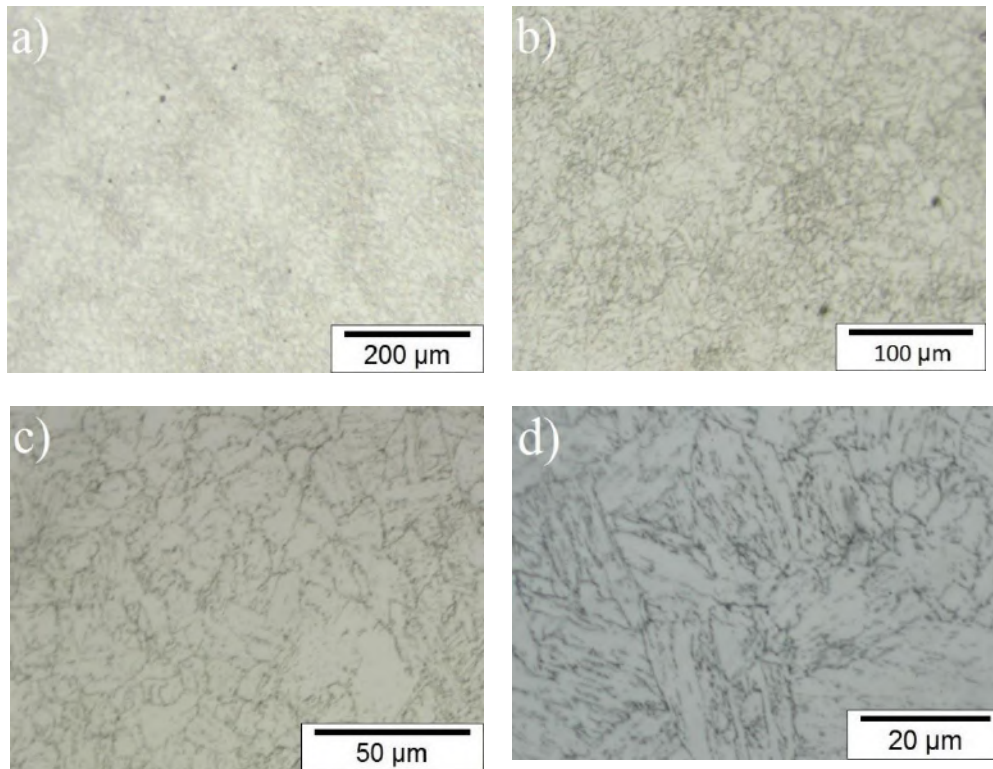


**Figura 54:** Microestrutura da amostra TT15, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

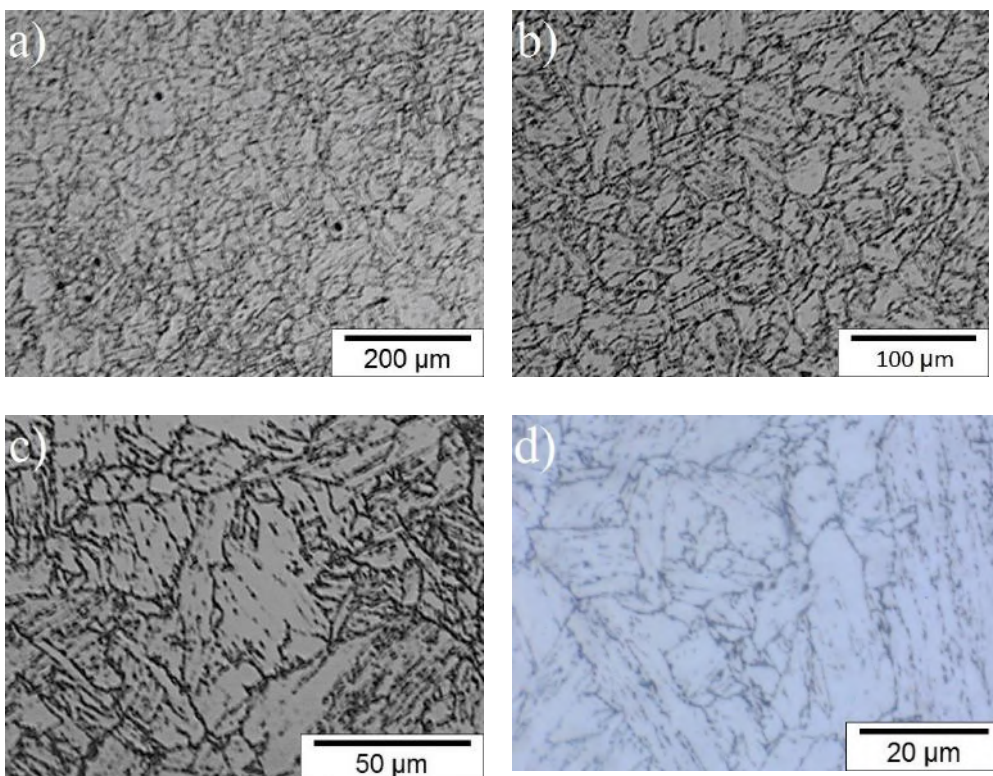


**Figura 55:** Microestrutura da amostra TT16, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.



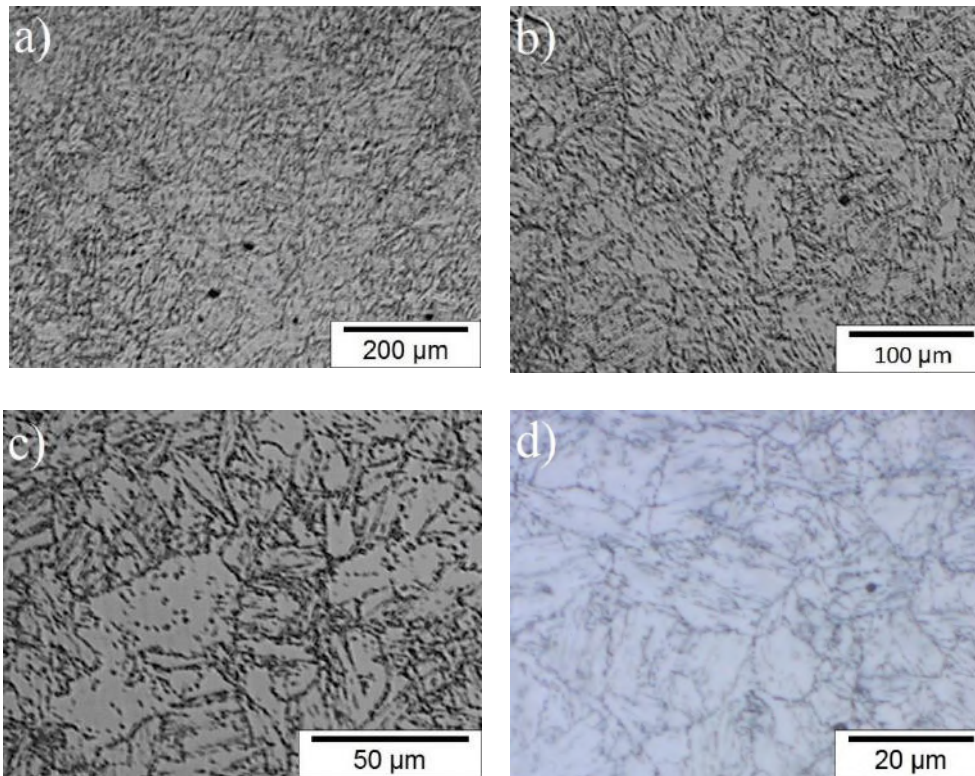


**Figura 56:** Microestrutura da amostra TT17, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

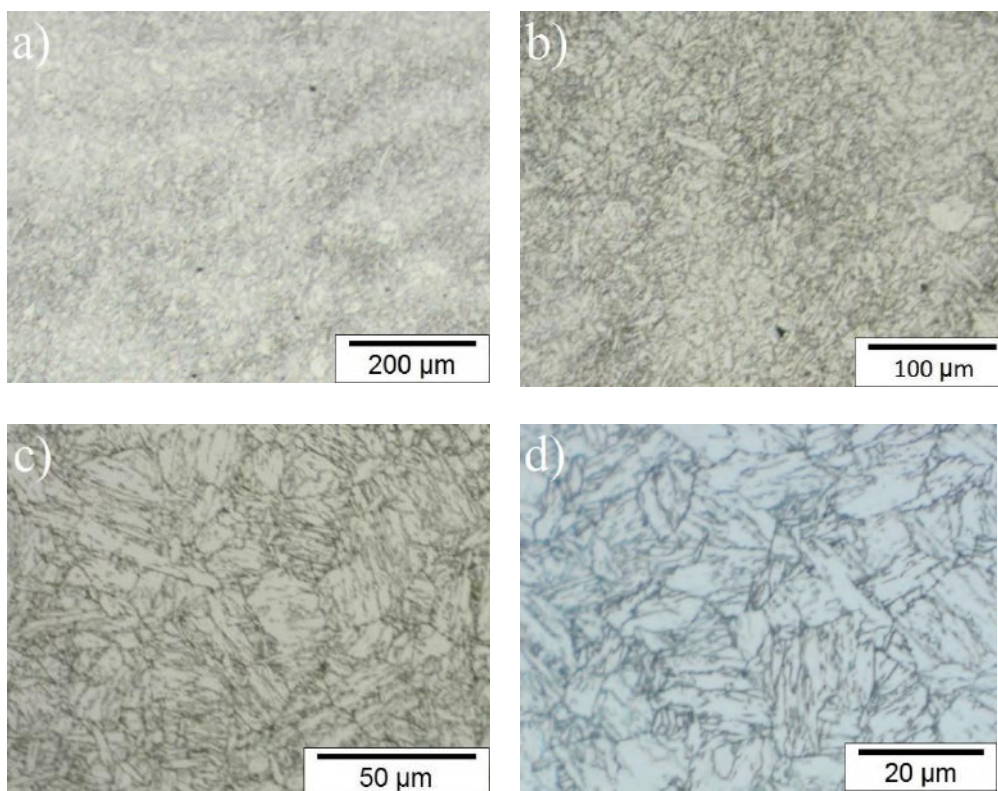


**Figura 57:** Microestrutura da amostra TT18, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.





**Figura 58:** Microestrutura da amostra TT19, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face longitudinal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.



**Figura 59:** Microestrutura da amostra TT20, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Face transversal. Aumento: a) 100x, b) 200x, c) 500x e d) 1000x.

Certas diferenças de coloração das imagens obtidas acima, a partir da Figura 37, devem-se ao tratamento de imagens realizado pelo Image Pro e pelo uso de diferentes microscópios para a obtenção das mesmas.

Nenhuma mudança pode ser observada em relação aos diferentes tratamentos. Visualmente as amostras apresentam o mesmo aspecto. Alguns buracos podem ser visualizados, mas estes são arrancamentos que surgiram durante a preparação metalográfica.

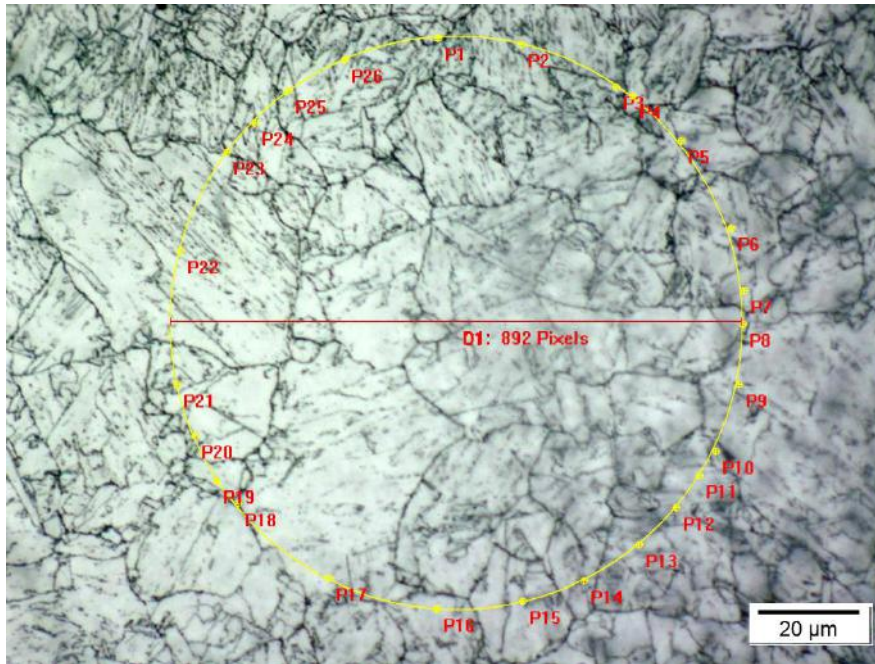
A microestrutura típica da martensita prévia pode ser observada, os contornos de grão da austenita prévia e os contornos das “ripas” da antiga martensita. Fica claro que o tamanho de grão da liga é pequeno, uma vez que, mesmo com magnificação de 1000x, ainda é possível visualizar vários grãos.

### **5.2.1 Tamanho de grão ASTM**

O número do tamanho de grão ASTM foi obtido pelo método dos interceptos previsto na norma ASTM E112. Abaixo, na Figura 60, segue uma das 106 imagens utilizadas na realização do método, onde foram traçadas circunferências e marcados todos os grãos interceptados. A quantidade de grãos e o diâmetro medido foram utilizados nas equações (2), (3), (4) e (5).

A Tabela 9 mostra os valores de G calculados para cada amostra e a Tabela 10 apresenta os valores médios e seus respectivos desvios padrão. Nesta última é possível observar uma progressiva diminuição dos valores, o que indica aumento do tamanho de grão médio, como pode ser concluído da Tabela 2.

As Figuras 61, 62, 63, 64 e 65 apresentam graficamente a relação entre os números de tamanho de grão ASTM calculados e os tempos de TTAT's realizados, e a Figura 66 faz a comparação entre os gráficos. Já as Figuras 67, 68, 69 e 70 mostram a relação entre o número G e as temperaturas utilizadas nos tratamentos, e a Figura 71 faz a comparação entre os gráficos. É possível verificar que houve aumento do tamanho de grão, efeito já esperado para o tipo de tratamento realizado.



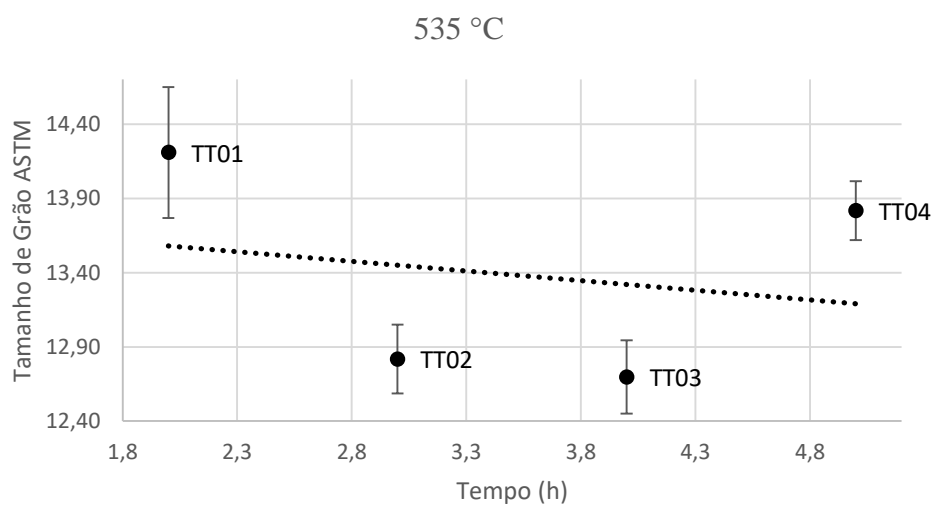
**Figura 60:** Contagem de grãos interceptados pela circunferência do método dos interceptos da ASTM E112. Aumento de 1000x.

**Tabela 9:** Valores calculados de número G de tamanho de grão ASTM.

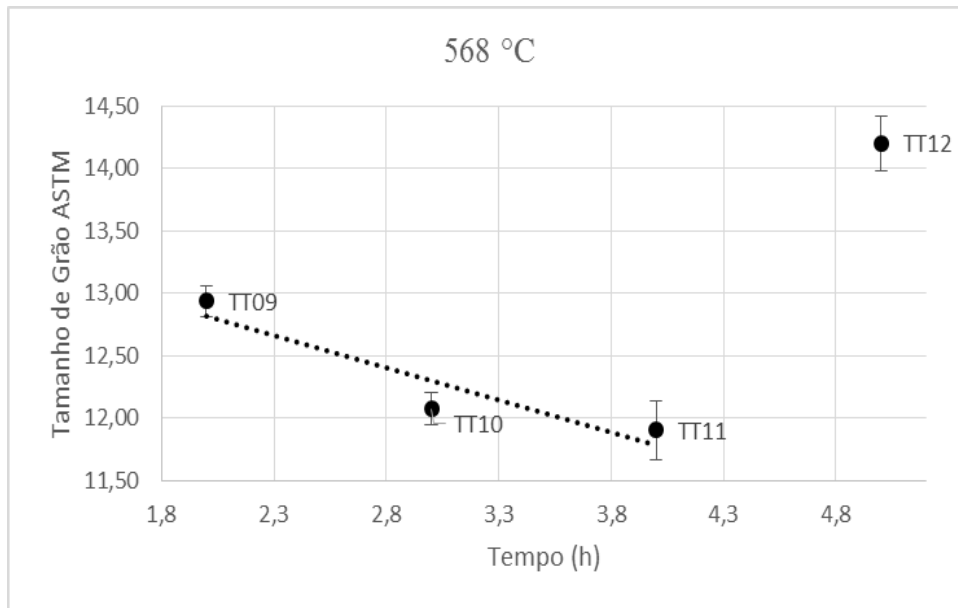
TT00	TT01	TT02	TT03	TT04	TT05	TT06
14,19	12,38	12,38	13,69	13,82	10,56	11,32
14,20	14,94	11,61	13,45	14,14	11,62	12,19
13,48	13,62	12,89	12,55	13,85	11,76	12,63
14,89	14,47	12,86	12,51	12,96	11,78	11,13
14,25	14,21	12,90	12,70	13,77	12,26	12,47
		12,78				
TT07	TT08	TT09	TT10	TT11	TT12	TT13
12,14	12,07	12,94	11,72	11,90	14,58	11,95
12,08	11,06	13,33	11,74	11,26	14,20	11,63
12,01	12,19	12,79	12,25	12,39	14,72	12,34
12,34	11,64	13,30	12,35	11,19	13,46	12,14
12,59	11,56	12,74	12,07	12,11	14,14	11,46
TT14	TT15	TT16	TT17	TT18	TT19	TT20
12,60	12,75	11,91	13,41	12,34	11,63	11,46
12,61	11,30	11,73	13,08	11,80	10,93	11,66
12,04	11,96	11,08	13,46	11,96	11,14	11,51
12,31	12,10	11,79	13,61	11,78	11,63	11,46
10,77	11,89	12,00	13,09	11,34	12,14	11,59

**Tabela 10:** Valores médios e desvio padrão calculados de número G de tamanho de grão ASTM.

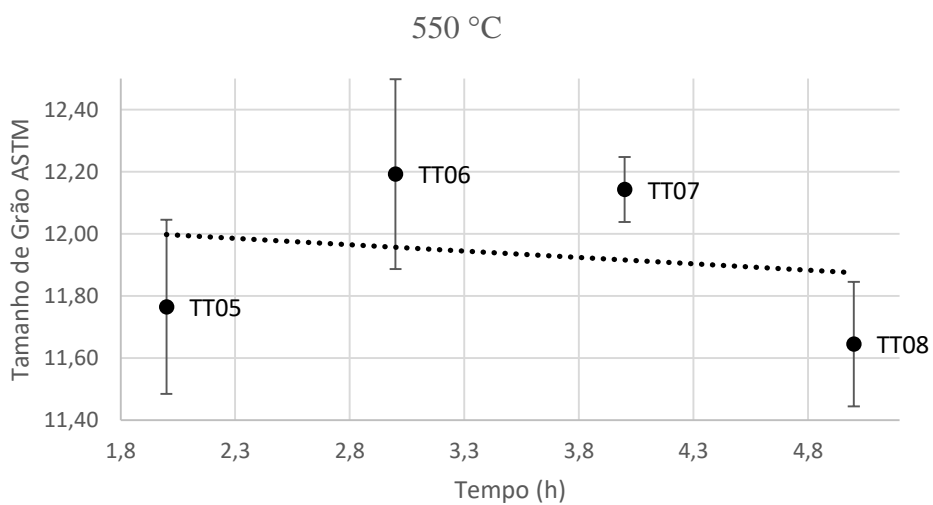
Amostra	G médio	Desvio Padrão
TT00	14,20	0,45
TT01	14,21	0,88
TT02	12,82	0,46
TT03	12,70	0,49
TT04	13,82	0,40
TT05	11,76	0,56
TT06	12,19	0,61
TT07	12,14	0,21
TT08	11,64	0,40
TT09	12,94	0,25
TT10	12,07	0,26
TT11	11,90	0,47
TT12	14,20	0,44
TT13	11,95	0,32
TT14	12,31	0,68
TT15	11,96	0,46
TT16	11,79	0,32
TT17	13,41	0,21
TT18	11,80	0,32
TT19	11,63	0,42
TT20	11,51	0,08



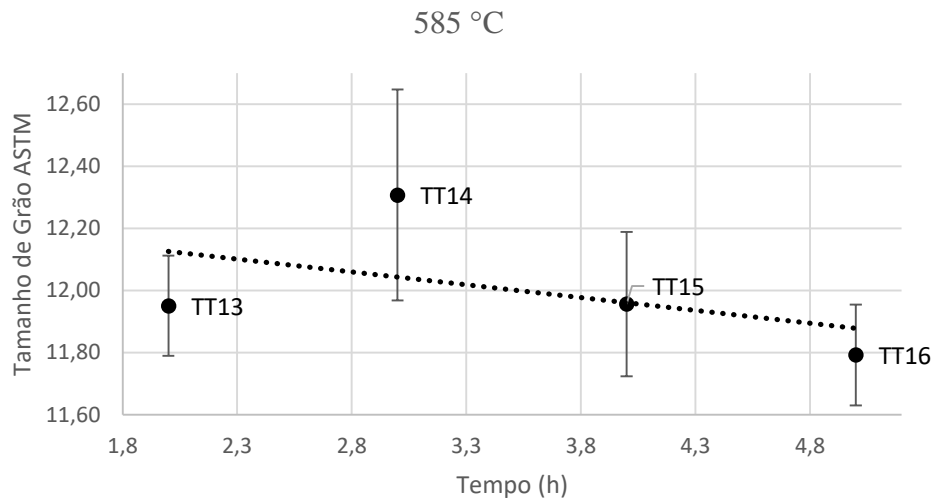
**Figura 61:** Relação entre G e o tempo de TTAT's realizados a 535 °C.



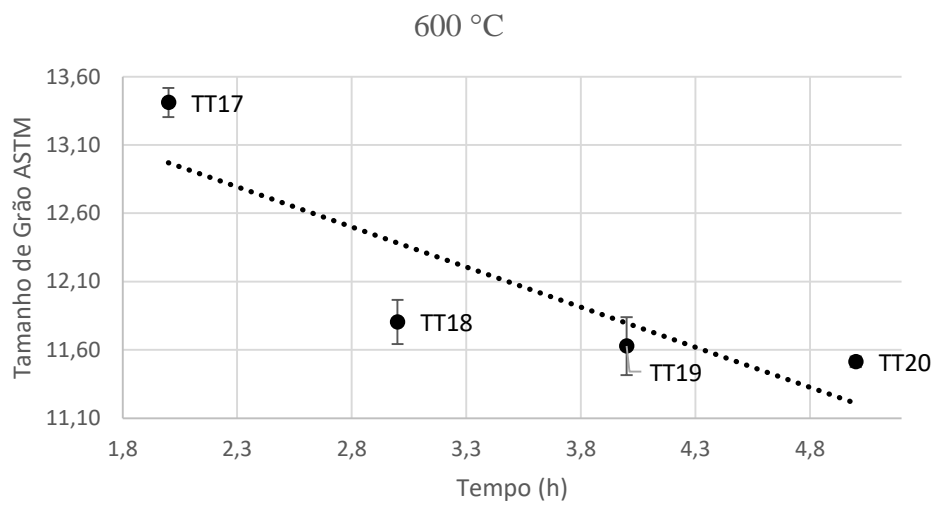
**Figura 62:** Relação entre G e o tempo de TTAT's realizados a 550 °C.



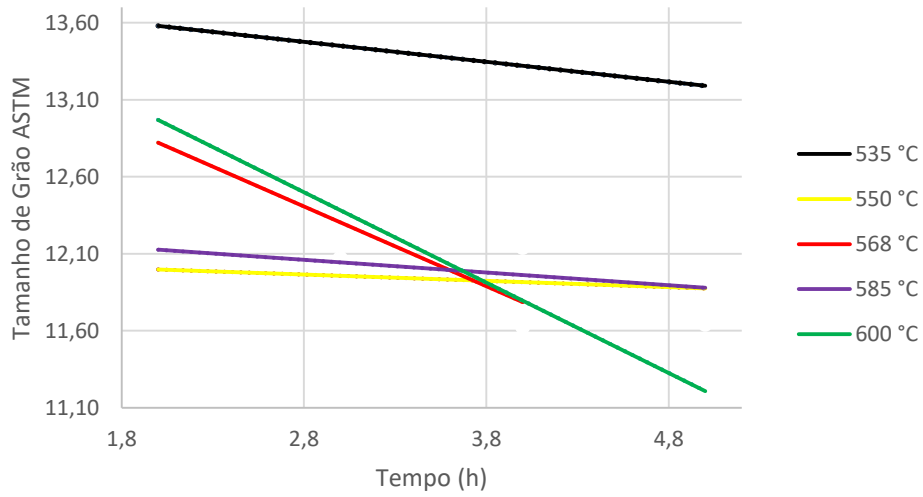
**Figura 63:** Relação entre G e o tempo de TTAT's realizados a 568 °C.



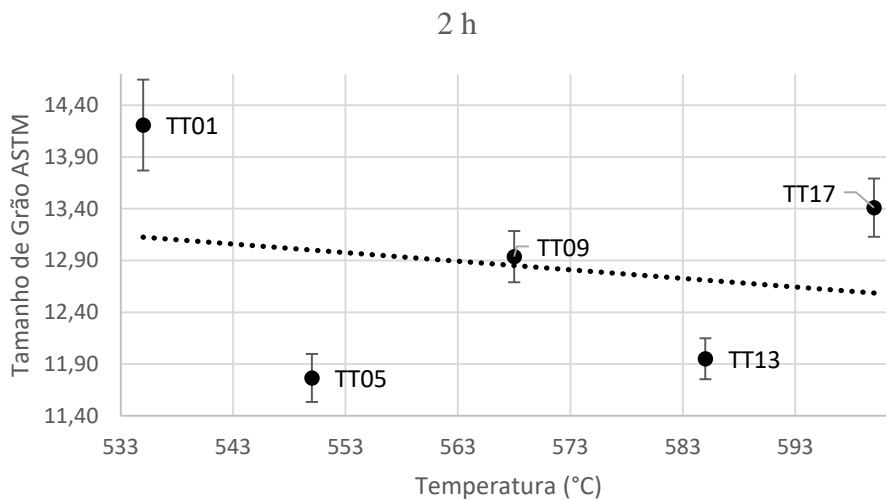
**Figura 64:** Relação entre G e o tempo de TTAT's realizados a 585 °C.



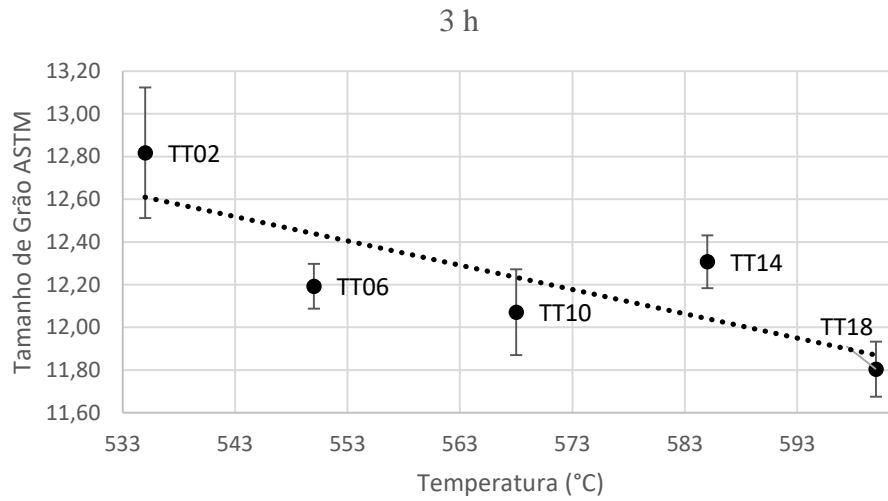
**Figura 65:** Relação entre G e o tempo de TTAT's realizados a 600 °C.



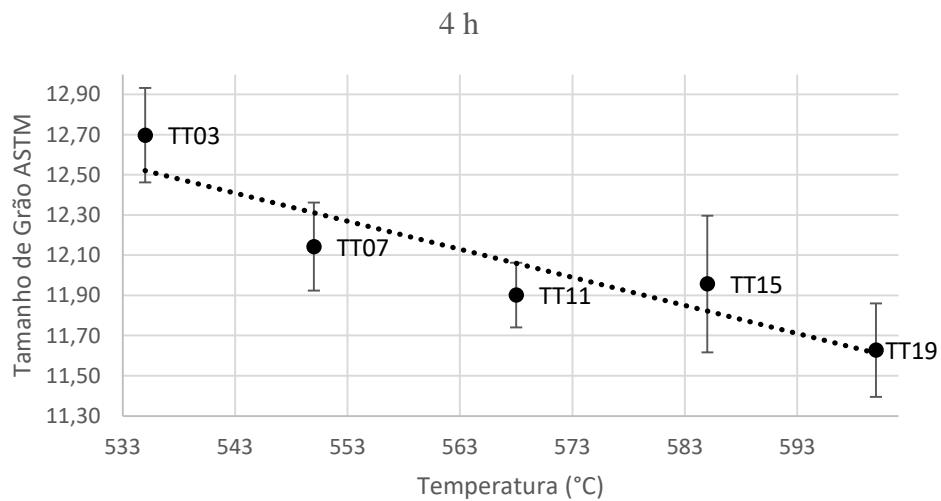
**Figura 66:** Comparação entre as relações entre G e o tempo de TTAT's realizados a cinco diferentes temperaturas.



**Figura 67:** Relação entre G e a temperatura de TTAT's conduzidos por 2 h.

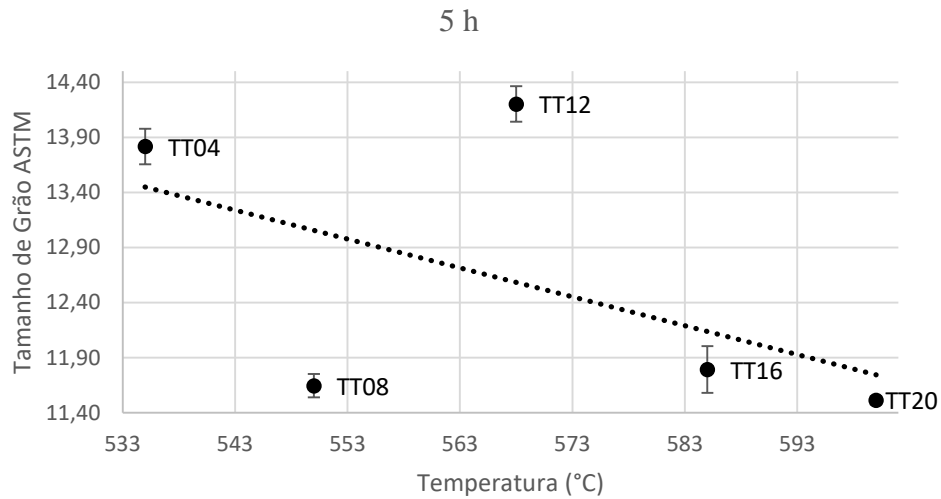


**Figura 68:** Relação entre G e a temperatura de TTAT's conduzidos por 3 h.

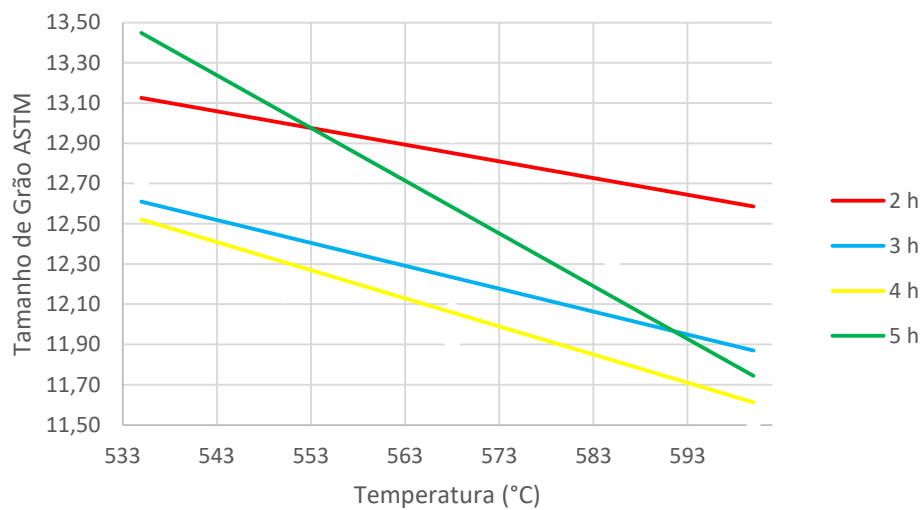


**Figura 69:** Relação entre G e a temperatura de TTAT's conduzidos por 4 h.





**Figura 70:** Relação entre G e a temperatura de TTAT's conduzidos por 5 h.



**Figura 71:** Comparação entre as relações entre G e a temperatura de TTAT's conduzidos por quatro diferentes tempos.

### 5.3 Microscopia eletrônica de varredura

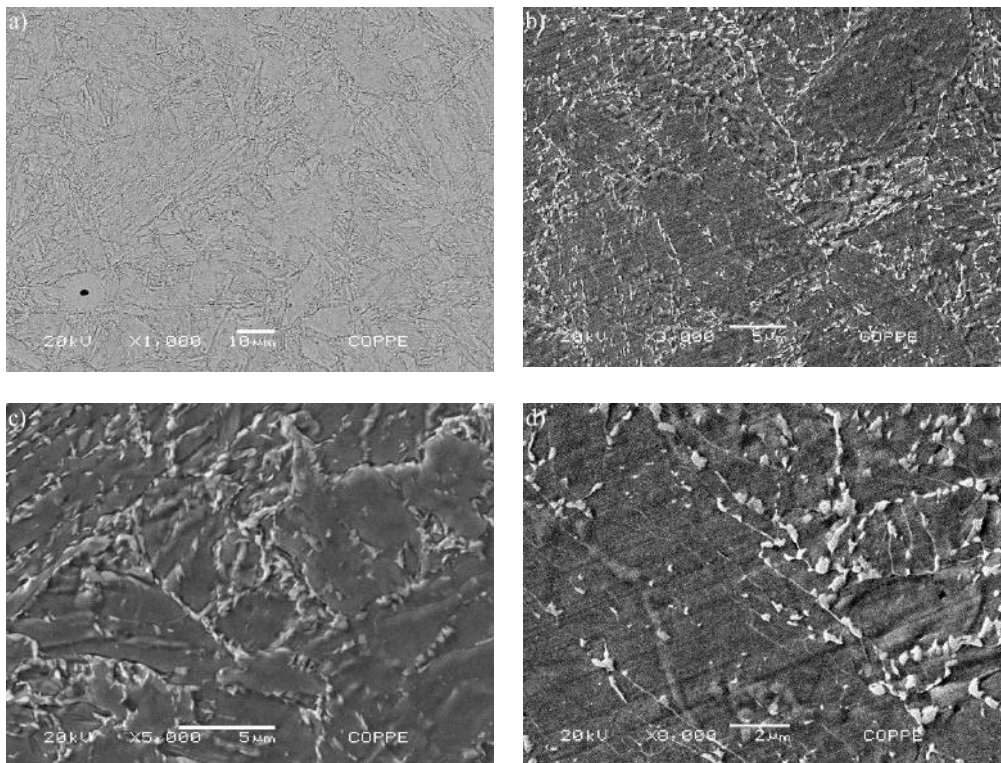
Os reagentes utilizados para a MEV foram o nital e o reagente a base de cloreto férrico e ácido pícrico. Este último, como mostrado na Figura 73, teve forte atuação sobre os contornos de grão, tornando as imagens pouco aproveitáveis. Já com Nital 2% os

contornos de grão ficam bem destacados e é possível notar a presença de austenita retida na forma de glóbulos brancos dispersos pela matriz.

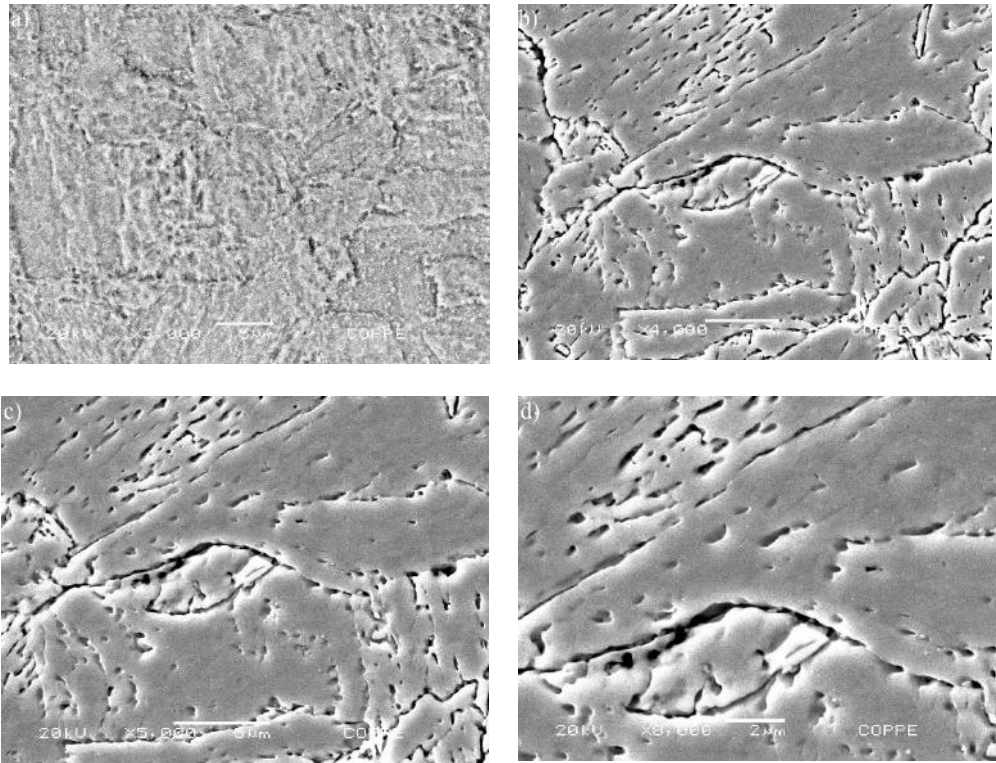
Fica bastante claro, através da observação das imagens, que há um aumento na quantidade de glóbulos brancos conforme eleva-se a temperatura e o tempo de tratamento térmico de alívio de tensões. Nas imagens da amostra TT20 na Figura 78, esse efeito fica bastante evidente.

Quanto ao tipo de sinal não foi revelada grande diferença, pois as fases presentes possuem composição química muito semelhante. Deu-se preferência pelo sinal secundário, que dá detalhes do relevo da superfície observada.

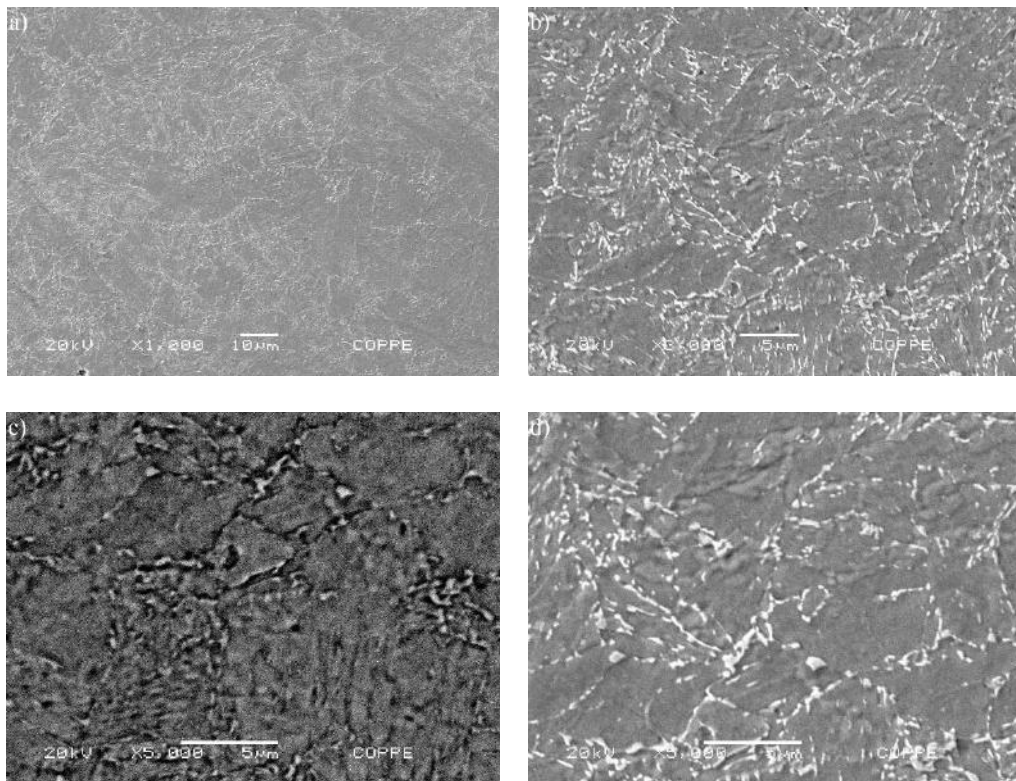
Somente algumas amostras foram observadas para não estender ainda mais este trabalho.



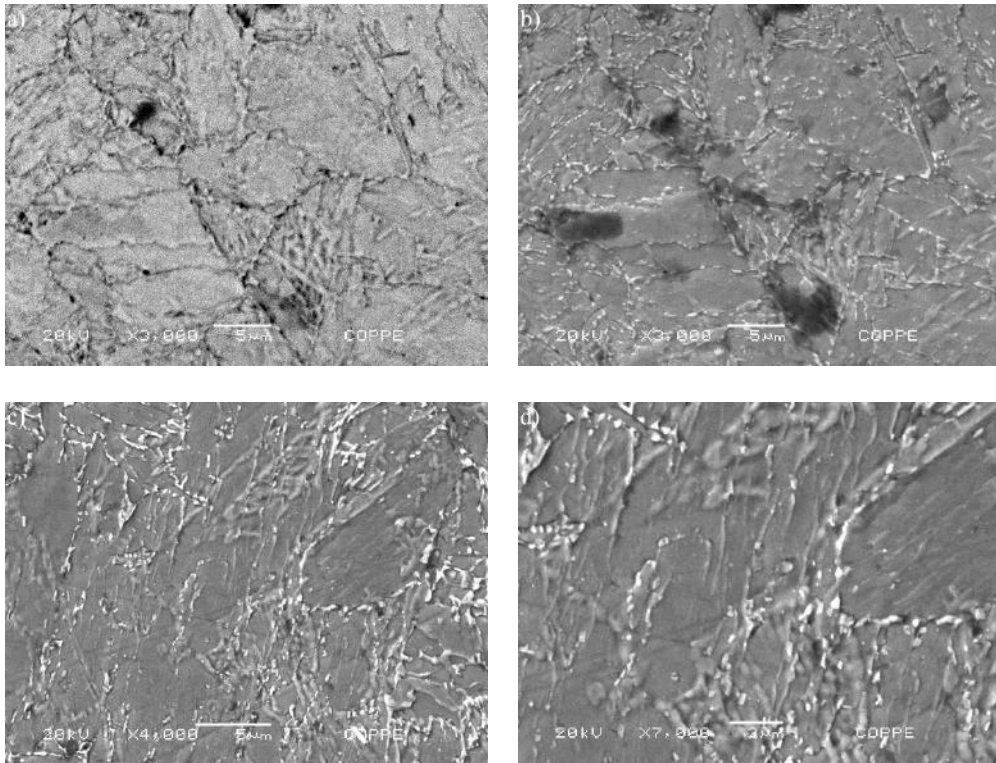
**Figura 72:** Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente Nital. Aumento e sinal: a) 1000x, BSE; b) 3000x, SE; c) 5000x, SE e d) 8000x, SE.



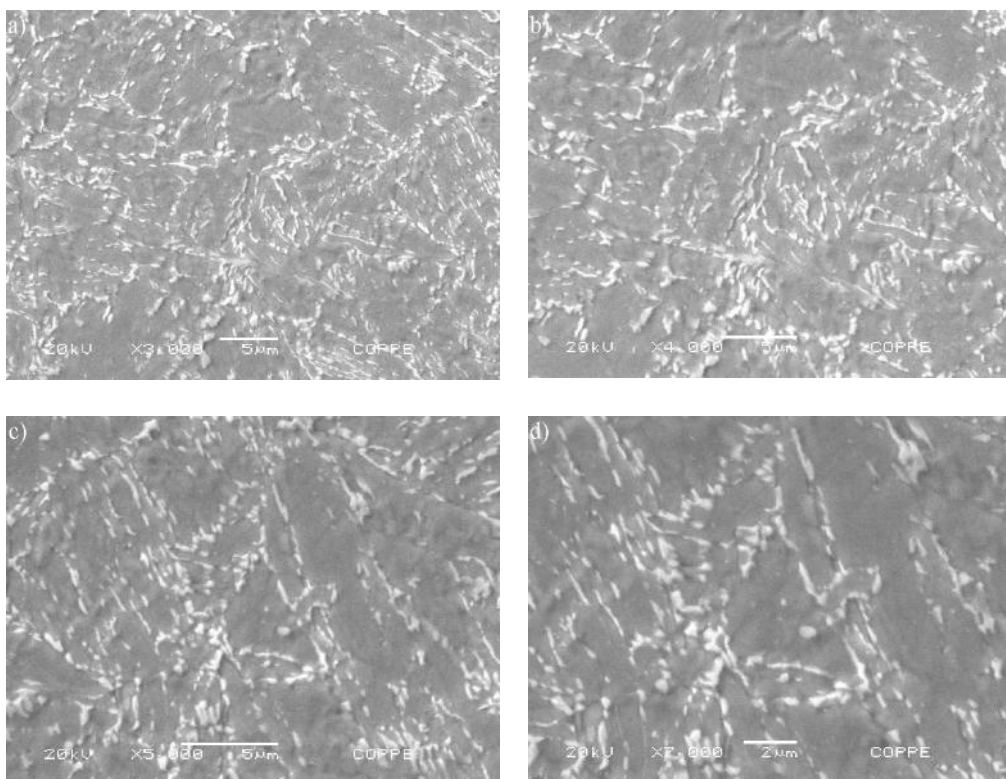
**Figura 73:** Microestrutura da amostra TT00, revelada com o reagente de cloreto férrico e ácido pícrico. Aumento e sinal: a) 3000x, BSE; b) 4000x, SE; c) 5000x, SE e d) 8000x, SE.



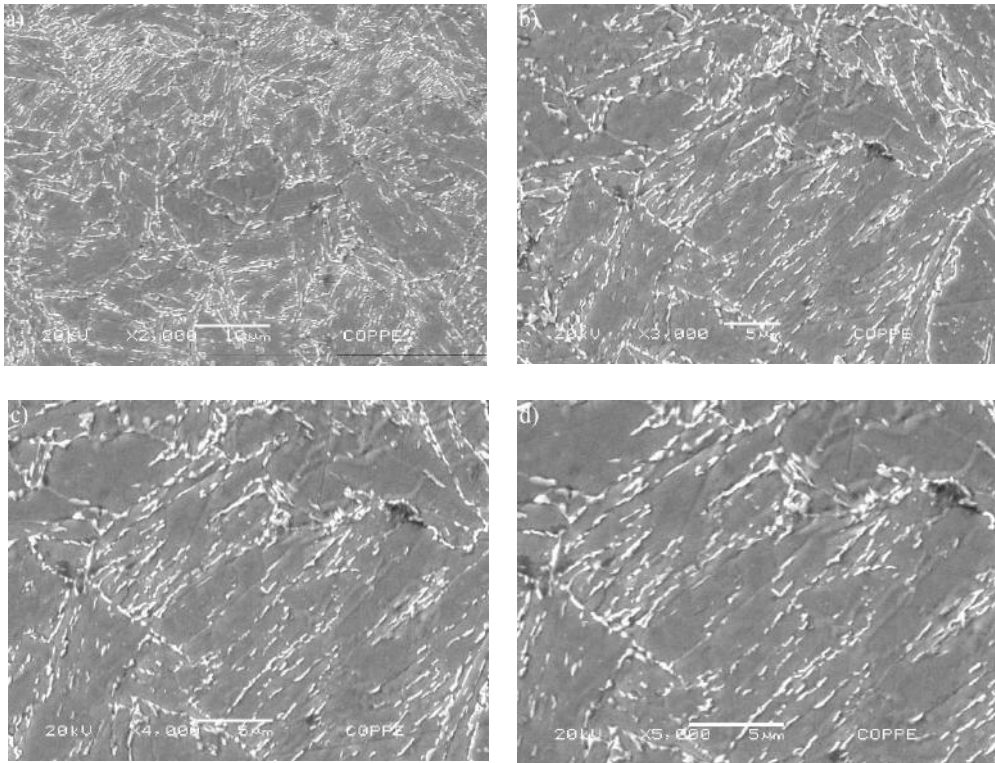
**Figura 74:** Microestrutura da amostra TT01, revelada com o reagente de Nital. Aumento e sinal: a) 1000x, SE; b) 3000x, SE; c) 5000x, BSE e d) 5000x, SE.



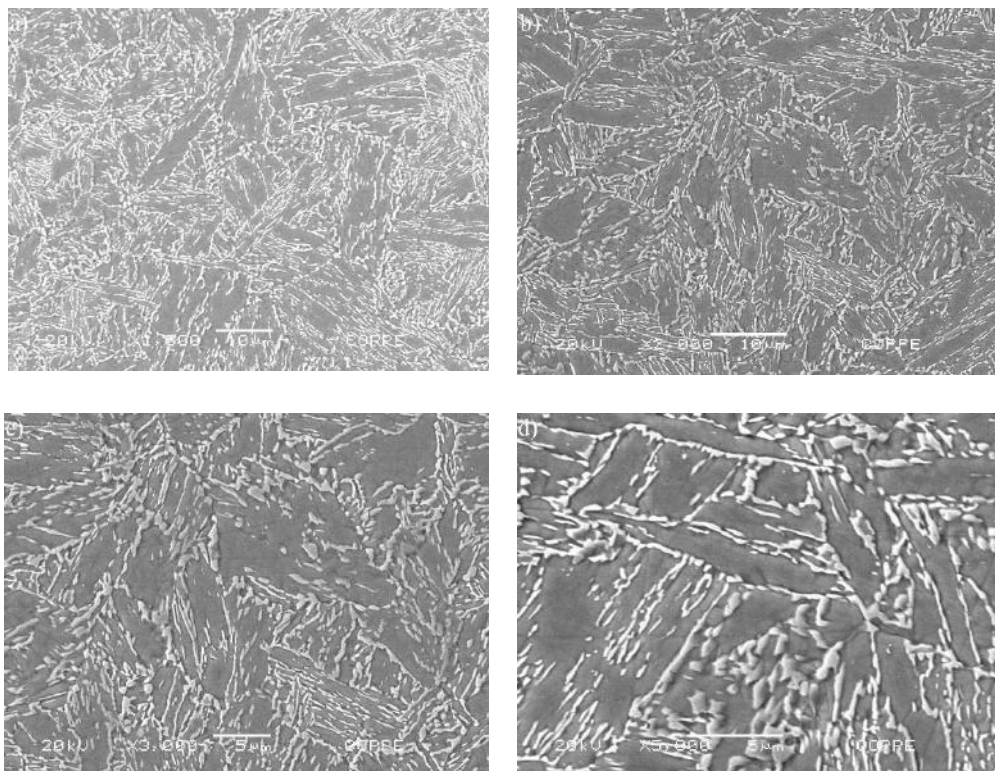
**Figura 75:** Microestrutura da amostra TT09, revelada com Nital. Aumento e sinal: a) 3000x, BSE; b) 3000x, SE; c) 4000x, SE e d) 7000x, SE.



**Figura 76:** Microestrutura da amostra TT12, revelada com o reagente Nital. Aumento e sinal: a) 3000x, SE, b) 4000x, SE c) 3000x, SE e d) 7000x, SE.



**Figura 77:** Microestrutura da amostra TT17, revelada com o reagente Nital. Aumento e sinal: a) 2000x, SE; b) 3000x, SE; c) 4000x, SE e d) 5000x, SE.



**Figura 78:** Microestrutura da amostra TT20, revelada com o reagente Nital. Aumento e sinal: a) 1500x, SE; b) 2000x, SE; c) 3000x, SE e d) 5000x, SE.

### 5.3.1. EDS

A técnica foi realizada em pontos das matrizes das amostras e também em uma área da amostra TT03. A composição identificada não difere do especificado em norma ou pelo fabricante para os elementos de maior presença, mas nem todos os elementos foram identificados.

Abaixo seguem alguns dos resultados obtidos.

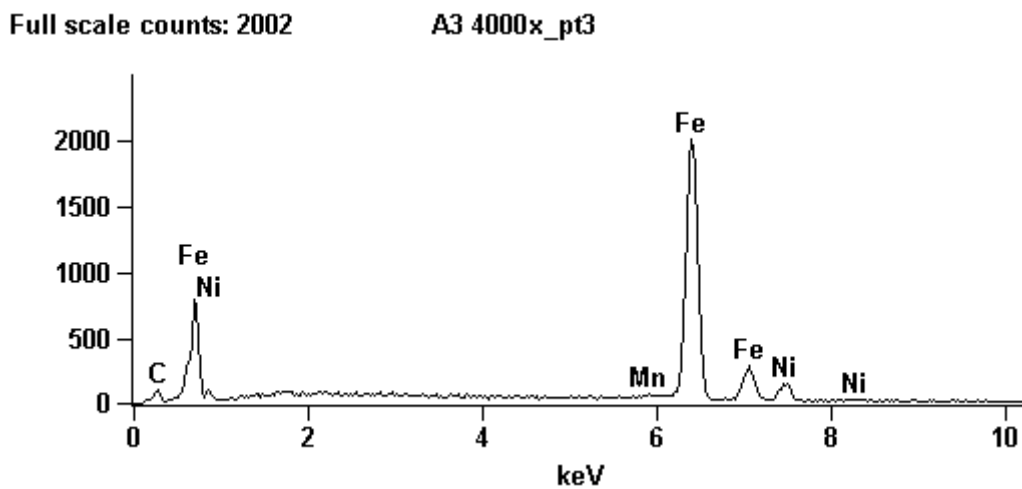


Figura 79: EDS de um ponto na matriz da amostra TT00.

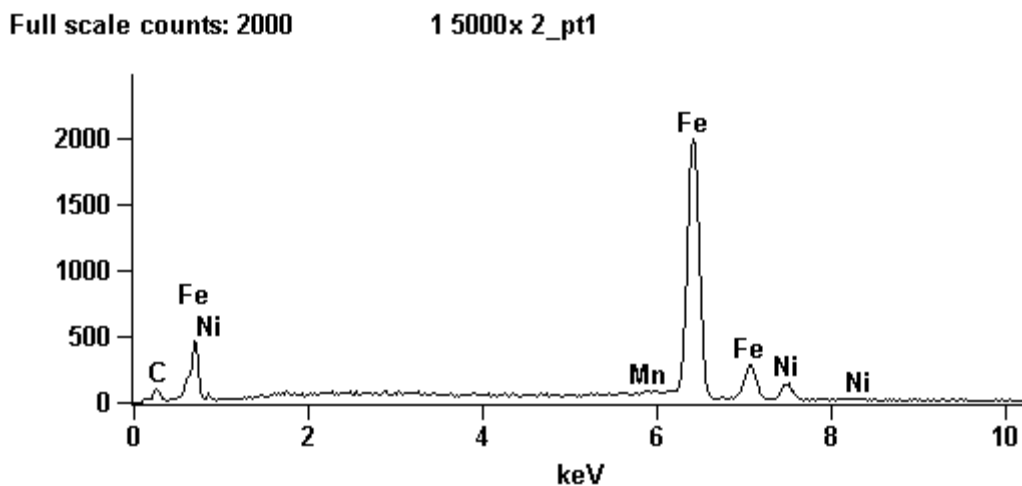


Figura 80: EDS de um ponto na matriz da amostra TT01.

Full scale counts: 2000

TT 03 7500x\_pt1

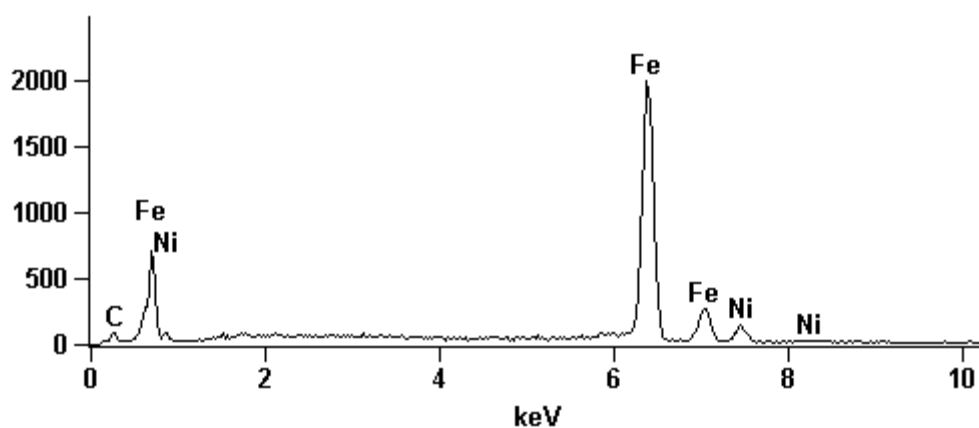


Figura 81: EDS de um ponto na matriz da amostra TT03.

Full scale counts: 2175

TT 03 7500x 2\_pt1

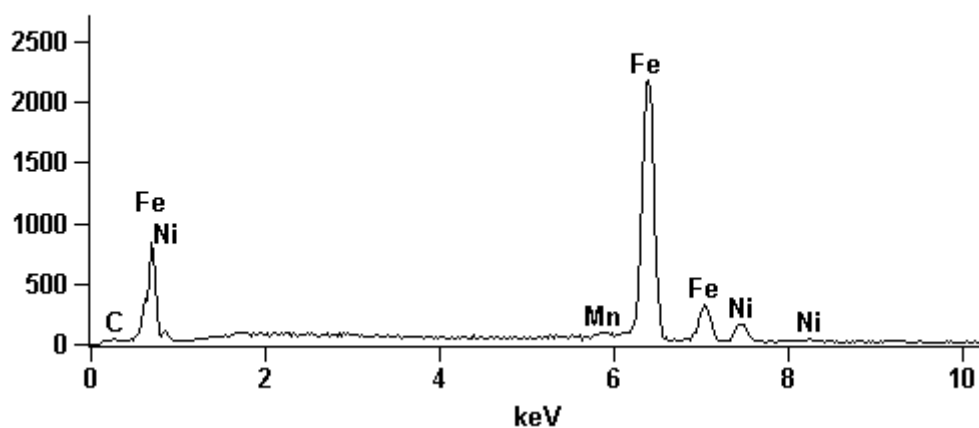


Figura 82: EDS de uma área na matriz da amostra TT03.

Full scale counts: 2000

TT 05 7500x\_pt1

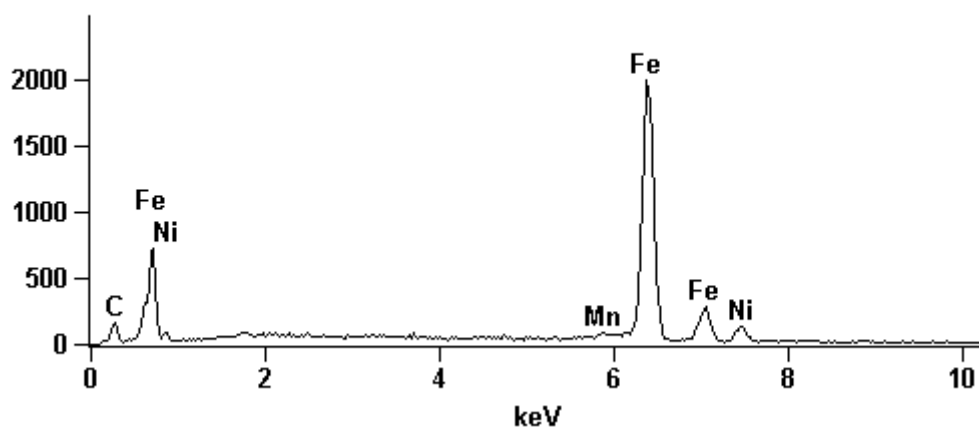


Figura 83: EDS de um ponto na matriz da amostra TT05.

Full scale counts: 2000

TT 06 5000x\_pt3

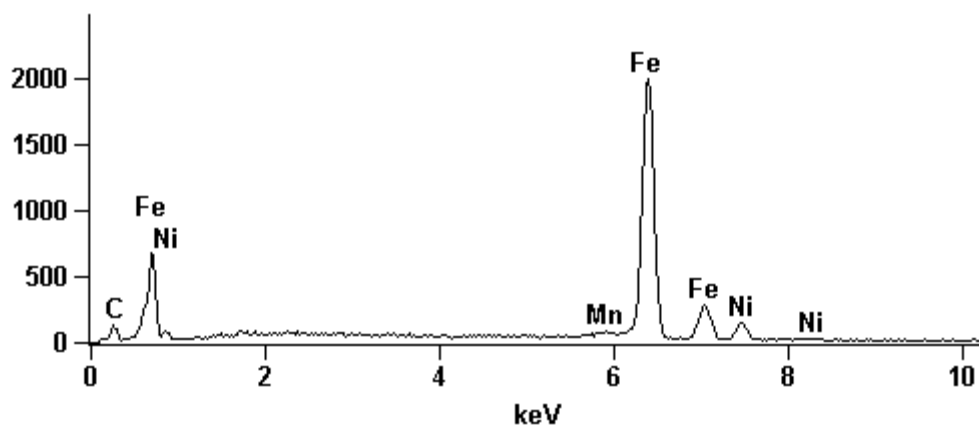


Figura 84: EDS de um ponto na matriz da amostra TT05.

Full scale counts: 2000

9 7000x\_pt3

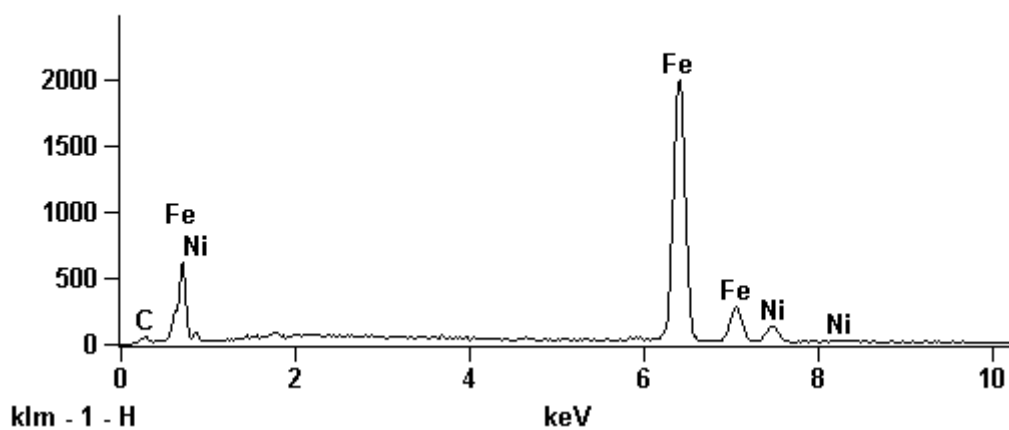


Figura 85: EDS de um ponto na matriz da amostra TT09.

Full scale counts: 2001

17 3000x\_pt1

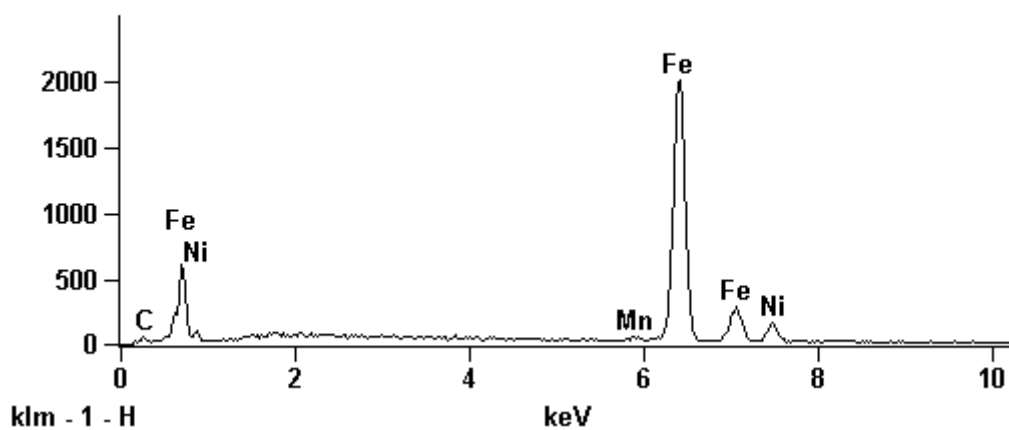
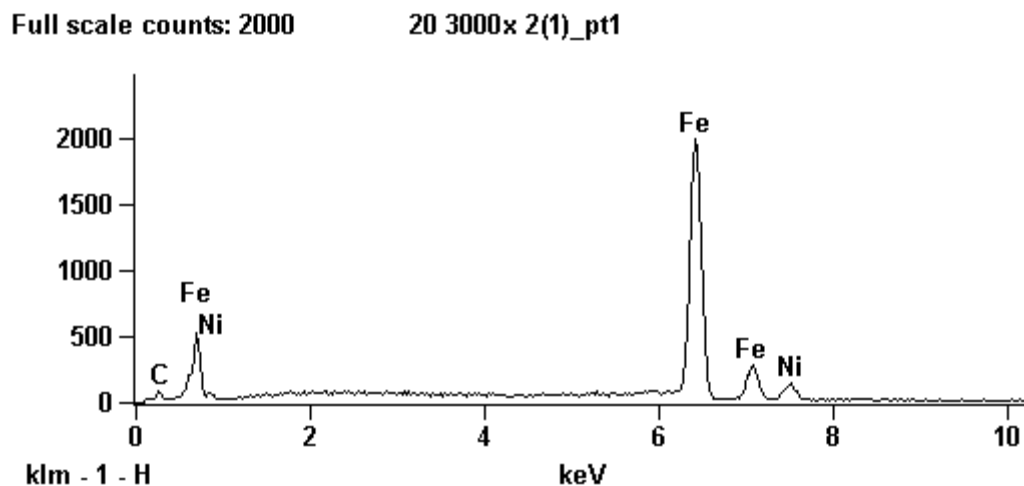


Figura 86: EDS de um ponto na matriz da amostra TT17.

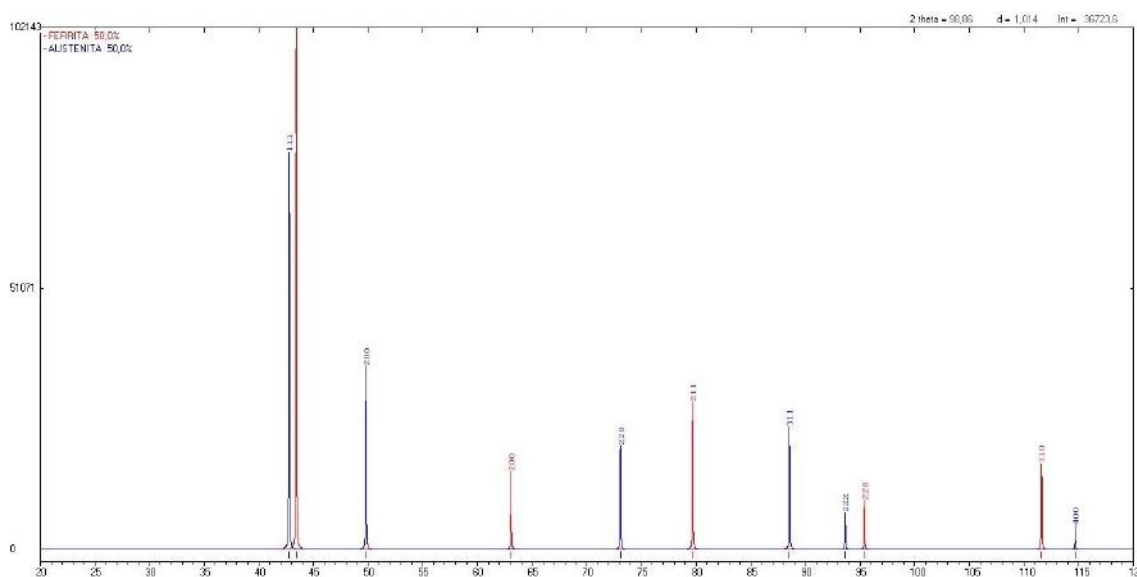




**Figura 87:** EDS de um ponto na matriz da amostra TT20.

#### 5.4. Difração de raios-X

Para a identificação das fases presentes nas amostras foram utilizados difratogramas padrão e realizado um ajuste pelo refinamento de Rietveld, que utiliza o método dos mínimos quadrados. Na Figura 88 são mostrados os padrões para a ferrita, em vermelho, e para a austenita, em azul, gerados no programa PowderCell com dados obtidos do Pearson's Handbook [35].



**Figura 88:** Difratogramas padrão da ferrita e da austenita.

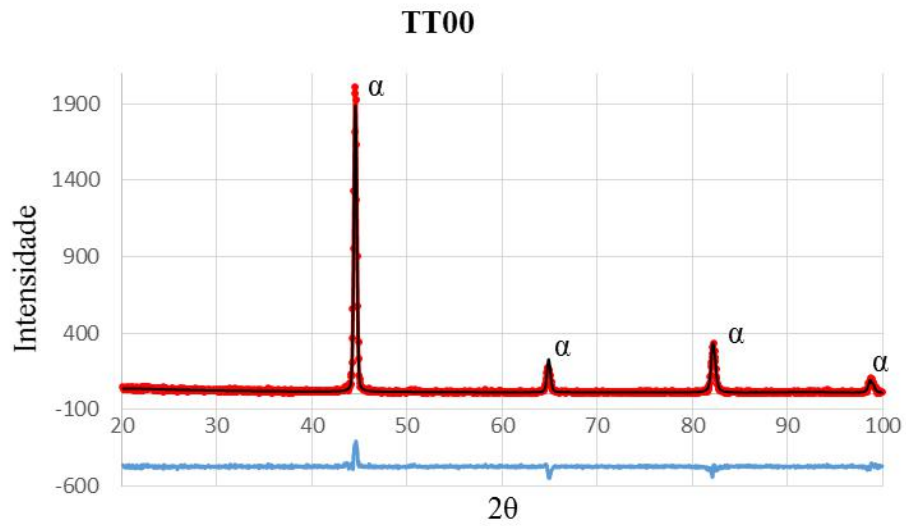
Nas Figuras 89, 90, 91, 92, 93, 94 e 95 pode-se observar os difratogramas experimentais, em vermelho, calculado do refinamento, em preto e o gráfico da diferença entre os dois, em azul. Este último, que quanto mais reto melhor o ajuste, foi deslocado para não atrapalhar a observação dos difratogramas.

A Tabela 10 apresenta o teor de austenita encontrado nas amostras observadas, assim como os indicadores Bragg R-Factor e RF-Factor, que se referem a qualidade do ajuste. Respectivamente, estes devem apresentar valores próximos a 10 e 5, e, a grosso modo, indicam a confiabilidade das informações observadas.

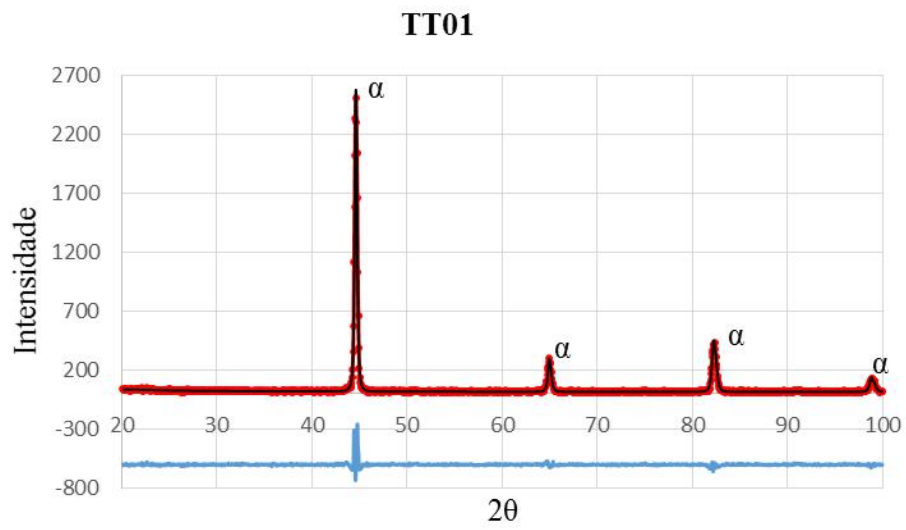
Ainda da Tabela 11 pode-se ver que para as amostras TT00 e TT01 não foi identificada a austenita. Já para as outras amostras, apesar da fase ter sido identificada, nota-se que o ajuste não foi o ideal. De qualquer modo o teor de austenita retida aumenta progressivamente de forma clara.

**Tabela 11:** Teor de austenita retida e indicadores Bragg R-Factor e RF-Factor dos difratogramas obtidos.

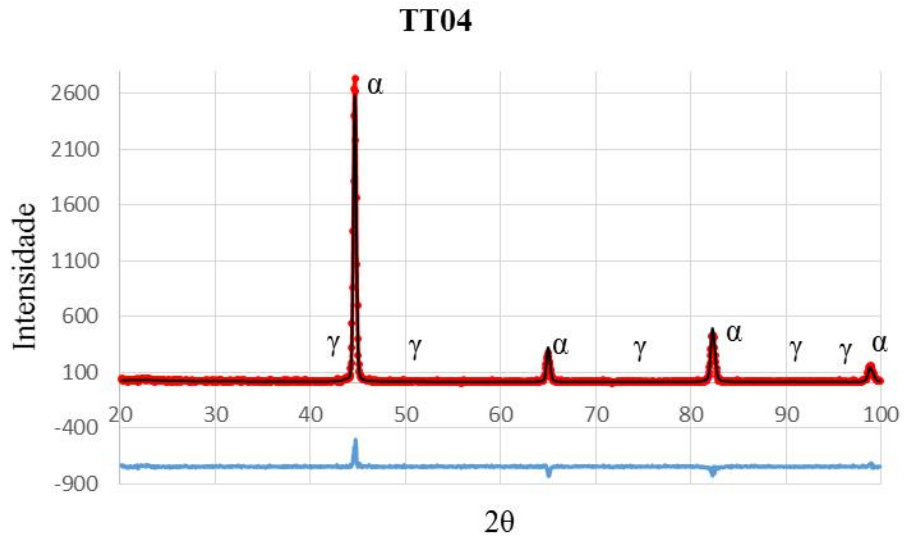
Amostra	Fase	Bragg R-Factor	RF-Factor	% em volume
TT00	Ferrita	9,13	5,50	100
	Austenita	-----	-----	-----
TT01	Ferrita	5,22	2,51	100
	Austenita	-----	-----	-----
TT04	Ferrita	8,17	5,06	99,36
	Austenita	66,70	48,20	0,64
TT09	Ferrita	2,66	2,21	98,69
	Austenita	64,10	45,80	1,31
TT12	Ferrita	3,88	1,69	97,21
	Austenita	41,80	27,70	2,79
TT17	Ferrita	10,80	7,57	97,19
	Austenita	41,20	28,80	2,81
TT20	Ferrita	3,40	2,32	93,45
	Austenita	34,50	23,30	6,55



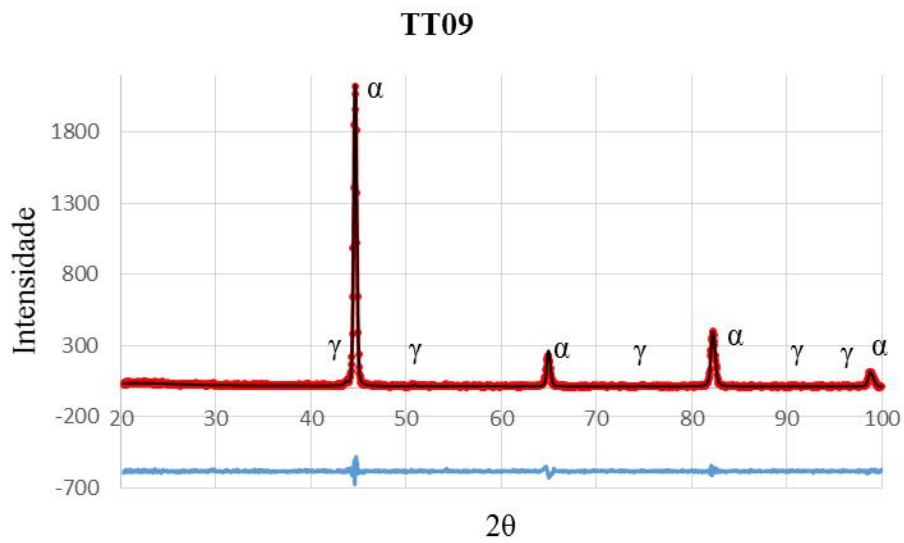
**Figura 89:** Difratoograma da amostra TT00.



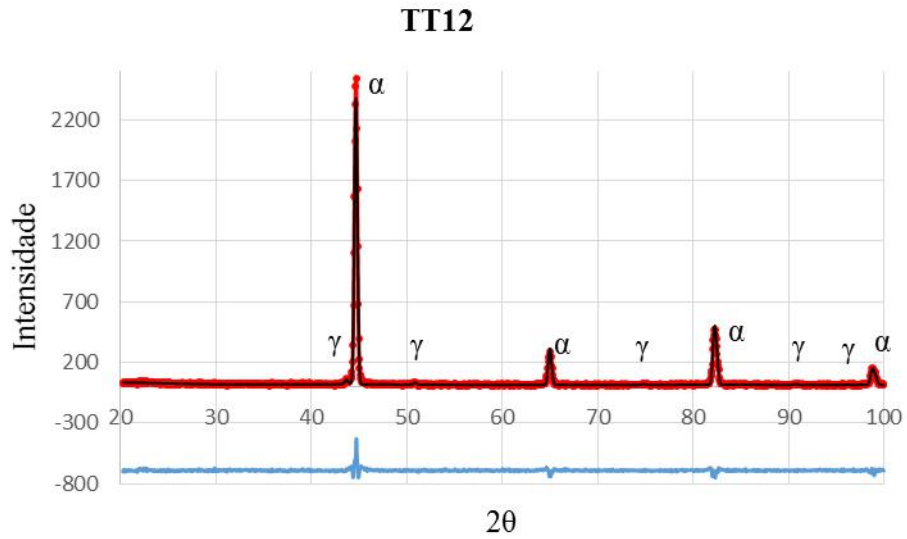
**Figura 90:** Difratoograma da amostra TT01.



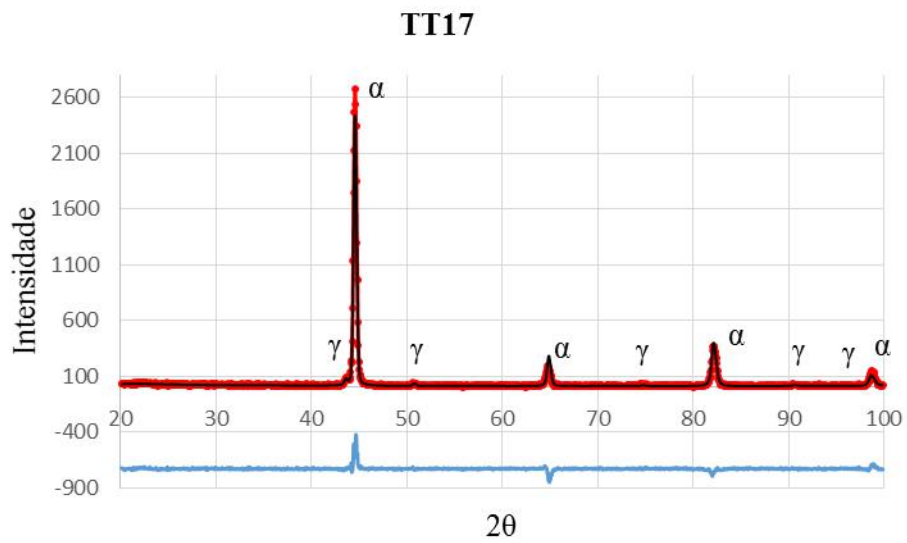
**Figura 91:** Difratoograma da amostra TT04.



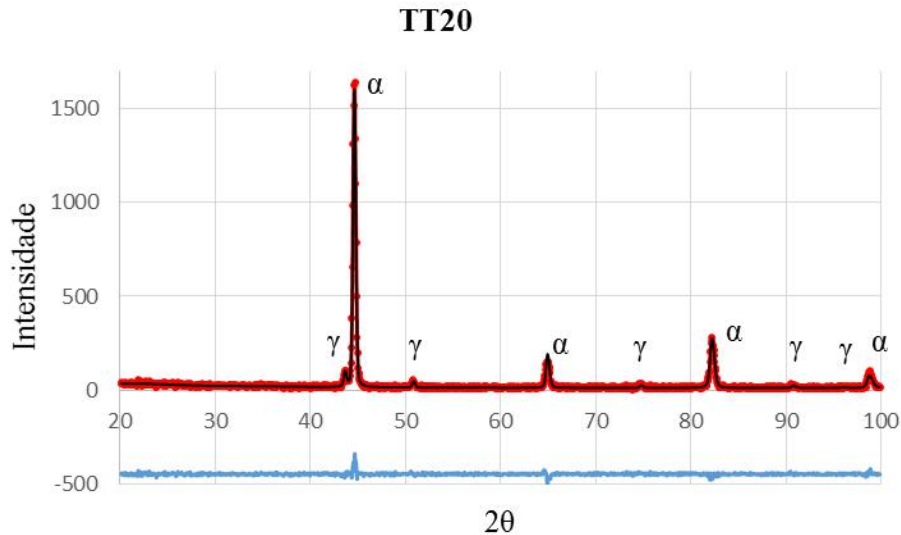
**Figura 92:** Difratoograma da amostra TT09.



**Figura 93:** Difratoograma da amostra TT12.



**Figura 94:** Difratoograma da amostra TT17.



**Figura 95:** Difratograma da amostra TT20.

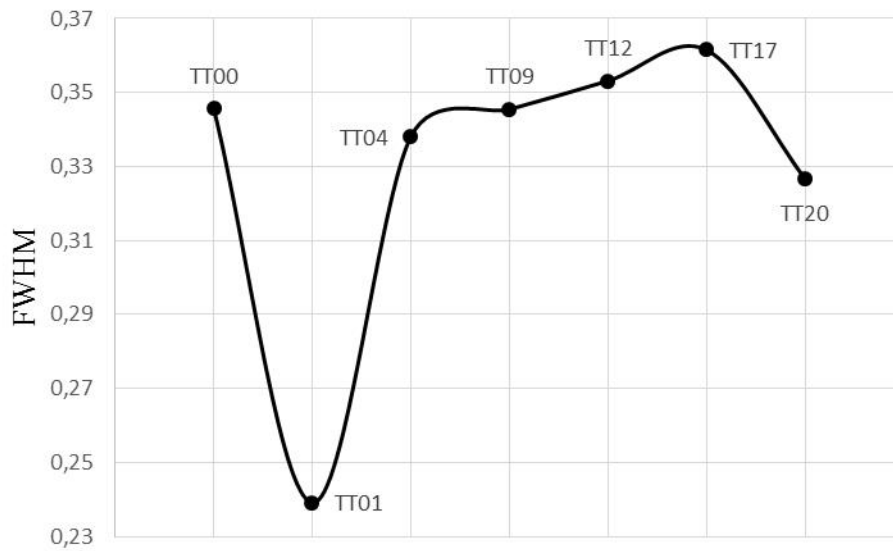
Por meio da técnica de Gaglioti foram obtidos os valores FWHM, ou comprimento a meia altura do pico, no programa FullProf, valores que variam tanto quanto variam as tensões residuais. Os valores obtidos são o comprimento a meia altura do pico de maior intensidade da ferrita em cada uma das amostras que passaram pelo DRX e eles são mostrados na Tabela 12.

Os valores da Tabela 12 são representados graficamente na Figura 96 para melhor observação de como ocorreu a diminuição das tensões residuais nas amostras TT09, 12 e 18 em comparação a amostra TT00, efeito esperado em um tratamento térmico de alívio de tensões. A amostra TT01 apresenta um valor de FWHM exageradamente destoante dos demais, já o valor verificado para TT04 é menor que o de TT00, indicando um pequeno aumento na tensão residual.

A amostra TT20 apresenta um valor de FWHM valor que sugere aumento de tensão residual em relação às outras amostras.

**Tabela 12:** FWHM ou comprimento a meia altura do pico de maior intensidade de ferrita de cada amostra.

Amostra	FWHM
TT00	0,34564
TT01	0,23914
TT04	0,33808
TT09	0,34546
TT12	0,35315
TT17	0,36151
TT20	0,32665



**Figura 96:** Valores de FWHM identificados para cada amostra.

## 6. Conclusões

Como esperado para tratamentos térmicos de alívio de tensões em aço 9Ni, uma vez que ocorrem na faixa de temperaturas do tratamento de revenimento, houve claro aumento no teor de austenita retida. Os difratogramas apresentaram esse aumento e as imagens obtidas por MEV também o fazem. Outros efeitos esperados que foram observados neste trabalho foram a redução dos valores de dureza, a diminuição das tensões residuais e aumento do tamanho de grão.

Alguns resultados devem ser discutidos, entretanto. Da Tabela 12 e da Figura 96 percebe-se que ocorreu aumento das tensões residuais para as amostras TT04 e TT20. Fatores externos podem ter introduzido tensões nas amostras, fora o que já é esperado da têmpera. A exemplo disso, pode-se citar o fato das amostras terem sido tipadas por meio de martelamento. Porém, vale ressaltar que o aumento observado para a amostra TT20 ocorreu de forma expressiva, mas não tão exorbitante quanto a amostra TT01, se comparado as variações das outras amostras.

Em relação aos valores de dureza foi observado que a amostra TT20 apresentou valores maiores para microindentação, conforme Figuras 28 e 33. Além disso observou-se também um aumento na dureza por macroindentação, a partir do tempo de tratamento de 4 h, fenômeno ainda mais marcante nas microindentações.

De acordo com a literatura, o aumento da temperatura de revenimento e o tempo de exposição aumentam o teor de austenita retida, porém esta passa a ser instável em tempos muito longos e acaba transformando-se em martensita não revenida. Como a faixa de temperaturas selecionadas para os TTAT são mais abrangentes que o recomendado pela norma ASTM A333, pode-se esperar que ocorra a citada transformação em algumas das últimas amostras. O aumento nos valores de dureza por microindentação pode ser um indicador dessa suposição assim como o aumento das tensões residuais podem sugerir uma distorção na rede cristalina, que é comum na precipitação de martensita.



## 7. Referências bibliográficas

- [1] MOUNCE, W. S., “*Nine per cent nickel – 28 years of reliable service in liquefied natural gas containment*”, 1989.
- [2] ZEEMANN, A.; EMYGDIO, G., “*9% Ni Alloy Steel for H<sub>2</sub>S Service*”, Corrosion 2014, San Antonio, Texas, USA, 2014.
- [3] REDDO, A. M., **Soldagem de revestimento GTAW de tubo de aço 9% Ni com superliga de Níquel 625 e sua posterior soldagem de topo com diferentes processos.** Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Rio de Janeiro, Brasil, 2015.
- [4] ASTM A333, “*Standard Specification for Seamless and Welded Steel Pipe for Low-Temperature Service and Other Applications with Required Notch Toughness*”, USA, 2013.
- [5] SÁ, J. S., **Estudo de Resistência a Corrosão e Fragilização por Hidrogênio em Aço 9% Ni.** Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Rio de Janeiro, Brasil, 2015.
- [6] CAVALLI, A., **Aços-Liga**, Apostila, Centro Universitário Padre Anchieta, São Paulo, 2013.
- [7] PENSE, A. W.; STOUT, R. D., “*Fracture Toughness and Related Characteristics of the Cryogenic Nickel Steels*” Welding Research Council Bulletin 205, USA 1975.
- [8] DUPONT, J. N.; LIPPOLD, J. C.; KISER, S. D., “*Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys*”. John Wiley & Sons. Hoboken, New Jersey, USA, 2009.
- [9] TOUSSAINT, P.; PILLOT, S.; CHAUVY, C., “*Challenges, Properties and Features of 9% Nickel Steel Plates for LNG Storage and Transport: Towards Ultra-Large Design*”, Industeel, France, 2011.
- [11] STRIFE, J. R.; PASSOJA, D. E., “*The Effect of Heat Treatment on Microstructure and Cryogenic Fracture Properties in 5 Ni and 9 Ni Steel*”. American Society for Metals and the Metallurgical Society of AIME, Volume 11A, p. 1341 – 1350, 1980.

- [10] NIPPES, E. F.; BALAGUER, J. P., “*A Study of the Weld Heat-Affected Zone Toughness of 9% Ni Steel*”, Welding Research Supplement, p; 237 – 243, 1986.
- [12] **Tratamento Térmico de Alívio de Tensões na soldagem**, ESAB, 2014. Disponível em:  
[http://www.esab.com.br/br/pt/education/blog/tratamento\\_termico\\_alivio\\_tensoes\\_soldagem.cfm](http://www.esab.com.br/br/pt/education/blog/tratamento_termico_alivio_tensoes_soldagem.cfm)
- [13] GIMENES-JUNIOR, L., **Tratamento Térmico em Juntas Soldadas**. São Paulo: INFOSOLDA, 2012 (texto WEBSITE).
- [14] CHIAVERINI, V., **Aços e Ferros Fundidos**, ABM, 6ª edição, São Paulo, p. 102 1988.
- [15] CALLISTER JR., W. D., **Ciência e Engenharia de Materiais, Uma Introdução**, LTC, 7ª edição, Rio de Janeiro, p. 71 – 76, 249; 2008.
- [16] ASTM E 384, “*Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials*”, USA, 2011.
- [17] DIETER, G. E., “*Mechanical metallurgy*” McGraw-Hill Book Company, UK, p. 331 – 332, 1988.
- [18] SANTOS, G. Y. M., **Avaliação da Soldagem com Laser Empregando Pó no Revestimento de Aço Inoxidável Superduplex com Liga de Cobalto Stellite 6**. UFRJ, Escola Politécnica, Rio de Janeiro, p. 47 – 50, 2015.
- [19] **Materiais e suas Propriedades: Preparação e Análise Microestrutural – Parte A – Determinação de Tamanho de Grão**, Universidade Federal do ABC, Centro de Engenharia, Modelagem e Ciências Sociais Aplicadas.
- [20] ASTM E 112 - 96, “*Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*”, USA, 2004.
- [21] MELO, D., **Influência do tamanho de grão nas propriedades mecânicas do aço inoxidável austenítico UNS S30100**, UNIFEI, Departamento de Engenharia Mecânica, 2005.

- [22] DEDAVID, B., A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G., **Microscopia Eletrônica de Varredura – Aplicações e preparação de amostras**, EDIPUCRS, Porto Alegre, p. 11 – 13, 23 – 24; 2007.
- [23] Silva, M. I. T., **Difração de Raios-X Aplicada na Caracterização de uma Amostra Mineral**. Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, 2012.
- [24] ANTONIASSI, J. L., **A difração de raios-X com o método de Rietveld aplicada a bauxitas de Porto Trombetas - PA**, Escola Politécnica de São Paulo, Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo, São Paulo – SP, Brasil, p 16 – 35, 2010.
- [25] ROCHA, A. C.; TAVARES, S. S. M.; FONSECA, M. P. C.; PARDAL, J. M.; TERRA, V. F., **Estudo das Propriedades Mecânicas de um aço SAE 4140 com Estrutura Bifásica**. Universidade Federal Fluminense, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Niterói, Rio de Janeiro, Brasil.
- [26] ASME – Boiler & Pressure Vessel Code, “*Section IX – Qualification Standard for Welding, Brazing and Fusing Producers; Welders; Brazers; and Welding, Brazing, and Fusing Operators*”, New York, USA, 2015.
- [27] KAWATA, H.; SAKAMOTO, K.; MORITANI, S.; FURUHARA, T.; MAKI, T., “*Crystallography of ausformed upper bainite structure in Fe – 9Ni – C alloys*”. Materials Science and Engineering A 438 -440, Elsevier, p 142 – 144, 2006.
- [28] SU, Y. Y.; CHIU, L. H.; CHUANG, T. L.; HUANG, C. L.; WU, C. Y.; LIAO, K. C., “*Retained austenite amount determination comparison in JIS SKD11 steel using quantitative metallography and X-ray diffraction methods*” Advanced Materials Research, Vols. 482-484, Trans Tech Publications, p. 1165 – 1168, Switzerland, 2012.
- [29] VOORT, G. F.; MANILOVA, E. P., “*Hints for imaging phases in steels*”. Advanced Materials & Processes, p. 32 – 37, 2005.
- [30] CRAIG, B. D.; BROWNLEE, J. K.; BRUNO, T. V., “*Sulfide Stress Cracking of Nickel Steels*” NACE, p. 90 – 97, 1992.

- [31] CARVALHO, G. H. S. F. L., **Resistência ao colapso e caracterização metalúrgica de tubo API 5CT Grau N80Q soldado por indução de alta frequência**. UFRJ, COPPE, PEMM, Rio de Janeiro – RJ, Brasil, p. 77, 2015.
- [32] TAVARES, C. S., **Estudo do processo de têmpera em aço 15B28 aplicado em lâminas de motoniveladoras**. UFSC, Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais, Florianópolis – SC, Brasil, p. 69, 2009.
- [33] GORNI, A. A., **Desenvolvimento de aços alternativos aos materiais temperados e revenidos com limite de resistência entre 600 e 800 MPa**. UNICAMP, Faculdade de Engenharia Mecânica, Campinas – SP, Brasil, p. 58, 2001.
- [34] ROCHA, M. A. C.; TAVARES, S. S. M.; FONSECA, M. P.; PARDAL, J. M.; TERRA, V. F., **Estudo das propriedades mecânicas de um aço SAE 4140 com estrutura bifásica**. UFF, PGMEC, Niterói – RJ, Brasil.
- [35] VILLARS, R., “*Pearsons Handbook of Crystallographic Data for Intermetallic Phases*”. ASM International.