



Universidade Federal
do Rio de Janeiro

Escola Politécnica

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ALÍVIO DE TENSÕES NA MICROESTRUTURA DA ZTA DO AÇO 9%Ni

Augusto Veríssimo Passos

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

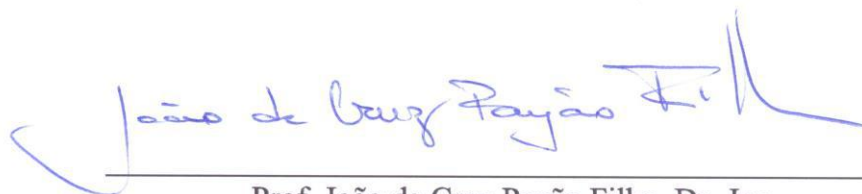
Rio de Janeiro
Dezembro de 2016

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ALÍVIO DE TENSÕES
NA MICROESTRUTURA DA ZTA DO AÇO 9%Ni

Augusto Veríssimo Passos

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, Dr.-Ing.



Professor Dilson Silva dos Santos, DSc.



Eng. Rodrigo Stohler Gonzaga, M.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

DEZEMBRO de 2016

Veríssimo Passos, Augusto

Influência do tratamento térmico de alívio de tensões na microestrutura da ZTA do aço 9%Ni/ Augusto Veríssimo Passos. – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2016.

XV, 67 p.: il.; 29, 7cm.

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Projeto de Graduação – UFRJ/ Escola Politécnica/ Curso de Engenharia Metalúrgica, 2016.

Referências Bibliográficas: p. 65 – 67.

1. 9Ni. 2. Tratamentos térmicos. 3. Microestrutura. I. da Cruz Payão Filho, João. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia Metalúrgica. III. Título.

*Os maiores agradecimentos não
precisam ser feitos por extenso,
eles são feitos todos os dias.*

Agradecimentos

Agradeço à Deus em primeiro lugar, por me garantir a vida, saúde e inteligência necessárias para a realização de um trabalho digno e uma vivência íntegra.

Aos meus familiares, que tanto amo, dedico meu trabalho em retribuição a todo suor, sangue e lágrimas investidos em mim. A minha mãe Marília, pelo amor e apoio incondicionais, que sempre me motivaram a continuar. Ao meu pai Almiro, professor de matemática e inspiração para esta vocação, obrigado por me guiar. Ao meu avô Manoel, pois sem seu esforço, nem minha mãe nem eu teríamos uma graduação, obrigado por todo o suporte. A minha irmã Mariana, pelo carinho que me faz querer ser melhor e exemplo para ela. A Letícia pelo amor e paciência exercidos a cada instante.

Aos meus amigos de infância, Yuri Panoeiro, Eduardo Langoni, Caio Almeida, Gleison Ferreira, Felipe Seibert, Felipe Trindade, Karla Takenawa e Gabriel Faza, que me ajudaram a moldar meu caráter e minha personalidade.

Aos meus professores que acreditaram em mim, e me deram algumas das maiores oportunidades da minha vida, Dilson Santos que me deu a oportunidade de realizar meu sonho do intercâmbio e João Payão que me mostrou o caminho que escolhi como ofício, a área da soldagem.

À toda equipe do Laboratório Nacional de Tecnologia de Soldagem, que consolidaram meus conhecimentos na área, e me ensinaram a resolver problemas que não estão escritos em nenhum livro.

À minha tutora e amiga Elisa Kimus, que teve enorme paciência e dedicação inabalável em me passar todos os conhecimentos que nosso tempo de convivência permitiu.

Aos amigos do departamento, Carlos Henrique, Caio Natarelli, Leandro Pereira, João Barcelo, Rodrigo Mattos, Robson Araújo, Rodrigo Vitorino, Leonardo Rocha, João de Menezes e Camila Franco que compartilharam comigo seus conhecimentos e suas amizades e que me ajudaram na execução dos experimentos e revisão do texto.

Às empresas Shell, Vallourec e SENAI, pela participação no projeto 9%Ni, pelos materiais utilizados, e pela execução dos procedimentos de soldagem, respectivamente.

Às parcerias com o Laboratório de Mecânica da Fratura (Prof. Enrique Castrodeza), Laboratório de Propriedades Mecânicas (Prof. Leonardo Salles) e Laboratório de Microscopia de Ultra Alta Resolução (Prof. Renata Simão), que permitiram a realização de experimentos em suas dependências.

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

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ALÍVIO DE TENSÕES NA MICROESTRUTURA DA ZTA DO AÇO 9%Ni

Augusto Veríssimo Passos

Dezembro / 2016

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Curso: Engenharia Metalúrgica

A procura por novas aplicações para o aço 9%Ni, além da já conhecida atuação em temperaturas criogênicas, motiva o aprofundamento dos estudos sobre este aço, como em aplicações em meios corrosivos. Neste trabalho explora-se a microestrutura da ZTA obtida pelos processos GMAW, FCAW e GTAW com 3 aportes de calor cada, mediante diferentes tratamentos térmicos visando alívio de tensão e diminuição da dureza, para melhoria da tenacidade e resistência à fragilização por hidrogênio em meio contendo H_2S . Através de ensaios de microdureza Vickers e diversas técnicas de caracterização microestrutural como macroscopia, microscopias ótica, eletrônica de varredura e de força atômica, comparou-se a as respostas dos diferentes tratamentos térmicos e caracterização de todas as fases previstas, inclusive a austenita revertida. Como resultado das avaliações dos tratamentos térmicos, constatou-se que a temperatura possui maior influência do que o tempo, pois percebe-se que houve maior queda de dureza em função da temperatura.

Palavras-chave: aço 9%Ni, Soldagem, ZTA, tratamento térmico pós soldagem, caracterização microestrutural.

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

INFLUENCE OF STRESS RELIEVING HEAT TREATMENTS IN THE HAZ IN 9%Ni

Augusto Veríssimo Passos

December / 2016

Advisor: João da Cruz Payão Filho

Course: Metallurgical Engineering

The research for new applications for 9 % Ni steel, beyond the well known performance in cryogenic temperatures, motivates further studies about this steel, as in applications in different corrosive environments. In this work, the microstructure of the HAZ obtained by the GMAW, FCAW and GTAW processes with 3 different heat inputs had been explored, through different heat treatments aiming at stress relief and lowering the hardness, to improve the toughness and resistance to sulfide corrosion cracking. Through Vickers microhardness tests and some microstructural characterization techniques such as macroscopy, optical microscopy, SEM and AFM, the responses of the different heat treatments and characterization of all the predicted phases, including the reversed austenite, were compared. Reduction in hardness was observed as the temperature applied increase, but no pattern was detected for increasing the time of treatments, showing that the temperature was more influent than the time of the treatment.

Keywords: 9%Ni Steel, Welding, HAZ, PWHT, microstructural characterization.

Sumário

| | |
|---|----|
| Lista de Figuras | x |
| Lista de Tabelas | xv |
| 1. Introdução | 1 |
| 2. Revisão Bibliográfica | 2 |
| 2.1. O aço 9%Ni | 2 |
| 2.1.1. Processo de fabricação | 5 |
| 2.1.2. Tratamentos térmicos durante a fabricação | 6 |
| 2.1.3. Tratamentos térmicos pós soldagem | 7 |
| 2.1.4. Fases Presentes no aço | 7 |
| 2.1.5. Propriedades mecânicas | 8 |
| 2.2. Caracterização microestrutural | 8 |
| 2.2.1. Microscopia ótica | 8 |
| 2.2.2. Microscopia eletrônica de varredura | 12 |
| 2.2.3. Caracterização da austenita e da cementita | 14 |
| 2.2.4. AFM - Atomic force microscopy | 16 |
| 2.3. Fundamentos da soldagem a arco elétrico | 18 |
| 2.3.1. Potência elétrica | 19 |
| 2.3.2. Energia do arco | 20 |
| 2.3.3. Aporte térmico | 20 |
| 2.3.4. Regiões de uma solda por fusão | 21 |
| 2.4. Processos de soldagem | 23 |
| 2.4.1. GTAW | 24 |
| 2.4.2. GMAW | 25 |
| 2.4.3. FCAW | 27 |
| 3. Materiais e métodos | 29 |
| 3.1. Materiais | 29 |
| 3.2. Métodos | 30 |
| 3.2.1. Soldagem dos cordões | 30 |
| 3.2.2. Extração e usinagem dos corpos de prova | 32 |
| 3.2.3. Tratamentos térmicos | 32 |

| | |
|--|-----------|
| 3.2.4. Microdureza | 33 |
| 3.2.5. Macrografias | 33 |
| 3.2.6. Micrografias | 34 |
| 3.2.7. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) | 34 |
| 4. Resultados e discussão | 36 |
| 4.1. Macrografias | 36 |
| 4.2. Microdurezas | 39 |
| 4.2.1. Amostras como soldadas | 39 |
| 4.2.2. Amostras com tratamento térmico | 40 |
| 4.3. Micrografias | 46 |
| 4.3.1. Amostras como soldadas | 46 |
| 4.3.2. Amostras com tratamento térmico | 48 |
| 4.4. Microscopia eletrônica de varredura | 54 |
| 4.5. Microscopia de Força atômica - AFM | 61 |
| 5. Conclusão | 63 |
| 6. Sugestões para trabalhos futuros | 64 |
| Referências Bibliográficas | 65 |

Lista de Figuras

| | |
|---|----|
| 1. Efeito da variação do teor de Ni na energia absorvida ao impacto, ensaio Charpy V de aços baixo carbono normalizados (Adaptado de [2]). | 2 |
| 2. Diagrama de equilíbrio binário entre Fe e Ni (Adaptado de [6]). | 3 |
| 3. Diagrama CCT para o aço 9%Ni (Adaptado de [5]). | 5 |
| 4. Processo Mannesmann (Adaptado de [9]). | 6 |
| 5. Micrografias de região de grãos grosseiros da ZTA de um aço 9%Ni (Adaptado de [13]). | 9 |
| 6. Micrografias de região intercrítica da ZTA de um aço 9%Ni (Adaptado de [13]). | 9 |
| 7. Micrografias do metal base de uma solda em um aço 9%Ni (Adaptado de [13]). | 9 |
| 8. Micrografias de região de grãos grosseiros da ZTA revenida de um aço 9%Ni (Adaptado de [17]). | 10 |
| 9. Micrografias do metal base com tratamento térmico. Figura 9a: 1h a 540°C. Figura 9b: 1h a 590°C. (Adaptado de [11]). | 11 |
| 10. Micrografias de estrutura bainítica (a) e estrutura martensítica (b)(Adaptado de [18]). | 11 |
| 11. MEV de região de grãos grosseiros da ZTA de um aço 9%Ni (Adaptado de [13]). | 12 |
| 12. MEV de região de grãos finos da ZTA de um aço 9%Ni (Adaptado de [13]). . . | 12 |
| 13. MEV do metal base de uma solda em um aço 9%Ni (Adaptado de [13]). | 13 |
| 14. MEV para diferentes condições de tratamentos térmicos.(a) revenimento a 450°C,(b) revenimento a 400°C e (c) revenimento a 350°C (Adaptado de [19]). | 13 |
| 15. MET que destaca a austenita para diferentes teores de níquel (Adaptado de [16]). | 14 |
| 16. MET comparando morfologias da austenita e da cementita(Adaptado de [16]). . | 15 |
| 17. MET comparando morfologias da austenita e da cementita(Adaptado de [11]). . | 16 |
| 18. Esquema do princípio de funcionamento do AFM (Adaptado de [21]). | 17 |
| 19. Imagens 3D do relevo de uma aço ao cromo obtidas por AFM (Adaptado de [22]). | 17 |

| | |
|--|----|
| 20. Imagens 2D de um aço duplex obtidas por AFM (Adaptado de [22]). | 18 |
| 21. Curvas características da fonte sobrepostas as curvas características do arco.(a) Corrente constante (b) Tensão constante (Adaptado de [24]). | 19 |
| 22. Subdivisões de uma solda por fusão (Adaptado de [27]). | 22 |
| 23. Desenho esquemático de uma operação de soldagem com FCAW (Adaptado de [27]). | 23 |
| 24. Desenho esquemático de uma operação manual de uma soldagem com GTAW (Adaptado de [28]). | 24 |
| 25. Desenho esquemático de uma operação de soldagem com GMAW (Adaptado de [28]). | 26 |
| 26. Desenho esquemático de uma operação de soldagem com FCAW (Adaptado de [28]). | 27 |
| 27. Tubo do aço 9%Ni A333 grau 8 com superfície esmerilhada. | 29 |
| 28. Robô utilizado nos processos GMAW e FCAW. | 30 |
| 29. Desenho esquemático do posicionamentodos perfis de microdureza. | 33 |
| 30. Posicionamento das medidas realizadas nas macrografias | 34 |
| 31. Mosaico das macrografias. O processos (a)FCAW, (b)GMAW e (c)GTAW, com os aportes decrescentes da primeira para última linha (valores aproximados 1.2, 1.0 e 0.6kJ/mm). | 36 |
| 32. Gráficos da largura do reforço em função da energia de soldagem. | 37 |
| 33. Gráficos da altura do reforço em função da energia de soldagem. | 37 |
| 34. Gráficos da penetração em função da energia de soldagem. | 37 |
| 35. Gráficos da profundidade da ZTA em função da energia de soldagem. | 38 |
| 36. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, amostras com diferentes aportes do processo FCAW. | 39 |
| 37. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, amostras com diferentes aportes do processo GMAW. | 39 |
| 38. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, amostras com diferentes aportes do processo GTAW. | 40 |

| | |
|---|----|
| 39. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 560°C por 2h do processo GMAW. | 41 |
| 40. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 560°C por 3h do processo GMAW. | 41 |
| 41. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 580°C por 2h do processo GMAW. | 41 |
| 42. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 580°C por 3h do processo GMAW. | 42 |
| 43. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 560°C por 2h do processo FCAW. | 42 |
| 44. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 560°C por 3h do processo FCAW. | 42 |
| 45. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 580°C por 2h do processo FCAW. | 43 |
| 46. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 580°C por 3h do processo FCAW. | 43 |
| 47. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 560°C por 2h do processo GTAW. | 43 |
| 48. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 560°C por 3h do processo GTAW. | 44 |
| 49. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 580°C por 2h do processo GTAW. | 44 |
| 50. Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 580°C por 3h do processo GTAW. | 44 |
| 51. Gráfico de microdureza em função da posição comparando o estado não tratado e o tratado, para o processo GMAW. | 45 |
| 52. Gráfico de microdureza em função da posição comparando o estado não tratado e o tratado, para o processo FCAW. | 46 |
| 53. Gráfico de microdureza em função da posição comparando o estado não tratado e o tratado, para o processo GTAW. | 46 |

| | |
|--|----|
| 54. Micrografias sequenciais da ZTA de uma solda produzida por GTAW, com 500x de aumento e atacado com nital 2%. | 47 |
| 55. Micrografias da região de grãos grosseiros da condição como soldado com 500x de aumento. | 49 |
| 56. Micrografias da região de grãos grosseiros da condição tratado à 560°C por 2h com 500x de aumento. | 49 |
| 57. Micrografias da região de grãos grosseiros da condição tratado à 580°C por 3h com 500x de aumento. | 50 |
| 58. Micrografias da região de grãos finos da condição como soldado com 500x de aumento. | 50 |
| 59. Micrografias da região de grãos finos da condição tratado à 560°C por 2h com 500x de aumento. | 51 |
| 60. Micrografias da região de grãos finos da condição tratado à 580°C por 3h com 500x de aumento. | 51 |
| 61. Micrografias da região de metal base da condição como soldado com 500x de aumento. | 52 |
| 62. Micrografias da região de metal base da condição tratado à 560°C por 2h com 500x de aumento. | 52 |
| 63. Micrografias da região de metal base da condição tratado à 580°C por 3h com 500x de aumento. | 53 |
| 64. Resumo das microscopias óticas, regiões da solda para diferentes condições. . . | 54 |
| 65. Micrografias da região de grãos grosseiros da condição como soldado com 1000x de aumento. | 55 |
| 66. Micrografias da região de grãos grosseiros da condição tratado à 560°C por 2h com 1000x de aumento. | 55 |
| 67. Micrografias da região de grãos grosseiros da condição tratado à 580°C por 3h com 1000x de aumento. | 56 |
| 68. Micrografias da região de grãos finos da condição como soldado com 3000x de aumento. | 56 |

| | |
|---|----|
| 69. Micrografias da região de grãos finos da condição tratado à 560°C por 2h com 2000x de aumento. | 57 |
| 70. Micrografias da região de grãos finos da condição tratado à 580°C por 3h com 2000x de aumento. | 57 |
| 71. Micrografias da região de metal base da condição como soldado com 2000x de aumento. | 58 |
| 72. Micrografias da região de metal base da condição tratado à 560°C por 2h com 2000x de aumento. | 58 |
| 73. Micrografias da região de metal base da condição tratado à 580°C por 3h com 2000x de aumento. | 59 |
| 74. Micrografias com diferentes aumentos para região bainítica. | 60 |
| 75. Micrografia de grão de ferrita da região do metal de base cortado pelo perfil observado. | 60 |
| 76. Perfil de teores dos elementos Fe, Ni e C, obtido por EDS | 61 |
| 77. Micrografia 3D sobrepondo as informações de relevo com contraste entre as regiões magnéticas e não magnéticas | 62 |

Lista de Tabelas

| | |
|---|----|
| 1. Tabela com a composição do aço A333 grau 8.[3] | 3 |
| 2. Valores para temperaturas A1 e A3 para diferentes composições químicas. (Adaptado de [7]) | 4 |
| 3. Fatores de eficiência de processos de soldagem relativos a eficiência do processo SAW (Submerged Arc Welding). (Adaptado de [26]) | 21 |
| 4. Composição química registrada no certificado do tubo. | 29 |
| 5. Propriedades mecânicas registradas no certificado do tubo. | 29 |
| 6. Consumíveis de soldagem. | 31 |
| 7. Parâmetros de soldagem do processo FCAW. | 31 |
| 8. Parâmetros de soldagem do processo GMAW. | 31 |
| 9. Parâmetros de soldagem do processo GTAW. | 31 |
| 10. Comparação entre as medidas da extensão da zona de grãos grosseiros e da ZTA, para cada aporte e processo | 48 |

1. Introdução

Usualmente o aço 9%Ni é aplicado em situações em que são exigidas ótimas propriedades mecânicas em temperaturas criogênicas, em torno de -196°C . Um exemplo de aplicação criogênica é o transporte e armazenamento de GNL (Gás Natural Liquefeito), que durante o seu manuseio sofre diversas mudanças de pressão, e pelo efeito Joule-Thomson, fenômeno através do qual a temperatura de um fluido cai abruptamente em função de uma expansão adiabática[1], pode levar facilmente a temperatura dos tanques a níveis criogênicos.

Estudos estão sendo realizados nos últimos anos a respeito do comportamento desse material em meios corrosivos (com baixos teores de H_2S), como na aplicação na indústria de óleo e gás. Nesse campo, uma de suas utilizações é a reinjeção de gás carbônico, situação na qual o material é exposto a um meio no qual além do próprio CO_2 , também existe a presença de H_2S , desenvolvendo um ramo de estudo, que é a fragilização ao hidrogênio.

O aço 9%Ni possui tratamento térmico normatizado para sua fabricação. Eles podem ser produzidos pela rota de dupla normalização e revenimento ou por têmpera e revenimento. Como este aço apresenta alta temperabilidade, se torna necessário uma etapa de revenimento para controle da microestrutura martensítica, objetivando melhorar a tenacidade e o aumento da resistência a fragilização por hidrogênio pela diminuição da dureza e alívio de tensão.

Ao realizar o processo de soldagem, a ZTA (Zona Térmicamente Afetada) experimenta ciclos térmicos com variações de temperaturas de pico ao longo da ZTA, gerando diferentes níveis de tensão ao longo da junta. Para mitigar os efeitos dessa heterogeneidade e para também estabilizar fases de interesse, torna-se necessário o controle dessa microestrutura através dos tratamentos térmicos pós soldagem.

O objetivo principal desse trabalho é estudar o efeito de diferentes tratamentos térmicos, respeitando as faixas de temperaturas normatizadas, na ZTA do aço 9%Ni, e avaliar a evolução da microestrutura mediante estes ciclos térmicos e a sua resposta traduzida nas propriedades mecânicas, através a dureza.

O estudo será baseado na análise da ZTA de um cordão sobre chapa, soldado em posição plana, com 3 diferentes aportes, entre 0,6 à 1,2 kJ/mm e 3 diferentes processos de soldagem GMAW (*Gas Metal Arc Welding*), FCAW (*Flux Cored Arc Welding*) e GTAW (*Gas Tungsten Arc Welding*) e os efeitos dos tratamentos térmicos nessa microestrutura.

2. Revisão Bibliográfica

2.1. O aço 9%Ni

No início da década de 40, dentre os projetos dos laboratórios de pesquisa da INCO (*The International Nickel Company Inc.*), estava o desenvolvimento de um aço baixo carbono e com alto teor de níquel (9%), teor este que originou seu nome comercial. Desde então, este aço foi amplamente aplicado na construção de vasos de pressão para armazenamento de gases liquefeitos, operando em condições criogênicas. [1]

A escolha deste aço para aplicações criogênicas foi baseada em uma série de estudos que convergiram para o gráfico da figura 1. Percebe-se neste gráfico a influência do Ni na resistência ao impacto do aço, e quanto maior seu teor, mais suave é transição dúctil-frágil, até o seu completo desaparecimento para o aço com 13% de Ni.

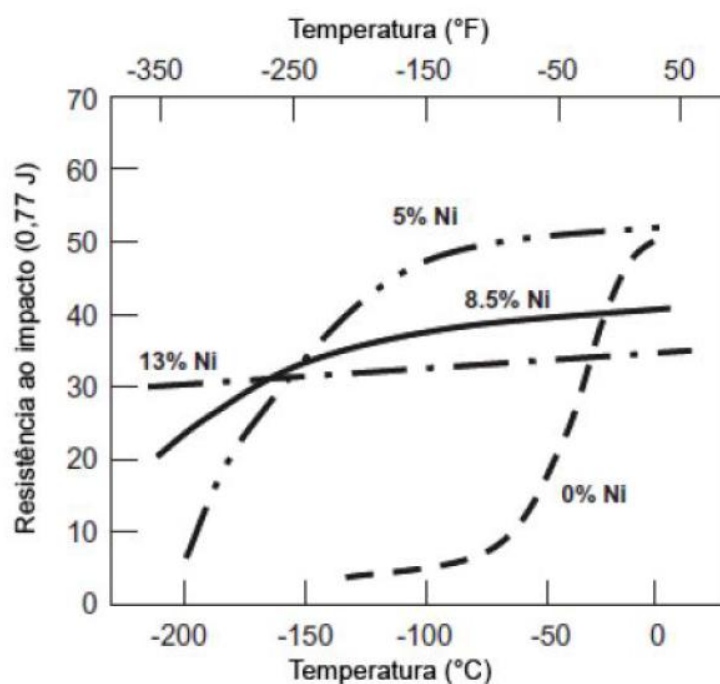


Figura 1: Efeito da variação do teor de Ni na energia absorvida ao impacto, ensaio Charpy V de aços baixo carbono normalizados (Adaptado de [2]).

Atualmente, os tubos fabricados neste este aço seguem a norma ASTM A333 que abrange tubos laminados e soldados , para aplicações em baixas temperaturas. Neste trabalho, foi utilizado o grau 8, com teores de níquel entre 8,4 e 9,6%. A composição completa pode ser observada na tabela 1.

Tabela 1: Tabela com a composição do aço A333 grau 8.[3]

| Elementos | Carbono | Manganês | Fósforo | Enxofre | Silício | Níquel |
|------------|----------|----------|-----------|-----------|-------------|-----------|
| % em massa | 0.13 máx | 0.9 máx | 0.025 máx | 0.025 máx | 0.13 - 0.32 | 8.4 - 9.6 |

Analisando sua composição química, podemos perceber, que os elementos de liga possuem baixos teores, exceto pelo Ni, destacando o manganês com o segundo maior teor. Quanto ao teor de carbono, ele é classificado como hipoeutetóide, contendo no máximo 0.13% em peso de carbono. Este aço apresenta matriz ferrítica, e devido ao fato de ser baixo carbono, seu diagrama de equilíbrio pode ser aproximado do diagrama Fe-Ni, figura 2.

Um dos efeitos do alto teor de níquel, que é um elemento gamagênio, é a estabilização austenita, fase esta que apresenta maior tenacidade que a ferrita [4]. O aumento gradativo do teor de Ni, favorece a estabilização da austenita, e assim a transição dúctil-frágil se torna mais sutil.

Além disso, o Ni promove endurecimento por solução sólida na matriz ferrítica, e não é formador de nitretos nem de carbetos, o que favorece a resistência ao entalhe em baixas temperaturas [5].

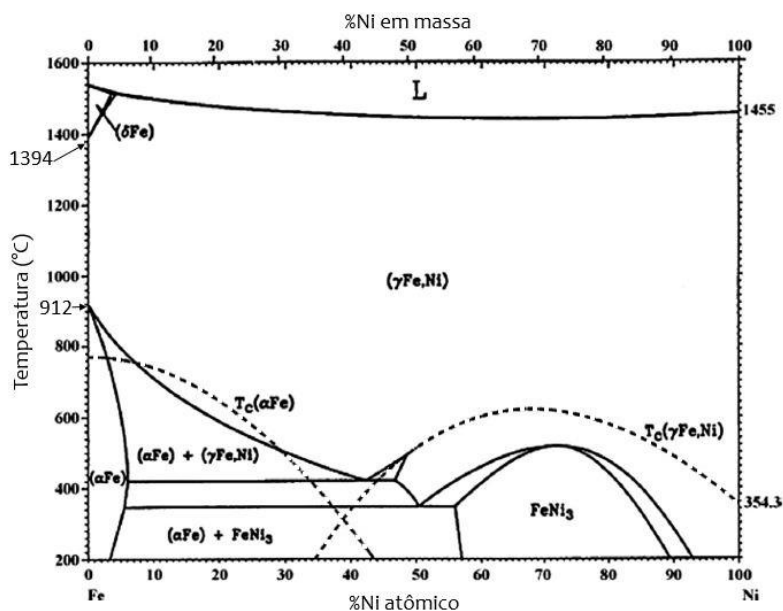


Figura 2: Diagrama de equilíbrio binário entre Fe e Ni (Adaptado de [6]).

Sobre este diagrama, deve-se ressaltar que os valores de A1 e A3 apresentam grande variação, para pequenas variações dos teores dos elementos de liga, que a norma permite. Rodrigues [7] reuniu diferentes valores de A1 e A3 em seu trabalho como pode

ser observado na tabela 2, que mostra uma variação de 540 e 640°C para A1 e 643 e 725°C para a A3.

Tabela 2: Valores para temperaturas A1 e A3 para diferentes composições químicas. (Adaptado de [7])

| Composição | A1 (°C) | A3(°C) | Autor |
|----------------------|----------------|---------------|---------------------------------------|
| 0,1C-9,11Ni | 560.0 | 709.0 | (NIMS Materials Database, 2014) |
| 0,1C-8,6Ni-0,75Mn | 552.0 | 643.0 | (Brophy;Miller, 1948) |
| 0,001C-8,95Ni-0,85Mn | 590.0 | 725.0 | (Ôoka;Sugino, 1960) |
| 0,1C-8,95Ni-0,85Mn | 540.0 | 720.0 | (Ôoka;Sugino, 1960) |
| 0,066C-9,28Ni-0,65Mn | 664.0 | 694.0 | (Jang; Ju et al.,2003) |
| 0,09C-9,02Ni-0,68Mn | 602.0 | 705.0 | IIW-844-87 apud (Ahsan et al., 2014) |
| 0,043C-9,35Ni-0,64Mn | 577.0 | 703.0 | (X. Q. Zhao et al.,2007) |
| 0,036C-9,02Ni-0,07Mn | 640.0 | 725.0 | (Y. H. Yang et al.,2014) |

Existem duas rotas de tratamentos térmicos no final da produção deste aço, ambas consistem em gerar uma microestrutura de matriz martensítica, e depois realizar um revenimento para adequar os teores das fases desejáveis, como a ferrita e a austenita.

O tratamento térmico de revenimento deve ser realizado em temperaturas acima de A1 de forma a promover o surgimento da austenita e reverter as propriedades mecânicas perdidas durante a têmpera. Esta austenita gerada, é chamada de austenita revertida, possui um alto teor de Ni e C em solução sólida, fazendo esta austenita estável até -195°C.

A austenita revertida finamente dispersa, confere a este aço uma microestrutura que pode ser comparada a de um aço duplex, obtendo então melhores propriedades mecânicas e uma maior tenacidade em baixas temperaturas, devido a estabilidade da austenita [8]. Para avaliar os tratamentos térmicos utiliza-se o diagrama CCT (*Continuous Cooling Transformation* - Transformações por resfriamento contínuo) apresentado na figura 3.

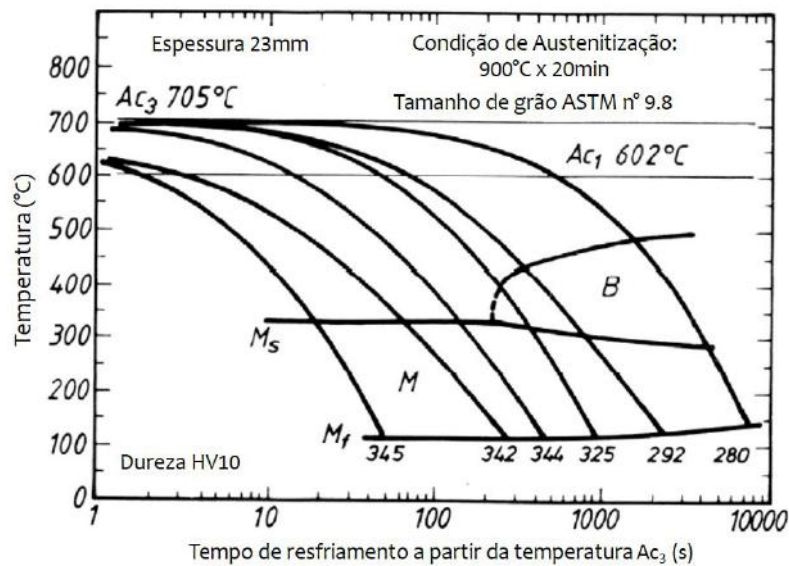


Figura 3: Diagrama CCT para o aço 9%Ni (Adaptado de [5]).

Observa-se neste gráfico a alta temperabilidade deste aço, que a partir da condição de austenitização à 900°C por 20 min, é possível gerar 100% martensita com baixas taxas de resfriamento, em torno de 1,2 °C/s. Além disso, pode ser feita a leitura dos valores da A_{c1} e da A_{c3} , para composição química do exemplo, e as temperaturas de início e de fim da transformação martensítica, ambas acima da temperatura ambiente.

2.1.1. Processo de fabricação

O processo aplicado na fabricação dos tubos empregados neste projeto, foi o processo de laminação *Mannesmann* (Figura 4). Neste processo, a barra cilíndrica ao sair do primeiro forno de reaquecimento após o lingotamento contínuo segue para o laminador perfurador.

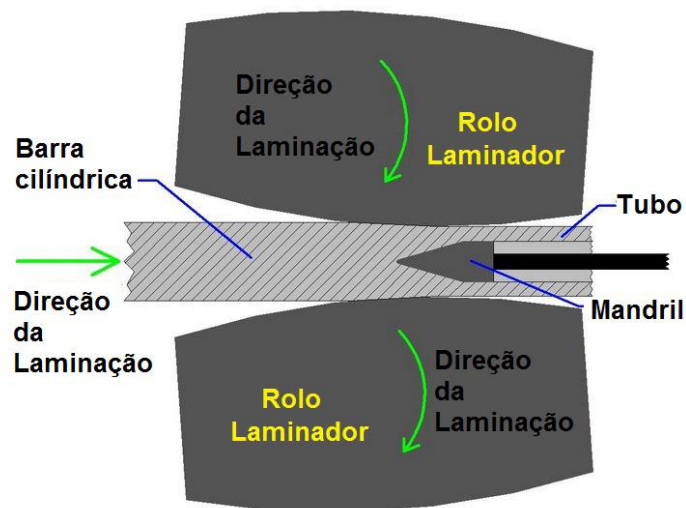


Figura 4: Processo Mannesmann (Adaptado de [9]).

No laminador perfurador, a barra é posta entre rolos que possuem certo ângulo com a mesma, e ao rotacionar, aplicam uma tensão na barra e empurram-na para frente. Em movimento oposto, um mandril cônico avança contra a barra, que com o impacto gera uma trinca na superfície da barra. A medida que o movimento somado à ação da força centrífuga, a trinca se propaga e por consequência, forma o furo.

A barra passa então a se chamar lupa, que segue por diversas etapas de laminação, para ajustar suas dimensões (diâmetro externo, espessura de parede, correção de ovalização e comprimento).

Por fim, os tratamentos térmicos descritos anteriormente devem ser aplicados para adequação final das propriedades físicas [10].

2.1.2. Tratamentos térmicos durante a fabricação

Os tratamentos térmicos de revenimento durante a produção deste aço estão normatizados pela ASTM e dispostos em diferentes normas, segundo a forma do produto final. Para tubos, utiliza-se a A333, que descreve as duas rotas para a produção deste aço.

A primeira rota é a dupla normalização seguida de revenimento, em inglês *Double normalizing and tempering* (NNT). A primeira das normalizações é feita a $900 \pm 15^\circ\text{C}$ e com duração de 2,4 min por mm de espessura da parede do tubo, e em seguida, resfriamento ao ar. A segunda normalização ocorre a $790 \pm 15^\circ\text{C}$, com a mesma duração e resfriamento da primeira. Em seguida realiza-se o revenimento, com temperatura entre 565 e 605°C , por 2 min por mm de espessura.

Ao final das normalizações, a microestrutura é predominantemente martensítica,

e com bainita de dureza média de 400 HV. Durante o revenimento, fases em regime metaestável irão se reverter em austenita, além da ferrita rica em níquel [5].

A segunda rota (QT- *Quenching and tempering*), é a têmpera seguida de revenimento, no qual o material é austenitizado entre 800 e 925°C e temperada em água. O revenimento ocorre tal qual o da primeira rota.

A microestrutura final é semelhante àquela obtida pela primeira rota. Após a têmpera forma-se uma estrutura martensítica, com presença de bainita, e após o revenimento, também surge a austenita revertida e a ferrita obtida da decomposição da martensita.[5]

2.1.3. Tratamentos térmicos pós soldagem

Os objetivos de se realizar estes tratamentos térmicos são o revenimento para o aumento da tenacidade e também a diminuição da dureza, ambos propiciam melhoras em propriedades como a resistência à fratura (Passoja *et al.*[11]) e a resistência à fragilização por hidrogênio (Fraser *et al.* [12]).

Este aço, por ser considerado de boa soldabilidade, geralmente, não são necessários pré-aquecimento ou tratamentos térmicos pós-soldagem [13]. Algumas normas, como a ASME B 31.3, especificam tratamentos térmicos em função da espessura da peça a ser soldada. Essa norma diz que para espessuras menores que 51 mm não se recomenda tratamento térmico, mas para valores superiores, deve ser feito tratamento entre 552 e 585 °C, durante 2,4 min/mm, ou seja aproximadamente 2 horas.[14] A ASTM A333 também indica tratamento térmico para alívio de tensão para o aço 9%Ni grau 8, com tratamentos entre 550 e 585°C por no mínimo 2h para espessura de até 25,4 mm, e adiciona-se no mínimo 1 hora a cada aumento de 25,4 mm na espessura.[3]. Ambos requerem uma taxa de resfriamento acima de 165°C/h, ao ar ou água.

2.1.4. Fases Presentes no aço

As fases presentes neste aço serão detalhadas nesta seção, para melhor avaliação de suas propriedades a posteriori.

A ferrita possui estrutura de ferro alfa, cúbica de corpo centrado, e contém carbono em solução sólida com máxima solubilidade em 0,022%. Possui dureza e resistência mecânica relativamente baixas, porém elevado alongamento. É uma fase magnética [4].

A austenita possui estrutura de ferro gama, cúbica de face centrada, e contém

carbono em solução sólida, em maior quantidade que a ferrita, com solubilidade máxima em 2.11%. Possui boa resistência mecânica e ótima tenacidade, além de ser não magnética [4].

A cementita, é o carbeto de ferro, Fe_3C , contendo 6,67% de carbono. Possui alta dureza e baixa ductilidade, com estrutura cristalina ortorrômbica [4].

A martensita é uma fase metaestável, e para os aços possui estrutura tetragonal de corpo centrado, obtida através de um resfriamento rápido a partir do estado solubilizado (campo monofásico austenítico). Possui elevada dureza e baixa tenacidade [15].

A bainita também é uma fase metaestável, porém é gerada para velocidades de resfriamento menores que a as da martensita. É uma mistura de ferrita e cementita, organizadas em cristais aciculares de ferrita com partículas discretas de cementita. Possui menor dureza que da martensita, porém maior tenacidade [15].

2.1.5. Propriedades mecânicas

Alguns valores para propriedades mecânicas devem ser ressaltados, como o limite de escoamento, com um mínimo de 515 MPa, e o limite de resistência, com um mínimo de 690 MPa.

Sobre a tenacidade, é apresentado o valor mínimo de 27 J para energia absorvida pelo impacto em ensaio Charpy V-Notch à -195°C, com CP transversal e 34 J para CP longitudinal.[3]

Ainda sobre a tenacidade, sua relação com a presença dos teores de austenita revertida, é mais do que clara, e exemplificada em diversos trabalhos [5, 8, 16] Quanto a resistência a corrosão, este aço não é classificado como baixa liga, mas também seus teores não o conferem a classificação de CRA(*Corrosion Resistant Alloy* - ligas resistente à corrosão) [13].

2.2. Caracterização microestrutural

2.2.1. Microscopia ótica

No que diz respeito a microestrutura no aço 9Ni, alguns artigos convergiram para práticas semelhantes que contribuíram para sua replicação neste projeto. As principais referências foram Zeeman, Strife e Passoja, e Partin [11, 13, 17]. Nos estudos desenvolvidos por Zeeman, estudou-se as condições como soldado e com tratamento térmico pós-soldagem, de 4h a 540°C em um tubo de 31,7mm de espessura. Para revelar

a microestrutura (figuras 5, 6 e 7), foi utilizado o ataque químico nital 2%.

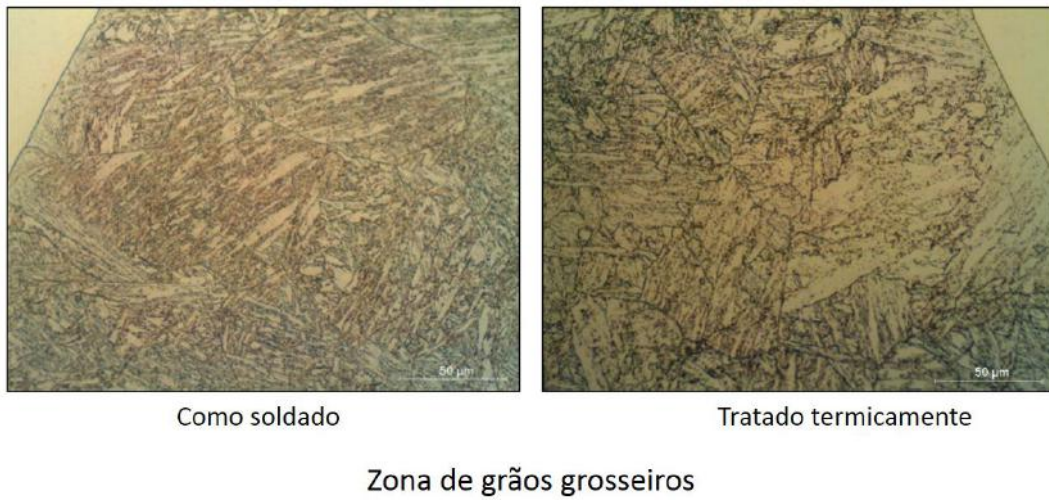


Figura 5: Micrografias de região de grãos grosseiros da ZTA de um aço 9%Ni (Adaptado de [13]).

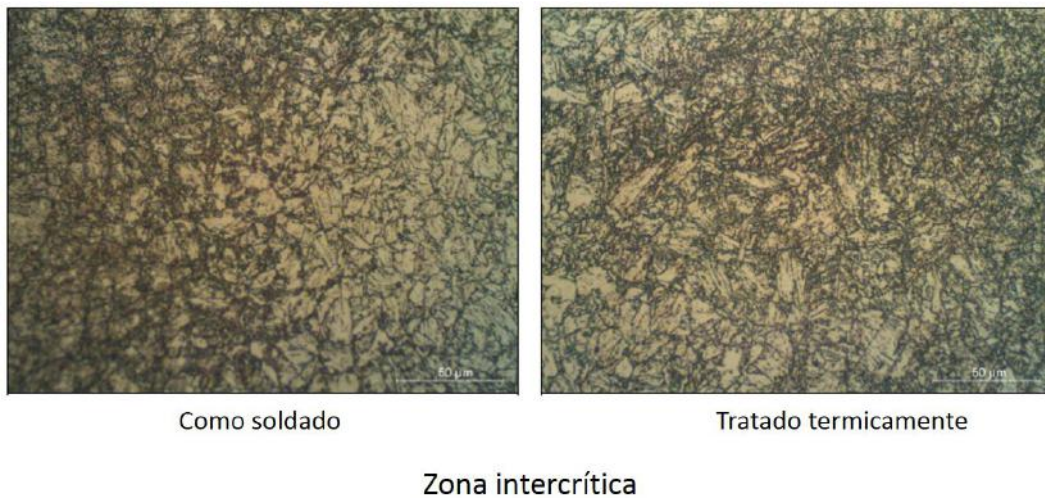


Figura 6: Micrografias de região intercrítica da ZTA de um aço 9%Ni (Adaptado de [13]).

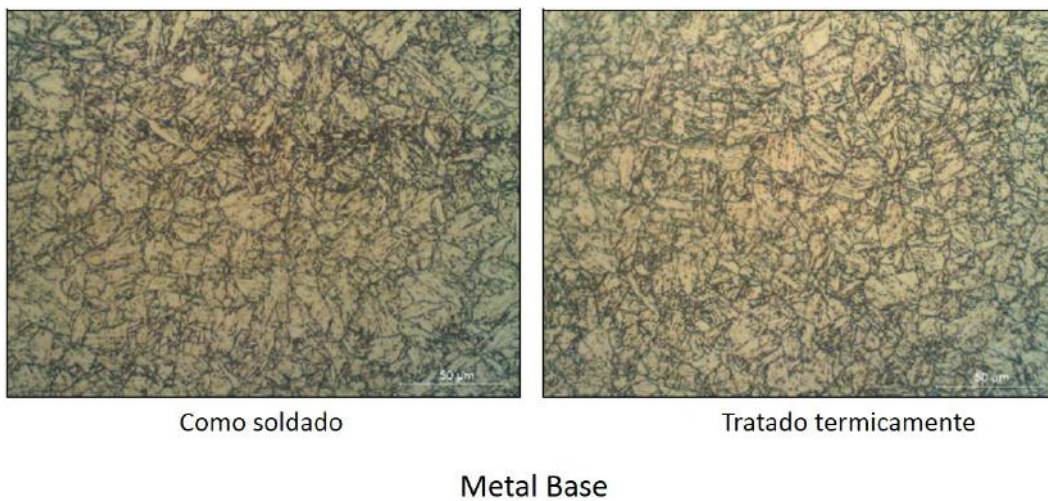


Figura 7: Micrografias do metal base de uma solda em um aço 9%Ni (Adaptado de [13]).

A microestrutura mostrada da zona de grãos grosseiros na condição como soldada é predominantemente martensítica, e na condição tratada, a microestrutura é ferrítica. Já na zona intercrítica, a microestrutura fica difícil de ser prevista, dependendo da estabilidade química local as frações volumétricas das fases presentes oscila consideravelmente tanto antes como após o tratamento térmico. No metal base não ocorrem grandes mudanças metalográficas [13].

Nos estudos do aço A553, também 9%Ni temperado e revenido (tratamentos térmicos de fabricação), Partin utilizou ataque químico 2% nital, e obteve resultados observados na figura 8, que mostra a microestrutura que deveria ser bifásico com ferrita e austenita, porém, não foi possível fazer a identificação desta última.[17]

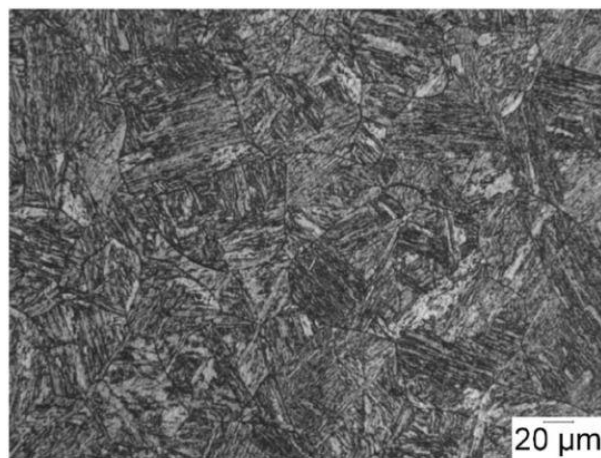


Figura 8: Micrografias de região de grãos grosseiros da ZTA revenida de um aço 9%Ni (Adaptado de [17]).

Por fim, Strife e Passoja [11] realizaram estudos em um aço 9%Ni de composição próxima a composição do grau 8. Utilizando o ataque químico nital 2%, as micrografias mostradas na figura 9, nas quais são apresentados indicativos de presença de carbeto e de austenita entre os contornos de grão na região do metal base.

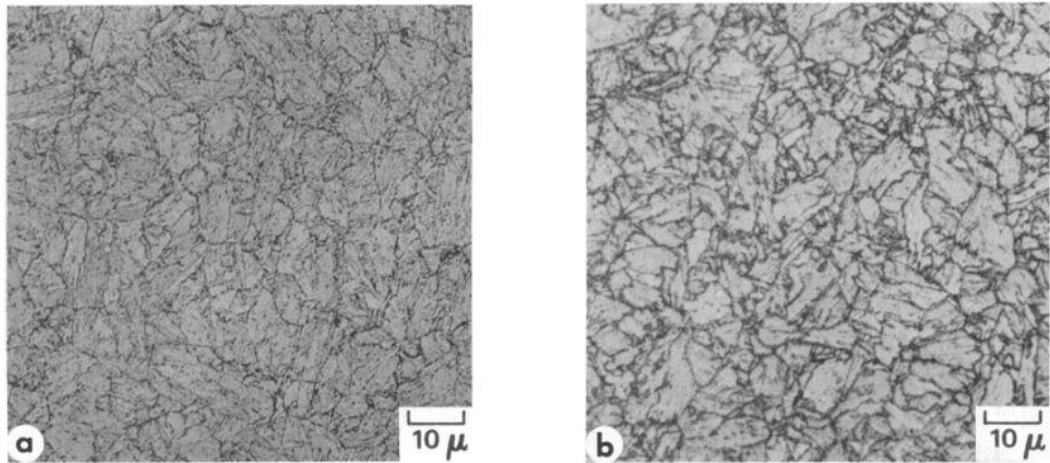


Figura 9: Micrografias do metal base com tratamento térmico. Figura 9a: 1h a 540°C. Figura 9b: 1h a 590°C. (Adaptado de [11]).

Além das microestruturas apresentadas, existe a possibilidade de existir a fase bainita neste aço, e como referência, foi adotado o trabalho de Kawata [18], do qual pode-se observar a estrutura bainítica gerada a partir de um tratamento isotérmico a 350°C na figura 10a, e figura 10b uma martensita obtida por uma têmpera a partir de 1150°C.

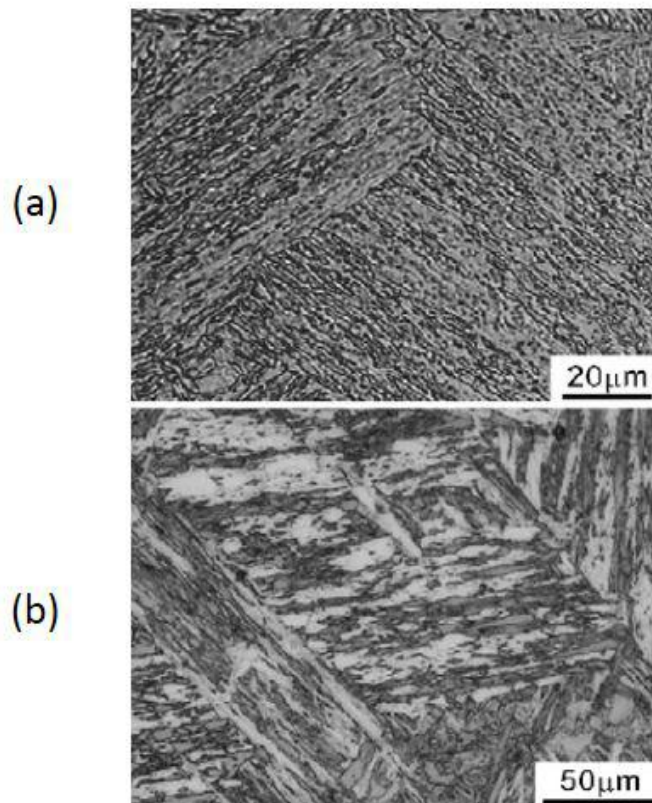


Figura 10: Micrografias de estrutura bainítica (a) e estrutura martensítica (b)(Adaptado de [18]).

2.2.2. Microscopia eletrônica de varredura

Assim como para a técnica anterior, alguns artigos convergiram para resultados semelhantes sobre as análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Zeeman [13] também realizou MEV no seu trabalho, como é apresentado nas figuras 11, 12 e 13.

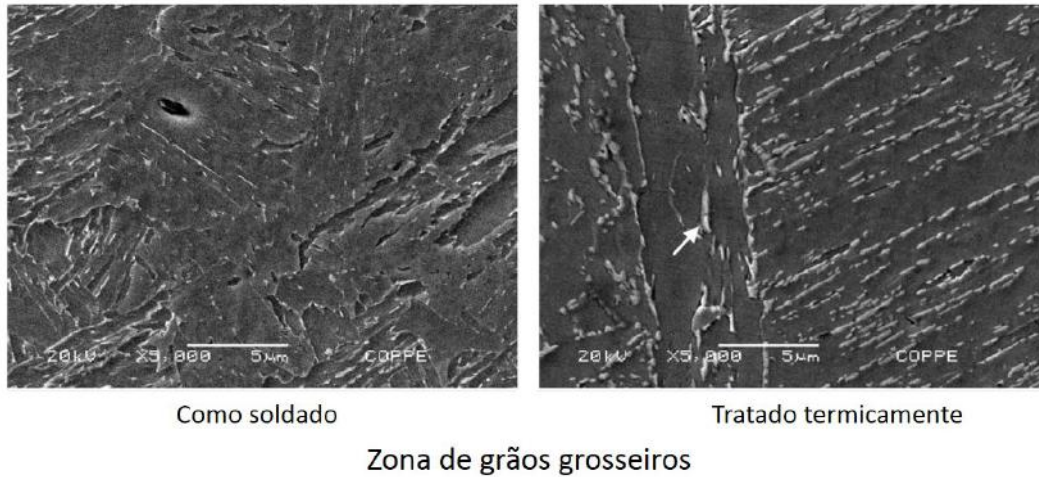


Figura 11: MEV de região de grãos grosseiros da ZTA de um aço 9%Ni (Adaptado de [13]).

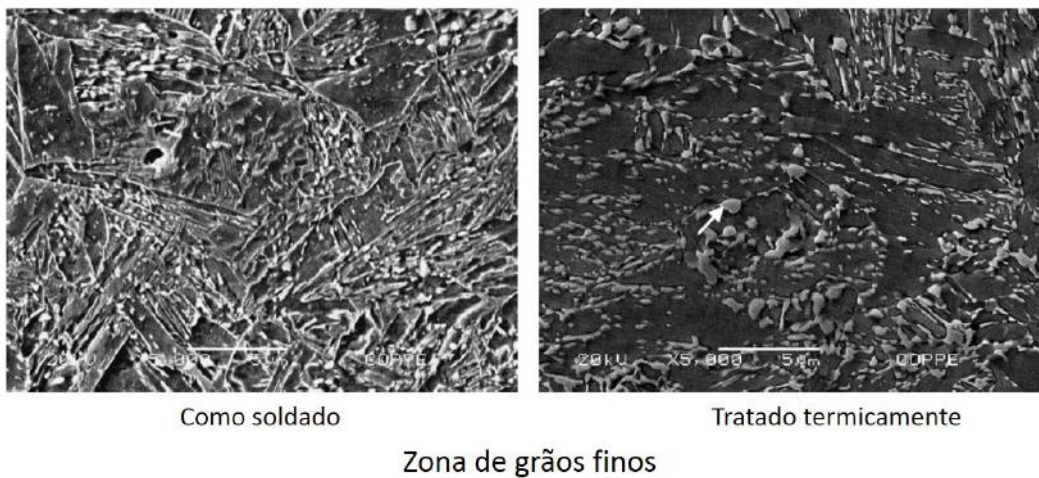


Figura 12: MEV de região de grãos finos da ZTA de um aço 9%Ni (Adaptado de [13]).

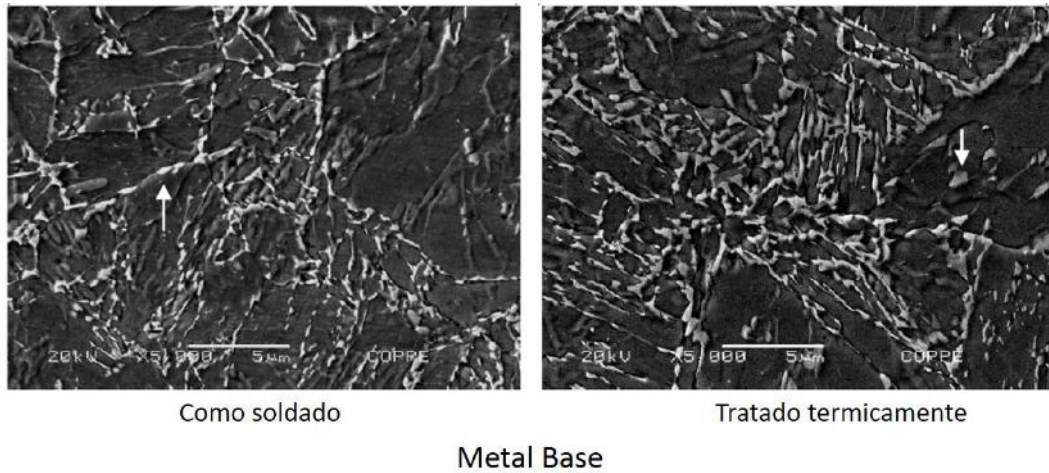


Figura 13: MEV do metal base de uma solda em um aço 9%Ni (Adaptado de [13]).

Nessas imagens as setas brancas indicam a localização das microfases. Após o tratamento térmico pós soldagem a fração volumétrica destas fases aumentou. Não se discrimina quais são estas fases, porém se supõe que o aumento destas fases pode afetar resistência ao trincamento por corrosão em meio contendo H_2S [13].

Nos estudos de Furuhrara [19] sobre a bainita superior no aço 9%Ni, foram realizados tratamentos térmicos isotérmicos nas temperaturas de 450, 400 e 350°C com um aço com 0,15%C, mostradas nas imagens *a*, *b* e *c* da figura 14.

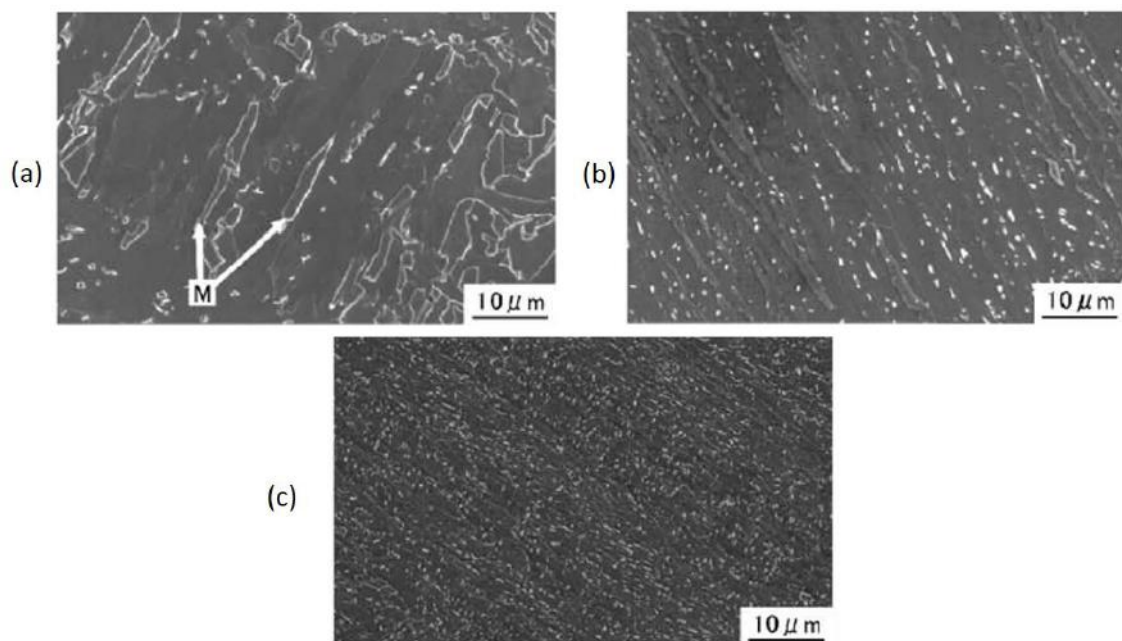


Figura 14: MEV para diferentes condições de tratamentos térmicos.(a) revenimento a 450°C,(b) revenimento a 400°C e (c) revenimento a 350°C (Adaptado de [19]).

Na imagem 14 *a*, pode-se observar ripas de martensita, como indicado pelas setas. Já nas imagens 14 *b* e 14 *c* observa-se a estrutura bainítica superior.

2.2.3. Caracterização da austenita e da cementita

Como dito anteriormente, a austenita se forma durante o revenimento, através da reversão de produtos metaestáveis, formando essa austenita com alto teor de níquel, portanto estável [5]. Esta fase se apresenta finamente dispersa, e segregada nos contornos de grão, como pode ser visto nas análises de MET (Microscópio eletrônico de transmissão) figura 15 do trabalho de Khodir *et al.* [16].

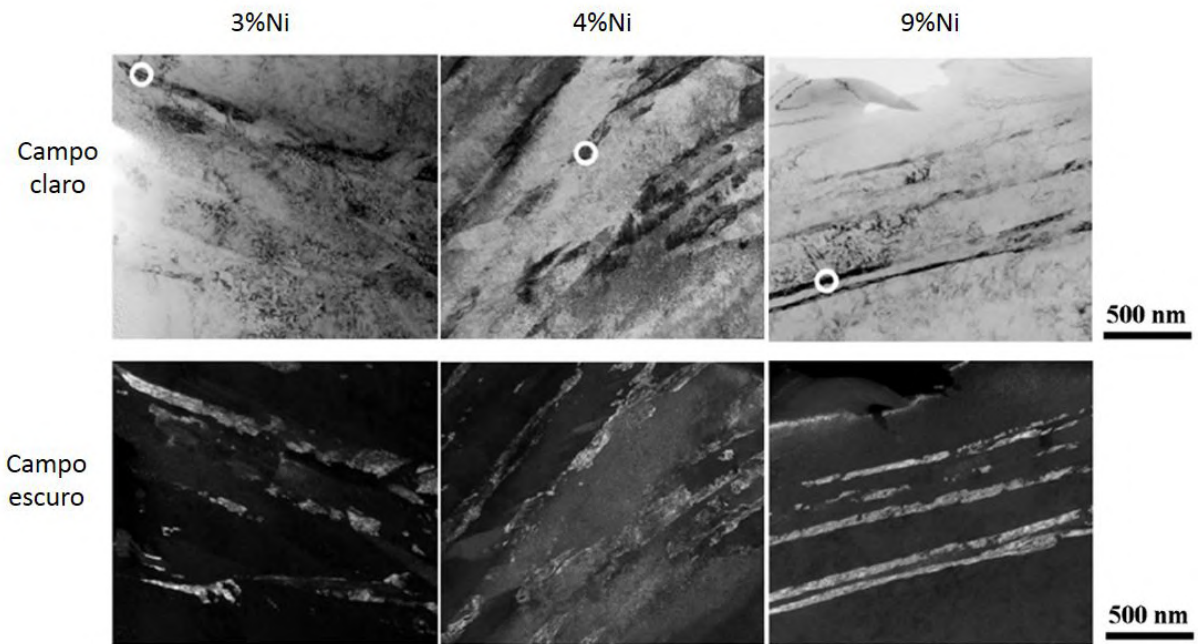


Figura 15: MET que destaca a austenita para diferentes teores de níquel (Adaptado de [16]).

Como pode ser observado, para diferentes teores de níquel, a austenita apresenta morfologia similarmente alongada, devido a sua localização nos contornos de grão da ferrita [16]. No mesmo estudo, são comparadas regiões com austenita e com cementita na figura 16, embora sejam para o teor de 4% de Ni, a análise ainda é válida visto que a morfologia da austenita é relativamente próxima.

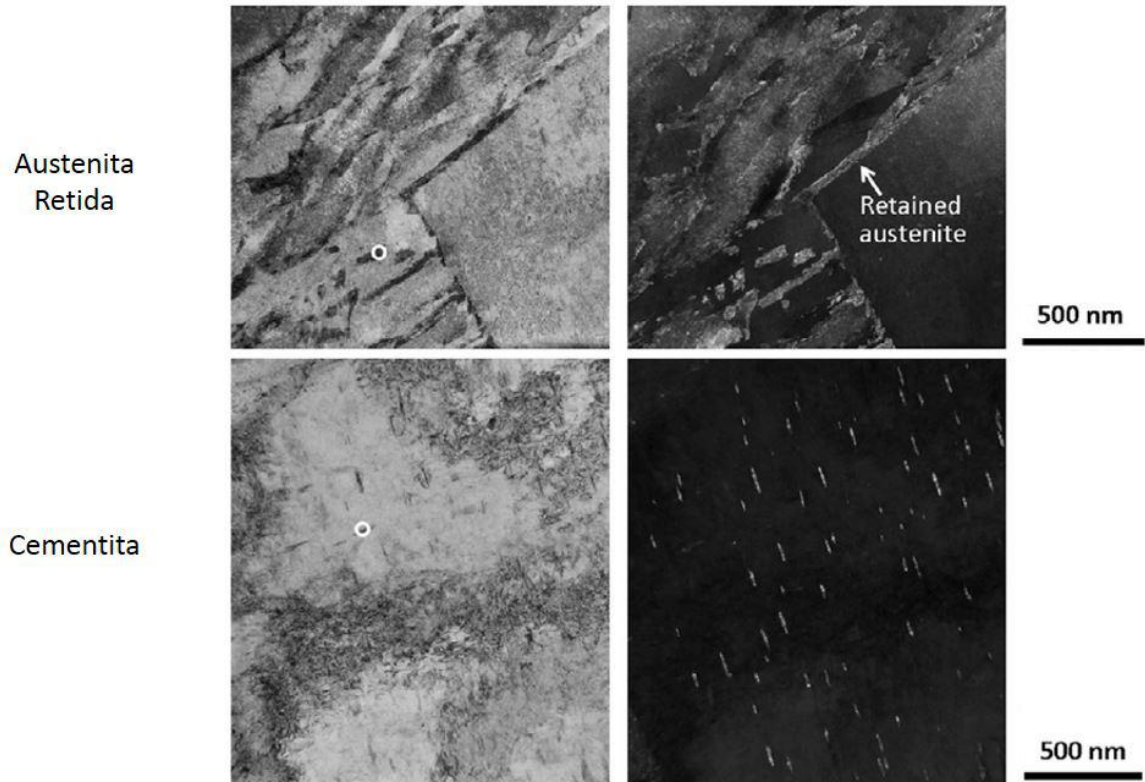
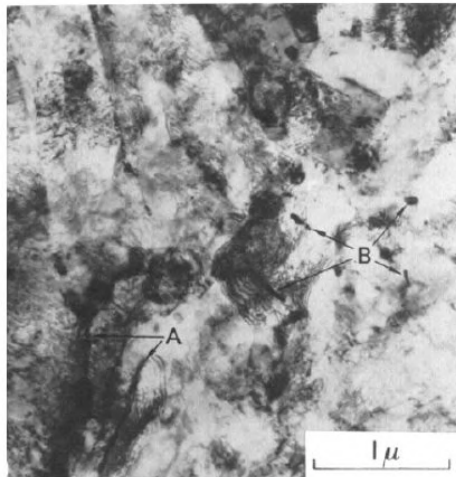


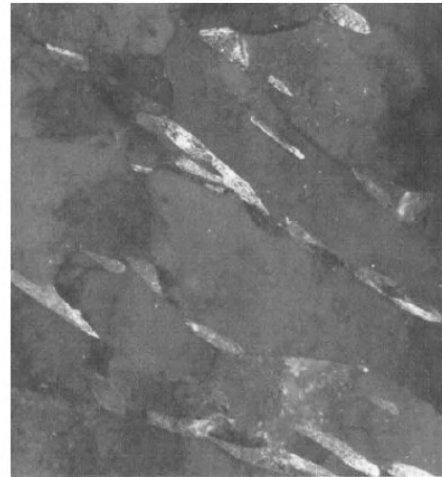
Figura 16: MET comparando morfologias da austenita e da cementita(Adaptado de [16]).

Reafirma-se a morfologia alongada da austenita em contraposição com a morfologia acicular e curta da cementita, bem como suas ordens de grandeza são diferentes, a austenita se apresenta com dimensões maiores do que a as da cementita.

Passoja *et al.* [11] em seu trabalho, também realizaram a caracterização da austenita e da cementita através de análises de MET, como mostrado nas micrografias da figura 17.



9%Ni Campo Claro



5%Ni Campo Escuro

Figura 17: MET comparando morfologias da austenita e da cementita(Adaptado de [11]).

A micrografia de campo claro mostra um aço 9%Ni, e destaca a cementita presente, na forma de filmes apontados em *A* e na forma globular apontados em *B*. A micrografia de campo escuro mostra a austenita no aço 5%Ni, semelhante as encontradas por Khodir *et al.* [16], alongadas e nos contornos da ferrita, porém mais espessas.

2.2.4. AFM - Atomic force microscopy

Para detecção da austenita neste aço, foi visto que são necessárias ultra altas resoluções, como as do MET. Resoluções da mesma ordem de grandeza também são possíveis através da utilização do microscópio de força atômica (AFM - *Atomic Force Microscope*, também chamado de STM - *Scanning Tunneling Microscope*).[20]

O princípio de funcionamento deste aparelho consiste em uma haste com dimensões da ordem de grandeza de centenas de microns, e em sua extremidade uma ponta com dimensões da ordem de grandeza de alguns raios atômicos, que ao ser aproximada da amostra interage com as forças de curto alcance dos átomos da amostra, movendo a haste, e através de um feixe de laser e um fotodetector pode-se medir as oscilações da haste que são convertidas em imagem, como representado na figura 18

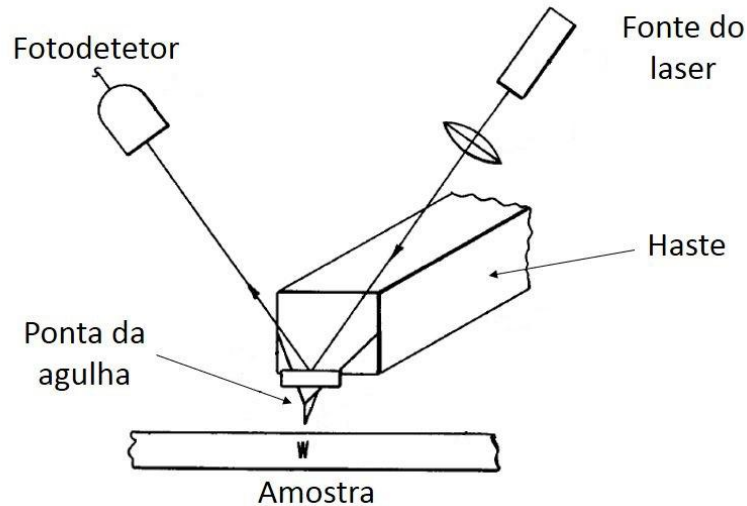


Figura 18: Esquema do princípio de funcionamento do AFM (Adaptado de [21]).

Através dessa técnica é possível obter imagens com resolução horizontal igual ou superior as de um microscópio ótico, MEV ou MET, e a sua resolução vertical é muito superior a de um MET, ou seja, possui alta capacidade de descrever a morfologia e o relevo da microestrutura. Alguns exemplos de imagens obtidas com essa técnica podem ser vistas na figura 19.

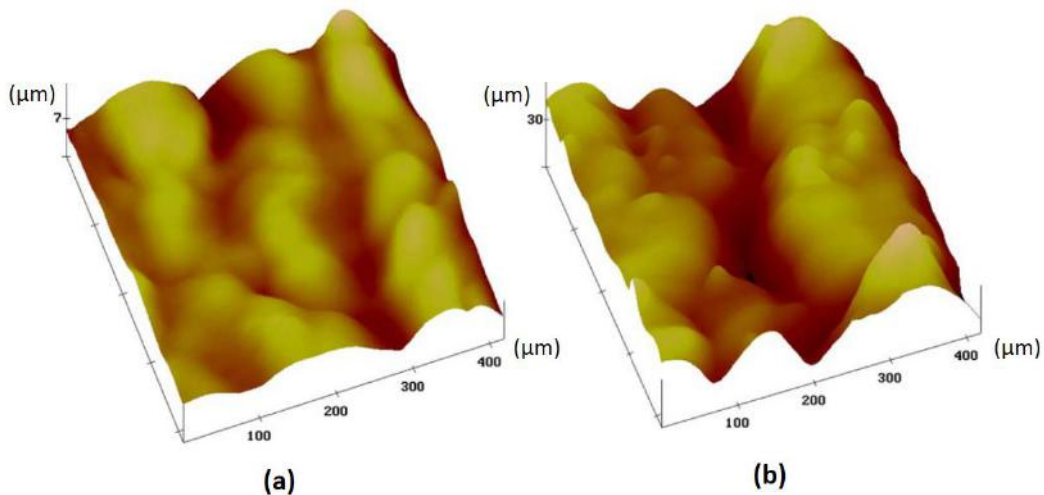


Figura 19: Imagens 3D do relevo de uma aço ao cromo obtidas por AFM (Adaptado de [22]).

As imagens anteriores são de um aço ao cromo, a figura 19a é antes do ataque químico com nital, e a figura 19b é após o ataque. Pode-se perceber a diferença entre as alturas, devido a corrosão preferencial próximo as regiões de contornos de grãos.

Além dessa aplicação, é possível medir as forças magnéticas através de um recobrimento da haste com um material magnético. Então, medindo as forças de longo alcance pode-se detectar fases magnéticas e não magnéticas, então a técnica passa a se

chamar MFM - *Magnetic Force Microscope*. Com esta técnica pode ser possível detectar a presença da austenita. Um exemplo desta aplicação pode ser observado na figura 20.

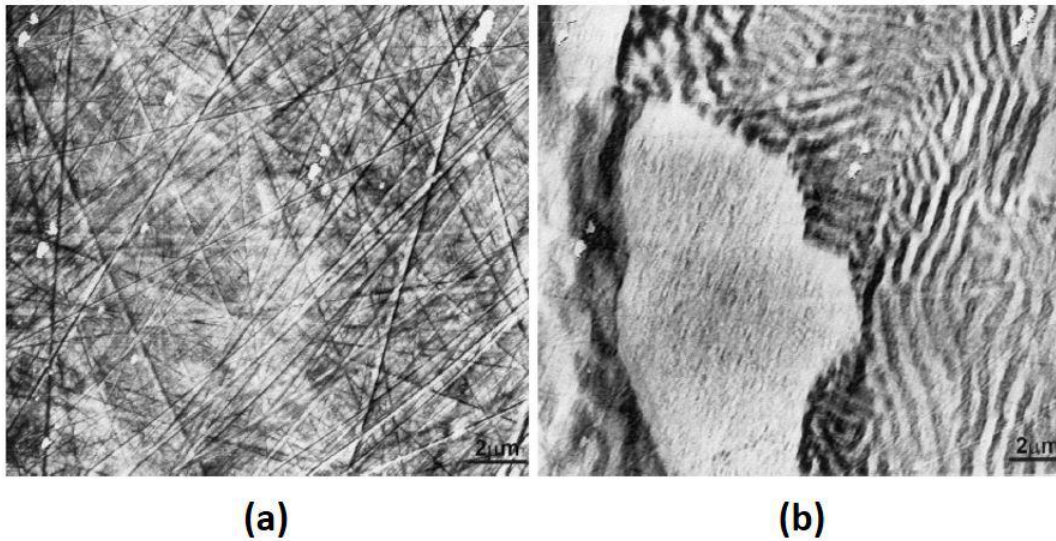


Figura 20: Imagens 2D de um aço duplex obtidas por AFM (Adaptado de [22]).

Pode-se observar na figura 20a o relevo da superfície não atacada, somente polida, de uma aço duplex, e na figura 20b uma imagem utilizando a técnica MFM, na qual a fase escura é a austenita (não magnética) e a fase clara é a ferrita (magnética).

2.3. Fundamentos da soldagem a arco elétrico

A soldagem, de maneira mais abrangente possível, pode ser descrita como uma operação na qual se obtém continuidade a partir de diferentes partes, por diversas maneiras [23]. Isso significa que soldagem é a união de qualquer material, a um material da mesma classe, ou não, utilizando calor ou pressão, ou os dois, e que pode ter por objetivo transformar duas peças em uma, ou então reparar uma peça, através da deposição de material, ou mesmo como revestimento.

Dentre os possíveis meios de aplicação de calor e/ou pressão, classifica-se os processos de soldagem por:

- Pressão ou deformação: Forjamento, ultrassom, fricção, difusão, explosão, etc;
- Fusão: A gás, arco-elétrico, laser, feixe de elétrons, aluminotermia

Os processos de soldagem por arco elétrico se dividem em dois grandes grupos, segundo o tipo de fonte que utilizam, sendo eles os processos de corrente constante e os

de tensão constante. A seguir, na figura 21, estão representadas as curvas características de diferentes fontes de soldagem sobrepostas às curvas do arco elétrico.

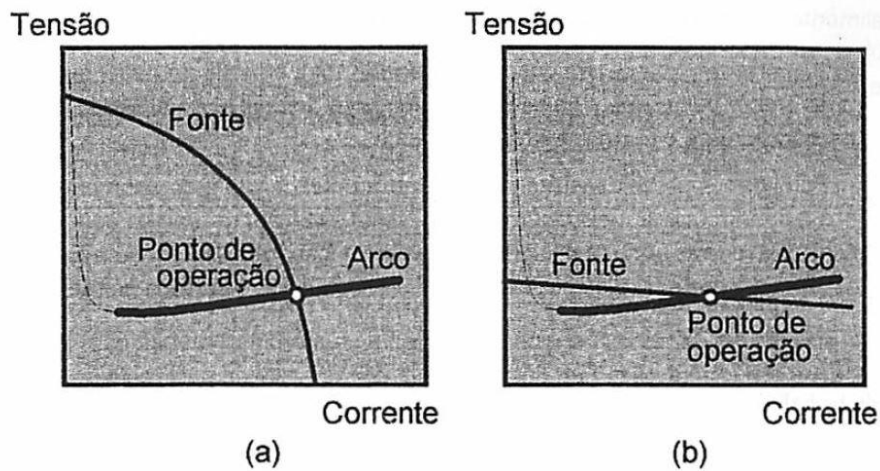


Figura 21: Curvas características da fonte sobrepostas às curvas características do arco.(a) Corrente constante (b) Tensão constante (Adaptado de [24]).

As fontes com corrente constante são caracterizadas por apresentarem uma alta tensão em vazio, que na presença de uma carga, tende a cair rapidamente. Isso permite que ao longo do processo de soldagem, mesmo que o comprimento do arco elétrico varie, a corrente se mantenha estável, mais próximo possível de um valor constante. Por esta razão, estas fontes são empregadas em processos manuais, como SMAW (*Shielded Metal Arc Welding*), GTAW (*Gas Tungsten Arc Welding*) e PAW (*Plasma Arc Welding*), pois permitem que o soldador tenha maior domínio sobre a poça e o arco.

As fontes com tensão constante têm como característica principal um maior controle da faixa de tensão de operação, permitindo uma grande variação de corrente com uma pequena mudança no comprimento do arco elétrico, ou seja, o comprimento do arco passa a ser controlado pela corrente, que por conseguinte controla a velocidade de fusão metal de adição. Por esta razão, estas fontes são ideais para processos de alimentação mecanizadas, como GMAW (*Gas Metal Arc Welding*), FCAW (*Fluw Cored Arc Welding*) e SAW (*Submerged Arc Welding*), e que também podem ter suas operações automatizadas ou semi-automatizadas.[24]

2.3.1. Potência elétrica

O conceito de potência elétrica, segundo Young e Freedman [25], é a taxa em que a energia é fornecida para um elemento de circuito ou extraída dele, segundo a equação 1:

$$P = V \times I \quad (1)$$

Onde:

- V é a diferença de potencial entre dois pontos (unidade em Volt ou Joule por Coulomb)
- I é a corrente elétrica através do elemento do circuito (unidade em Ampères ou Coulomb por Segundo)

Então, para a potência, obtemos a seguinte unidade de medida através da equação 2:

$$(1J/C)(1C/s) = 1J/s = 1W \quad (2)$$

Onde W é Watt ou Joule por Segundo.

2.3.2. Energia do arco

A definição de energia do arco, vai um pouco além da definição de potência elétrica, pois esta é dada como a potência elétrica sobre a velocidade de soldagem, como pode ser visto na equação 3:

$$EA = \frac{V \times I}{v_{sold}} \quad (3)$$

Onde:

- $V \times I$ é a equação 1
- v_{sold} é a velocidade com que o arco elétrico se movimenta (unidade em milímetros por segundo)

2.3.3. Aporte térmico

A definição mais completa das três, no sentido de definir a energia empregada em um dado processo de soldagem, é o aporte térmico[26]. Que é dado através da equação 4:

$$AT = \eta \frac{V \times I}{v_{sold}} \quad (4)$$

Onde:

- η é a eficiência do processo

Os valores típicos para eficiência de alguns processos estão listados na tabela 3

Tabela 3: Fatores de eficiência de processos de soldagem relativos a eficiência do processo SAW (Submerged Arc Welding). (Adaptado de [26])

| Processos de Soldagem | Eficiência do Processo |
|---|-------------------------------|
| Soldagem com arco submerso (SAW) | 1.0 |
| Soldagem com eletrodo revestido (SMAW) | 0.8 |
| Soldagem com arame tubular (FCAW) | 0.8 |
| Soldagem a arco elétrico com proteção gasosa (inerte ou ativa) (GMAW) | 0.8 |
| Eletrodo de tungstênio e proteção gasosa (GTAW) | 0.6 |
| Soldagem com plasma (PAW) | 0.6 |

Os processos GMAW, FCAW e GTAW serão detalhados posteriormente.

2.3.4. Regiões de uma solda por fusão

Os processos a arco elétrico também se enquadram na classificação de processos de solda por fusão. Primeiramente a fusão do metal de adição, que ao ser transferido para o metal base, gera uma poça, chamada poça de fusão, e o calor do metal de adição fundido é capaz de também fundir alguma parte do metal base, e estes circulam na poça de fusão e se homogenizam .

O calor gerado pelo arco elétrico e pela poça é capaz de gerar alterações na microestrutura do metal de base até certo alcance ao seu entorno, e dentro dessa região existem variações de taxas de aquecimento e resfriamento, que vão gerar uma grande heterogeneidade microestrutural nessa região [27].

Dependendo das diferenças entre as microestruturas, elas são subdivididas e classificadas para benefício dos estudos. Atualmente existem algumas classificações que devem ser consideradas, apresentadas da figura 22.

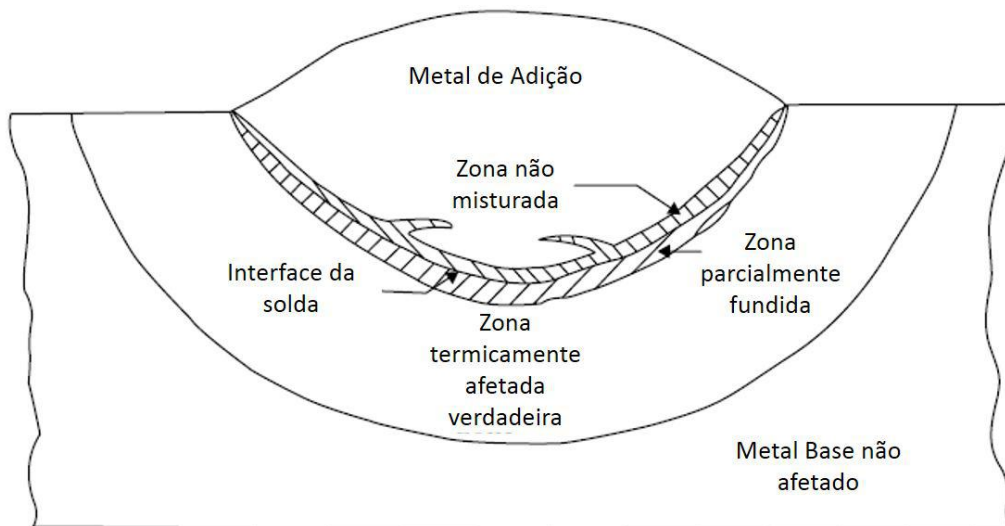


Figura 22: Subdivisões de uma solda por fusão (Adaptado de [27]).

Essas subdivisões, podem ser agrupadas em duas grandes zonas, uma em que o material foi levado a fusão e outra em que o material permaneceu no estado sólido.

A zona fundida engloba a parte do metal de adição, que foi transferido para a solda quando fundido, e a zona não misturada, que pode aparecer ocasionalmente, esta é composta por metal base que foi fundido e solidificado com uma taxa de diluição desprezível, mantendo as características do metal base.

Entre a zona fundida e a zona que permaneceu no estado sólido, existe uma faixa de transição, chamada zona parcialmente fundida. Agrupando-se a zona parcialmente fundida com a zona sólida confere-se a classificação de zona termicamente afetada (ZTA), e considerando apenas a zona que permaneceu no estado sólido confere-se a classificação de zona termicamente afetada verdadeira, pois as reações metalúrgicas ocorrem no estado sólido [27].

A ZTA se subdivide em diferentes zonas, de acordo com as características da microestrutura de cada subregião. No exemplo de um aço hipoeutetóide, a figura 23, mostra a relação de cada zona com a temperatura de equilíbrio e a fase correspondente.

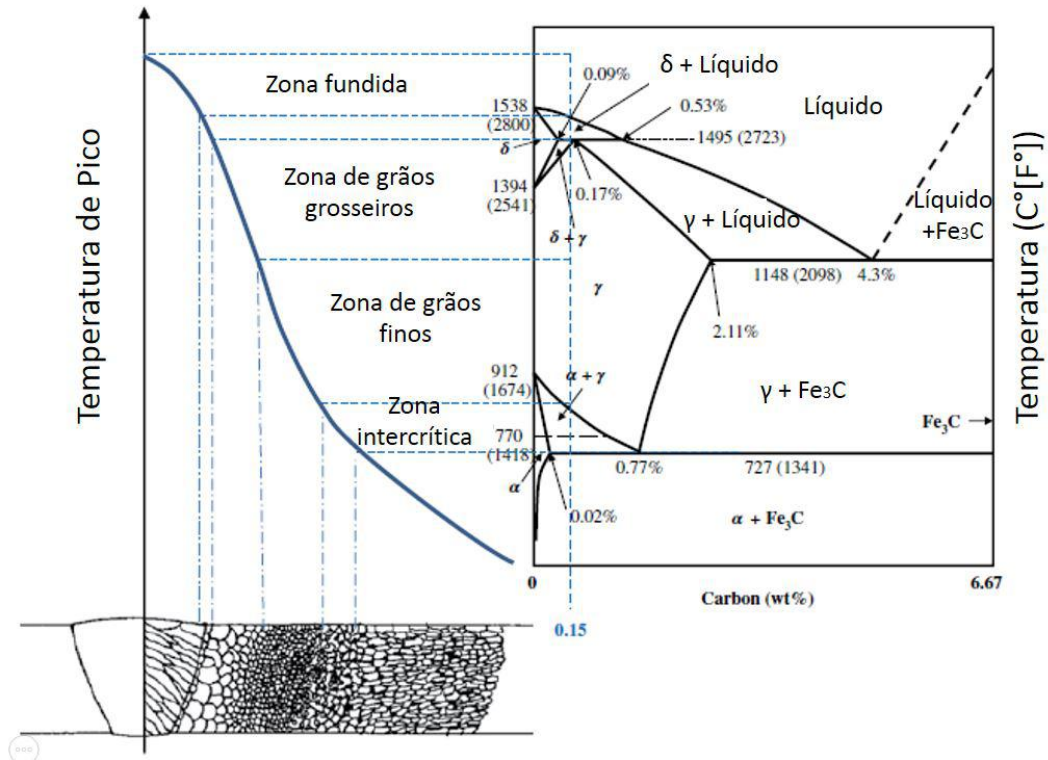


Figura 23: Desenho esquemático de uma operação de soldagem com FCAW (Adaptado de [27]).

Como apresentado na figura 23, a ZTA se subdivide em zona de grãos grosseiros, zona de grãos finos e zona intercrítica. A zona de grãos grosseiros é a zona mais próxima da linha de fusão, logo, é a região que atinge maiores temperaturas, o que promove o crescimento de grão. Em seguida, a zona de grãos finos, é aquecida a temperaturas inferiores a região de grãos grosseiros, porém acima de A3, favorecendo a cinética de nucleação de novos grãos ao invés do crescimento dos existentes. A última zona, é a zona intercrítica, pois os seus valores de temperaturas se situam entre os valores de A1 e A3, as temperaturas críticas, de início de formação de austenita e início do domínio monofásico austenítico, respectivamente.

Para aprimorar a previsão da microestrutura, deve-se levar em consideração as taxas de resfriamento, pois elas podem alterar a estabilidade de algumas fases, e permitir o surgimento de outras fases, metaestáveis, não presentes no diagrama de equilíbrio. Para melhor interpretar a microestrutura segundo as taxas de resfriamento deve-se relacionar os dados dos diagramas de resfriamento contínuo.

2.4. Processos de soldagem

Neste trabalho serão abordados com maior detalhes os processos GTAW (com fonte de corrente constante), GMAW e FCAW (com fonte de tensão constante).

2.4.1. GTAW

O processo GTAW (Gas Tungsten Arc Welding) é um processo de soldagem por arco elétrico que utiliza um eletrodo não consumível de tungstênio ou de uma liga a base de tungstênio, com proteção gasosa. Pode-se utilizar metal de adição ou não (processo autógeno), caso positivo, o metal de adição é adicionado em forma de varetas.

Na figura 24, é apresentado um desenho esquemático da operação de um processo de soldagem utilizando o processo GTAW. Neste exemplo é feito um cordão sobre chapa em posição plana. Pode-se perceber como é feita a proteção gasosa, alimentada através da tocha de modo a envolver o arco e a poça de metal fundido. Nessa ilustração a utilização de metal de adição é representada.

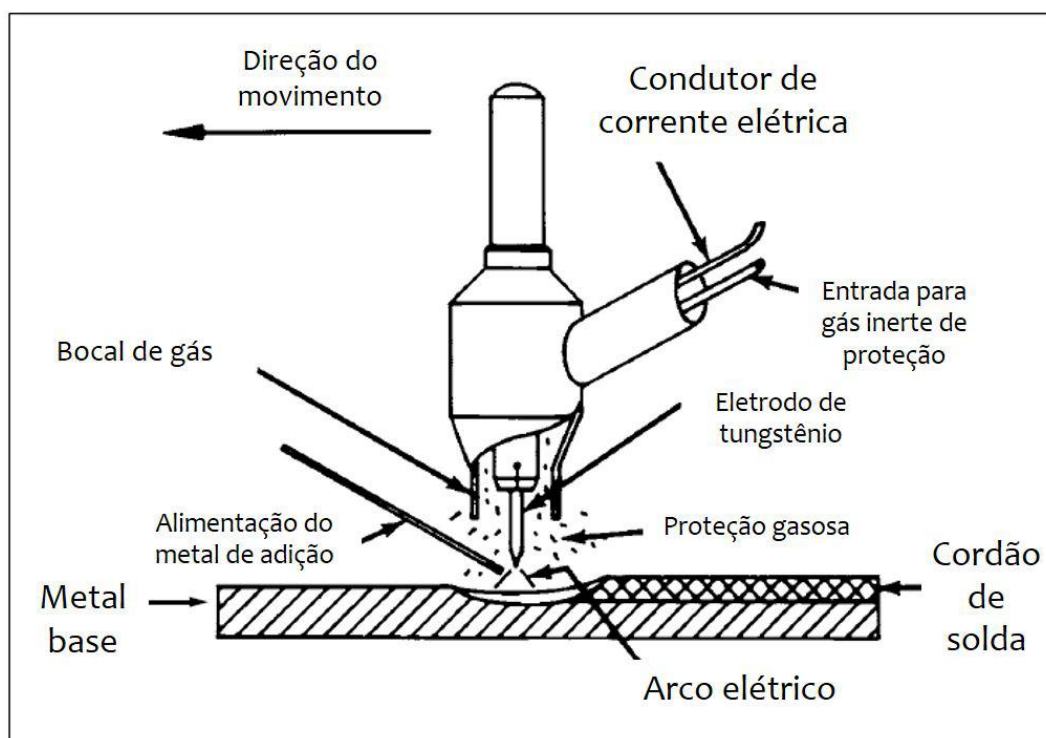


Figura 24: Desenho esquemático de uma operação manual de uma soldagem com GTAW (Adaptado de [28]).

As principais vantagens deste processo são sua alta qualidade, muito utilizado para passe de raiz. Possui grande capacidade de automatização, flexibilidade quanto ao uso do arco devido ao controle independente da fonte de calor e da alimentação do metal de adição, aplicações em diversas posições (praticamente ilimitadas), pode utilizar uma enorme gama de metais e fonte de energia relativamente baratas.

Suas limitações residem na sua baixa taxa de deposição, maior qualificação da mão-de-obra é exigida para operá-lo, baixa tolerância quanto aos elementos contaminantes

tanto no metal de base quanto no de adição. Quando comparada com outros processos a arco elétrico para soldas de até 10mm de espessura, é mais cara, mas com qualidade igual ou superior. Pode existir sopro magnético, e deve-se evitar o uso em lugares com ventos ou fortes circulações de ar que possam atrapalhar a proteção gasosa [28].

2.4.2. GMAW

Os processos GMAW (Gas Metal Arc Welding) e FCAW (Flux Cored Arc Welding) são dois processos distintos, porém com mecanismos de operação bastante próximos, apresentados em sequência para melhor avaliação de suas semelhanças e diferenças.

O GMAW, que utiliza eletrodo consumível maciço em forma de bobina, com alimentação automatizada e contínua. Necessita de proteção gasosa, que pode ser feita por um gás inerte ou reativo,

A figura 25 mostra um cordão sobre chapa em posição plana utilizando o processo GMAW. Pode-se observar que a corrente elétrica é levada por outro fio, e na tocha é passada ao arame, que passa a ser chamado eletrodo, e finalmente é transmitida para a peça através do arco elétrico.

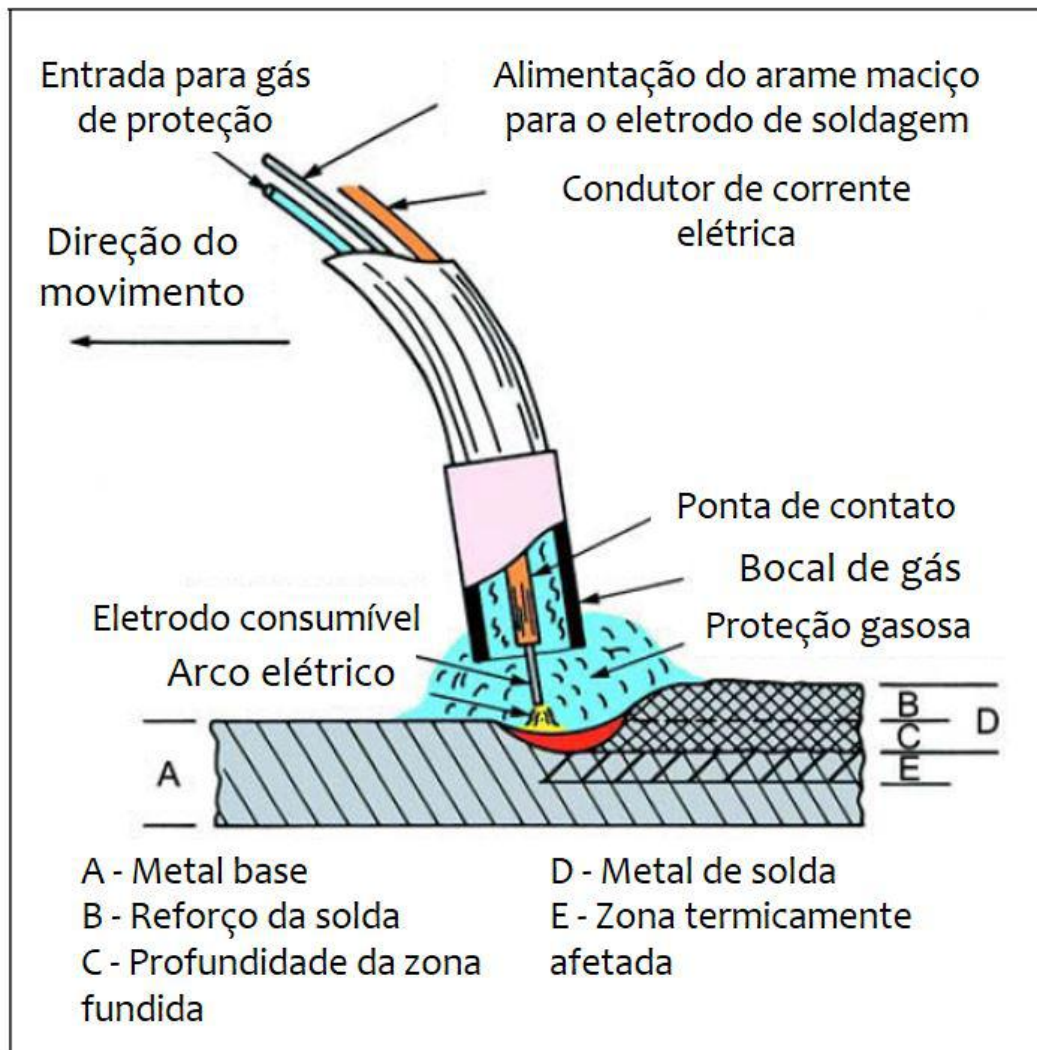


Figura 25: Desenho esquemático de uma operação de soldagem com GMAW (Adaptado de [28]).

Este processo é altamente produtivo, possui altas taxas de deposição, não tem limitação quanto ao comprimento do eletrodo pois o eletrodo é contínuo, o que também permite fazer cordões de maior comprimento sem extinção do arco. Suas possíveis aplicações são bastante extensas, pode ser aplicado a todas as ligas comerciais e em diversas posições. Outra vantagem é o fato de não apresentar escória pesada não sendo necessária sua remoção. Além disso, também é um processo com baixo hidrogênio, indicado para materiais suscetíveis a fragilização por hidrogênio.

Algumas das poucas limitações identificadas neste processo são a falta de mobilidade do equipamento, por ser robusto e não portátil, pode tornar o processo inviável em locais de difícil acesso. Também deve-se evitar locais que gerem perturbações na proteção gasosa [28].

2.4.3. FCAW

FCAW (Flux Cored Arc Welding), assim como o GMAW, é um processo que utiliza eletrodo consumível, porém são tubulares e preenchidos por fluxo, que também são comercializados na forma de bobinas, com alimentação automatizada e contínua.

Quanto ao tipo de proteção, o FCAW se subdivide em dois grupos. Se o fluxo, que é formador de escória e de gases que promovem a proteção do arco e da poça sozinho o processo passa a ser chamado FCAW-S (*"self-shielded"* ou auto protegido). Mas quando essa proteção não é suficiente para um dado material ou aplicação específica, faz-se o uso de injeção de um gás de proteção através da tocha, como no GMAW, conferindo maior flexibilidade ao processo, que passa a ser chamado FCAW-G (*"gas-shielded"* ou protegido por gás).

A figura 26 mostra um cordão sobre chapa em posição plana utilizando o processo FCAW-S e FCAW-G. Em ambos podemos perceber a formação de uma camada de escória sobre o cordão de solda, que é produto das reações que ocorrem entre componentes do fluxo e as impurezas da superfície, da liga e do ambiente. Pode-se notar também a diferença entre as tochas, na do FCAW-G a presença do bocal de gás, e na para o FCAW-S a presença de uma pequena proteção gasosa, gerada a partir da fusão do fluxo.

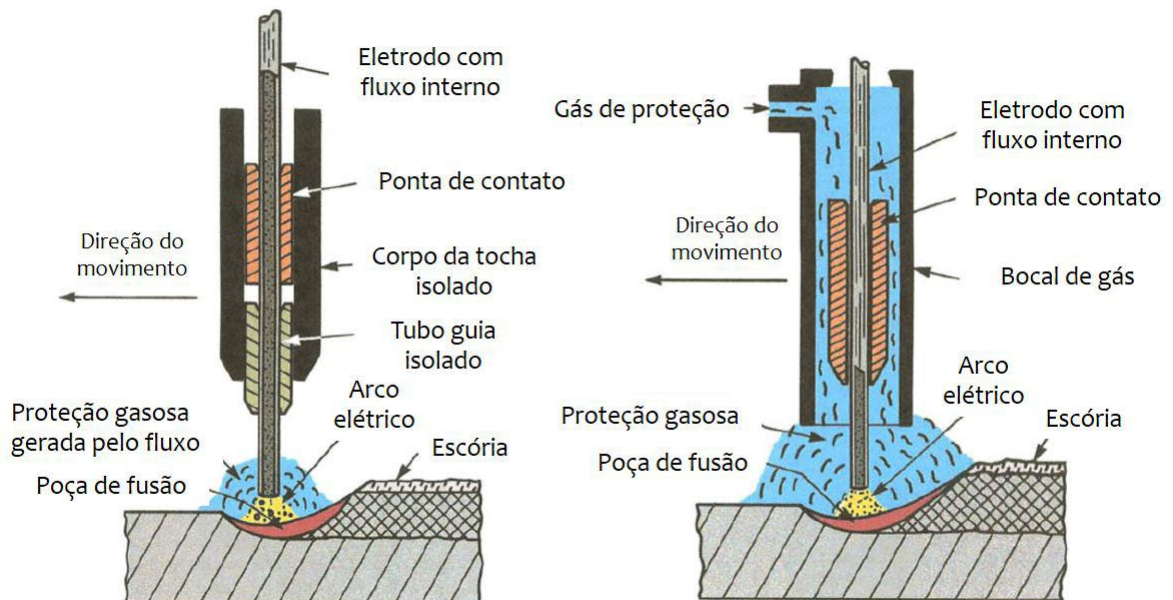


Figura 26: Desenho esquemático de uma operação de soldagem com FCAW (Adaptado de [28]).

O FCAW apresenta vantagens como alta taxa de deposição, com alta qualidade e boa aparência, facilmente mecanizável, maior densidade de corrente (menor área de

seção reta do eletrodo, por ser tubular), requer menos cuidados de limpeza anteriormente à soldagem do que o GMAW e maior tolerância à contaminantes que possam causar defeitos na solda.

Como desvantagens pode-se apontar a produção de escória, que deve ser retirada após cada passe, e a produção de fumos que devem ser redirecionados, a menos de uma aplicação à céu aberto. Este processo se limita a soldagem de ligas ferrosas e de níquel, o eletrodo é relativamente mais caro do que os de processos que utilizam eletrodo de mesma composição química, mas que são maciços [28].

3. Materiais e métodos

3.1. Materiais

O aço 9%Ni utilizado como metal base foi fornecido pela empresa *Vallourec Tubos do Brasil* e fabricado pelo processo *Mannesmann* em forma de tubo sem costura, com 219,1 mm de diâmetro externo, 31,6 mm de espessura e com 150 mm de comprimento.

Como pode ser visto na figura 27, antes da realização dos procedimentos de soldagem, o tubo teve sua superfície preparada através de esmerilhamento, para garantir a remoção de óxidos e outras possíveis contaminações que pudessem interferir nos resultados.



Figura 27: Tubo do aço 9%Ni A333 grau 8 com superfície esmerilhada.

A composição química e as propriedades mecânicas foram fornecidas pelo fabricante e apresentadas na tabela 4 e na tabela 5, respectivamente.

Tabela 4: Composição química registrada no certificado do tubo.

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

Tabela 5: Propriedades mecânicas registradas no certificado do tubo.

| Limite de Escoamento (MPa) | Limite de Resistência (MPa) | Alongamento (%) | Dureza (HRC) |
|-----------------------------------|------------------------------------|------------------------|---------------------|
| 693 | 740 | 25 | 19 |

O material de adição escolhido foi a liga de níquel 625. Esta liga é formada principalmente por Níquel e Cromo, é endurecível pelo mecanismo de solução sólida, pelo Molibdênio e Nióbio.

Suas propriedades mais conhecidas são sua excelente soldabilidade, e elevada resistência a fluência [29]. Também possui conhecida resistência a corrosão em diversos meios, também devido ao filme passivador de óxido de Cr, tal qual os aços inoxidáveis, além de outros elementos de liga, como o Mo que também contribui para a formação desta camada [30].

3.2. Métodos

3.2.1. Soldagem dos cordões

Primeiramente, cordões de teste foram soldados para adequação dos parâmetros elétricos. Para o desenvolvimento do trabalho, foram realizados procedimentos de soldagem sobre tubo (posição plana) com três processos distintos: FCAW, GMAW e GTAW. Para cada processo, foram utilizados 3 aportes de calor, que variaram entre baixo, médio e alto.

Estes processos foram escolhidos baseado nos trabalhos de Lippold [8], que aponta os processos SAW e SMAW como os mais utilizados para este aço, então buscou-se explorar processos não usuais a fim de ampliar o campo de estudos.

Todos os cordões foram executados em posição plana, único passe, e com comprimento de 130 mm. Os processos FCAW e GMAW foram executados por meio do robô da marca FANUC e do modelo ARC Mate 120ic (figura 28), e o processo GTAW manualmente.



Figura 28: Robô utilizado nos processos GMAW e FCAW.

A seguir a tabela 6 referente aos consumíveis de soldagem e as tabelas 7 , 8 e 9 contendo o resumo dos parâmetros registrados nos relatórios de soldagem.

Tabela 6: Consumíveis de soldagem.

| Processo | Eletrodo | Diâmetro do eletrodo (mm) | Gás de proteção |
|-----------------|-----------------|----------------------------------|------------------------|
| FCAW | ENiCrMo3T1-4 | 1.20 | 80% Ar + 20% CO2 |
| GMAW | ER NiCrMo-3 | 1.20 | 75% Ar + 25% He |
| GTAW | ER NiCrMo-3 | 2.40 | Ar |

Tabela 7: Parâmetros de soldagem do processo FCAW.

| FCAW | | | | | |
|----------------------|------------------|-------------------|---------------------------------|--------------------------------------|---|
| Corrente Tipo | Valor (A) | Tensão (V) | Tempo de arco aberto (s) | Velocidade de soldagem (mm/s) | Energia do Arco Elétrico (kJ/mm) |
| CC+ | 162 | 22 | 43 | 3 | 1.188 |
| CC+ | 162 | 22 | 33 | 4 | 0.891 |
| CC+ | 162 | 22 | 22 | 6 | 0.594 |

Tabela 8: Parâmetros de soldagem do processo GMAW.

| GMAW | | | | | |
|----------------------|------------------|-------------------|---------------------------------|--------------------------------------|---|
| Corrente Tipo | Valor (A) | Tensão (V) | Tempo de arco aberto (s) | Velocidade de soldagem (mm/s) | Energia do Arco Elétrico (kJ/mm) |
| CC+ | 142 | 24 | 43 | 3 | 1.136 |
| CC+ | 142 | 24 | 33 | 4 | 0.850 |
| CC+ | 142 | 24 | 22 | 6 | 0.570 |

Tabela 9: Parâmetros de soldagem do processo GTAW.

| GTAW | | | | | |
|----------------------|------------------|-------------------|---------------------------------|--------------------------------------|---|
| Corrente Tipo | Valor (A) | Tensão (V) | Tempo de arco aberto (s) | Velocidade de soldagem (mm/s) | Energia do Arco Elétrico (kJ/mm) |
| CC- | 118 | 10.0 | 137 | 0.9 | 1.20 |
| CC- | 118 | 10.2 | 106 | 1.2 | 1.00 |
| CC- | 118 | 10.1 | 60 | 2.2 | 0.60 |

Esse trabalho foi desenvolvido em conjunto com o estudo da técnica Higuchi. Para tal, os aportes térmicos foram definidos de acordo com a literatura, sendo uma dessas

referências o trabalho de Oliveira [31], que estudou a técnica Higuchi para aços AISI 8330M e ASTM A182 F22. Nesse trabalho ele recomenda aportes entre 0,6 e 1,2kJ/mm. Para o aço 9Ni, Zeeman [13], recomenda uma energia de soldagem máxima de 1,5 kJ/mm, de forma a garantir a qualidade de solda.

3.2.2. Extração e usinagem dos corpos de prova

O tubo soldado foi seccionado longitudinalmente nas dependências do SENAI IST SOLDA, de forma a separar cada cordão de solda. O corte dos corpos de prova foi realizado no Laboratório Multiusuário do Departamento de Engenharia Metalúrgica da UFRJ.

Cada cordão foi cortado longitudinalmente, e a partir de cada uma dessas peças, foram retirados 2 corpos de prova, de sua seção transversal, com aproximadamente 10 mm de espessura. Os corpos de prova foram retirados de locais distantes, no mínimo 25mm, do início e fim do cordão de solda. Para os aportes médios, que foram submetidos aos tratamentos térmicos, foram retirados mais 4 corpos de prova semelhantes aos anteriores. Destes 6 corpos de prova, 2 foram mantidos para avaliação do estado como soldado, e os outros 4 foram realizados diferentes condições de tratamentos térmicos.

3.2.3. Tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos seguiram a especificação da norma ASTM A333, citada na seção 2.1.2 deste trabalho. As temperaturas utilizadas foram 560 e 580°C, e duração de 2 e 3 horas, conforme especificado para o tubo de espessura de 31,6mm.

Para esta etapa, escolheu-se realizar os tratamentos térmicos apenas nos cordões com os valores intermediários de aporte térmico, devido ao fato dos resultados das análises para os diferentes aportes terem sido próximos e que o aporte de aproximadamente 0,9 kJ/mm é um aporte usualmente utilizado para os 3 processos.

Os cordões de solda utilizados nesta parte do projeto, foram o FCAW com energia do arco elétrico de 0.891 kJ/mm, GMAW com energia do arco elétrico de 0.850 kJ/mm e GTAW com energia do arco elétrico de 1.00 kJ/mm.

Foram realizadas duas bateladas, uma para cada temperatura. Para cada batelada, todos os corpos de prova foram colocadas inicialmente no forno, e um de cada processo de soldagem diferente foi retirado com 2 horas de tratamento, o restante foi retirado após 3 horas.

O forno utilizado era de resistência elétrica, o que garantiu a estabilidade da

temperatura, com um erro de 2°C.

3.2.4. Microdureza

Perfis de microdureza Vickers foram realizados nas amostras com o objetivo de avaliar, de forma indireta, a resistência mecânica da ZTA. Estes perfis atravessam a ZTA, desde a zona de ligação até o final da zona subcrítica. Como pode ser observado na figura 29, foram feitos 3 perfis por amostra, com um ângulo de 30° a partir do reforço na direção do perfil central.

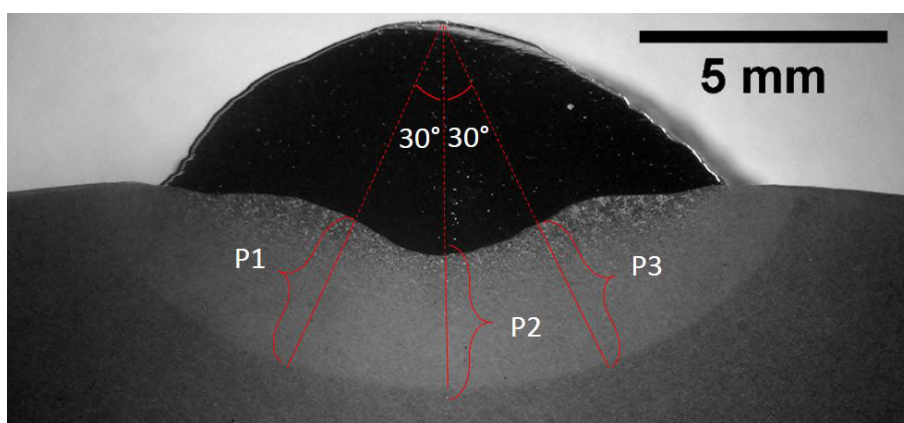


Figura 29: Desenho esquemático do posicionamento dos perfis de microdureza.

O primeiro perfil a direita denominado P1, o central denominado P2 e o último denominado P3, com 30° entre eles, a partir do perfil central, como realizado na técnica Higuchi [32].

Os parâmetros utilizados foram escolhidos baseados nos estudos de Oliveira [31] e Azevedo [33], e otimizados para a nossa aplicação, visando a otimização da precisão da medida e garantindo que a distância entre as indentações fosse suficiente para acompanhar as variações microestruturais da ZTA. A carga aplicada foi de 0,1kgf (0,98N) durante 30 segundos, com um espaçamento de 0,3 mm entre as indentações.

A quantidade de indentações varia de acordo com a profundidade da ZTA. O perfil de microdureza se inicia no metal de solda, a 1mm da linha de fusão, se estende ao longo da ZTA e termina no metal de base.

3.2.5. Macrografias

As macrografias foram realizadas com o objetivo de caracterizar o perfil da solda e da ZTA. As análises foram feitas através de estereoscópio, com aumento de 0,8 vezes, do Laboratório de Mecânica da Fratura da UFRJ (Lamef). As imagens foram capturas por

meio de uma câmera fotográfica CANON, e com o auxílio do software livre ImageJ, foram realizadas medidas da largura e altura do reforço, assim como a penetração e profundidade da ZTA. As medidas foram feitas nas mesmas posições como mostra a figura 30.

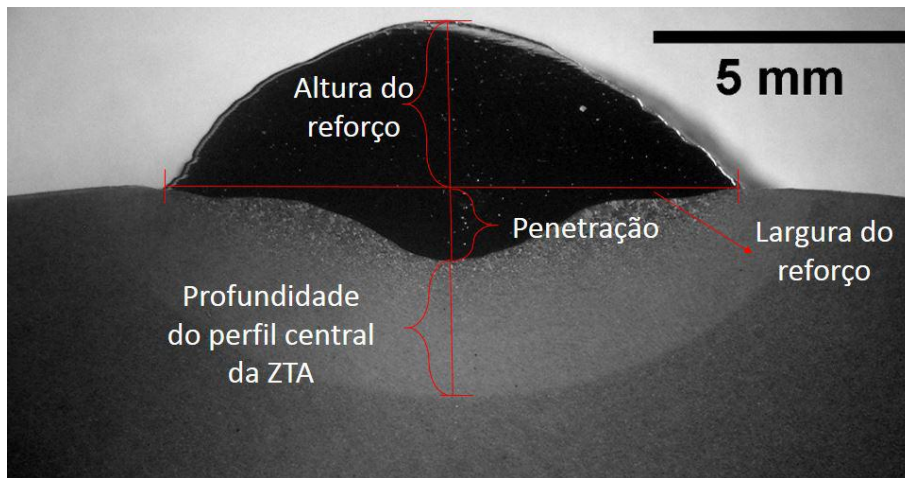


Figura 30: Posicionamento das medidas realizadas nas macrografias

As medidas foram realizadas tomando como origem o cruzamento da linha que indica a superfície do tubo e a linha que indica o centro do cordão, representado na figura 30 pelas duas linhas vermelhas. A altura do reforço e a penetração foram medidas a partir da origem indo até o topo do reforço e até a linha de fusão, respectivamente. Já a profundidade da ZTA foi medida no centro do cordão, mas a partir da linha de fusão indo até o final do contraste do ataque químico. A largura do reforço foi medida na linha que indica a superfície do tubo, ligando as duas extremidades do reforço.

3.2.6. Micrografias

Para as análises metalográficas, os corpos de prova foram lixados, com a sequência de lixas especificadas pela norma ANSI B74.18-2006, de números 100, 220, 320, 500 e 600.

Na sequência, os corpos de prova foram polidos com panos para diferentes granulometrias de pastas de diamante, com 3 e 1 μm . Para revelar a microestrutura foi feito ataque químico com nital 2% (2% de ácido nítrico e 98% de álcool etílico) durante 30 segundos em média.

3.2.7. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para estas análises, o microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM 6460 do Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica e Microanálise do

PEMM/COPPE/UFRJ foi utilizado para estudar as fases presentes, utilizando feixe de elétrons retroespalhados e técnica de EDS (Energy Dispersive X-ray Detector).

4. Resultados e discussão

4.1. Macrografias

As macrografias para cada condição de soldagem estão apresentadas na figura 31.

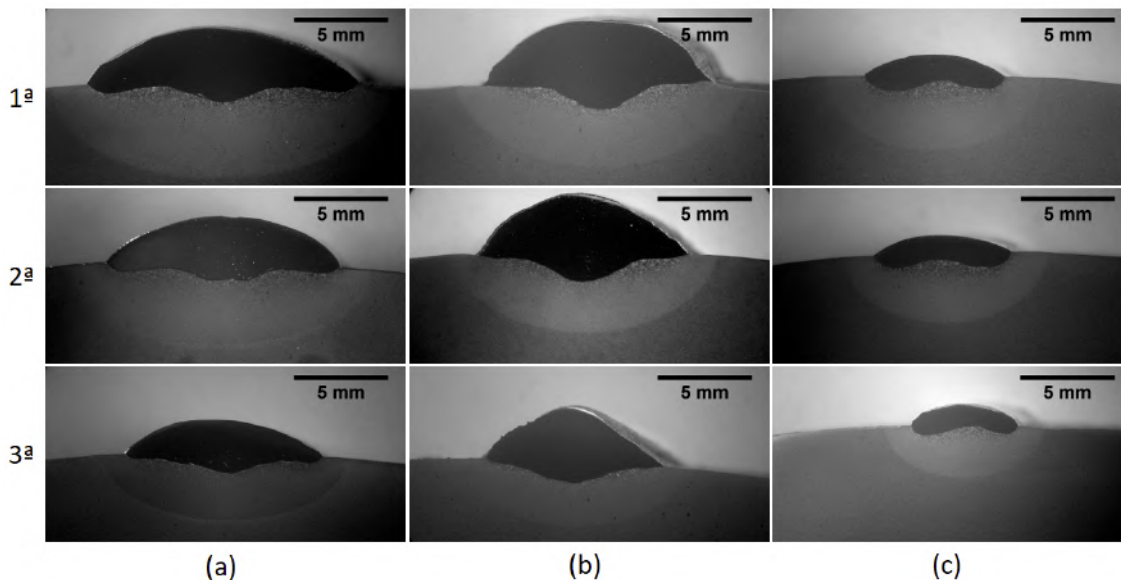


Figura 31: Mosaico das macrografias. O processos (a)FCAW, (b)GMAW e (c)GTAW, com os aportes decrescentes da primeira para última linha (valores aproximados 1.2, 1.0 e 0.6kJ/mm).

Pode-se observar a maior semelhança entre os processos GMAW e FCAW, já esperada, devido a proximidade da mecânica dos dois processos, ambos são automatizados, utilizam eletrodo consumível de alimentação contínua, usam fonte com tensão constante entre outros fatores. Enquanto no processo GTAW, que é o único processo manual utilizado neste projeto, e suscetível a oscilações de altura e direção do movimento da tocha, podendo ser motivo para a linha de fusão apresentar um padrão de forma diferenciado.

As macrografias foram feitas em quadruplicata, as duas faces de cada uma das duas amostras de cada condição. As médias dessas medidas estão dispostas nos gráficos nas figuras 32, 33, 34 e 35.

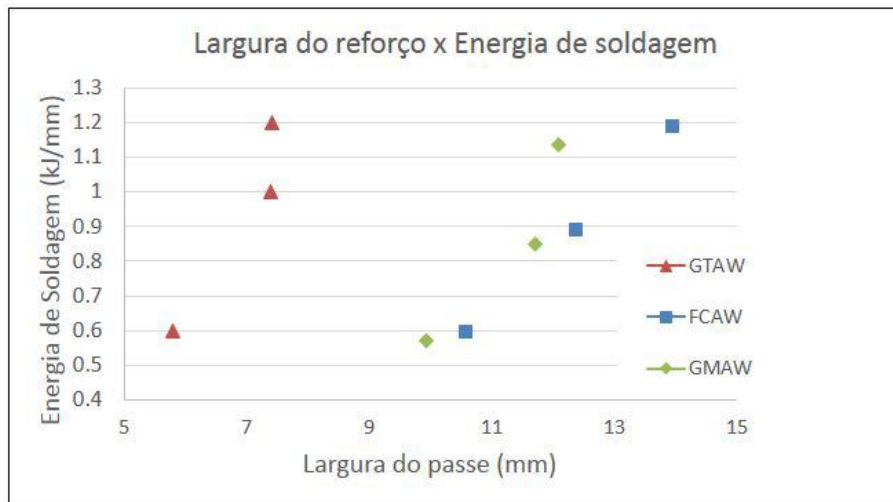


Figura 32: Gráficos da largura do reforço em função da energia de soldagem.

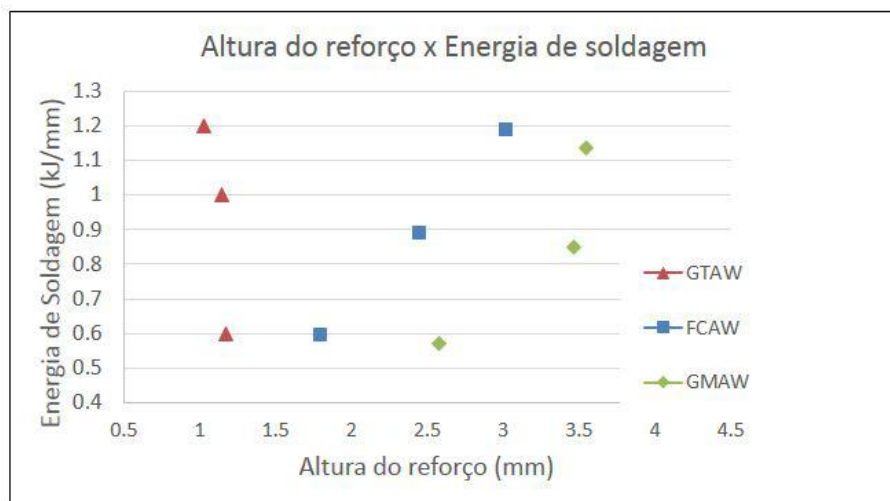


Figura 33: Gráficos da altura do reforço em função da energia de soldagem.

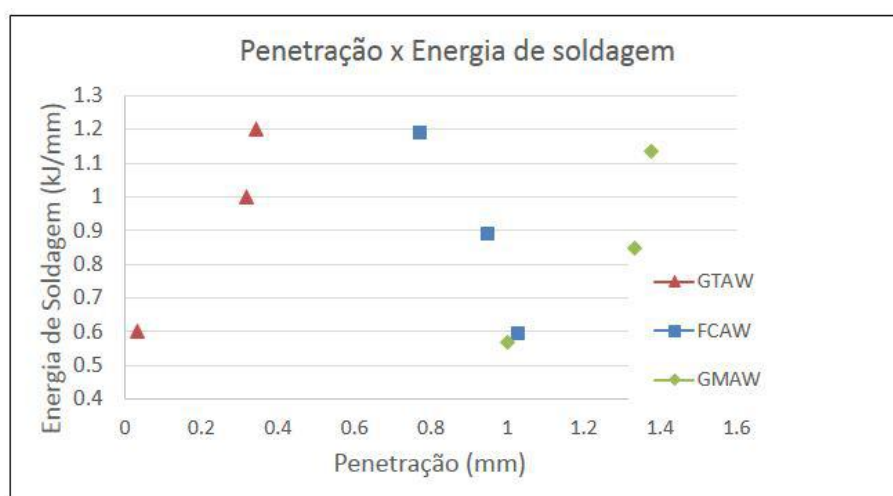


Figura 34: Gráficos da penetração em função da energia de soldagem.

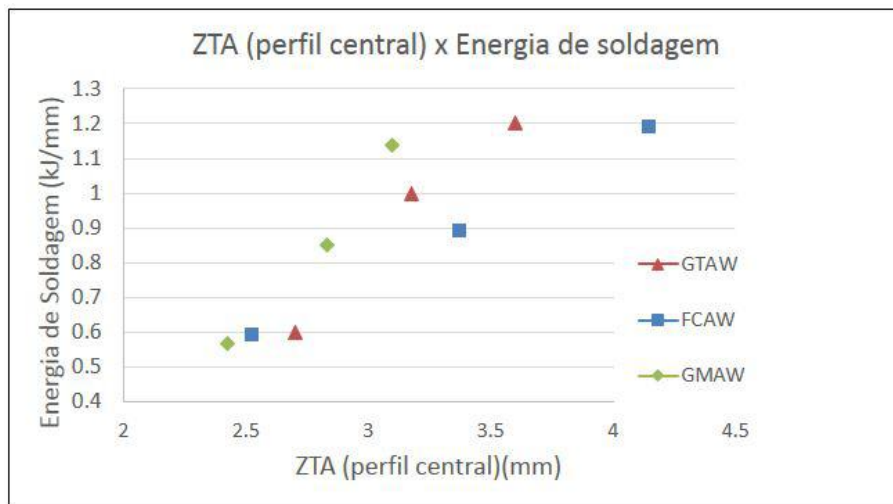


Figura 35: Gráficos da profundidade da ZTA em função da energia de soldagem.

Observa-se que a largura do reforço e a profundidade da ZTA aumentam a medida que a energia do arco aumenta (lembrando que esta se dá através da fixação dos parâmetros elétricos e diminuição da velocidade de soldagem), ou seja, com o aumento da energia a poça de fusão se alarga, e a deposição de metal de adição se dá de forma mais espalhada, devido a maior energia transferida ao metal de base.

Quanto a altura, deveria se esperar que esta também fosse diretamente proporcional à energia, porém, no caso do GTAW, ela se mostrou inversamente proporcional, provavelmente gerado pelo alargamento da poça em função do aumento do aporte, espalhando mais o metal de adição e diminuindo a altura do reforço.

No que diz respeito à profundidade da penetração, o processo FCAW mostrou uma relação inversamente proporcional em relação à energia de soldagem, devido a mudança da forma da linha de fusão que para o aporte menor se mostra homogênea e centralizada no cordão e conforme o aporte aumenta, percebe-se o crescimento de pequenas penetrações próximo as extremidades do cordão, também podendo ser relacionada com o alargamento da poça em função do aumento do aporte.

Logo após a linha de fusão começa a zona de grãos grosseiros, que pode ser observada nestas macrografias como uma região heterogênea, com pontos brancos e cinza mais escuro. Abaixo dessa região, situa-se a zona de grãos finos, região homogênea que se estende quase até o final da ZTA. Perto do final da ZTA, está a zona intercrítica, que não pode ser distinguível nesta escala de aumento.

Nota-se que o limite entre a zona de grãos grosseiros e a zona de grãos finos tende a acompanhar o formato do final da ZTA, como um semi-arco. Porém a profundidade da zona de grãos grosseiros varia, sendo menor na região central, cresce em direção as

extremidades do reforço, e por fim volta a diminuir. Isso se deve ao fato de que na parte central existe mais direções de propagação de calor, enquanto nas extremidades, existe uma maior proximidade com o ar, que é isolante, dificultando o escoamento do calor.

4.2. Microdurezas

4.2.1. Amostras como soldadas

As medidas de microdureza estão em função da sua posição no perfil (nestes gráficos são apresentados somente os perfis centrais), e para cada processo, com 3 diferentes aportes, na indicação da legenda de cada um, nos seus respectivos gráficos (figuras 36, 37 e 38), o número depois das letras significa o valor da energia de soldagem em kJ/mm.

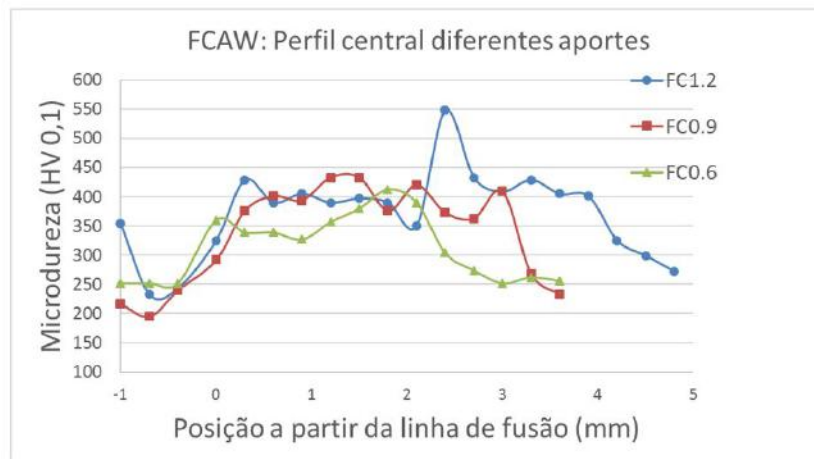


Figura 36: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, amostras com diferentes aportes do processo FCAW.

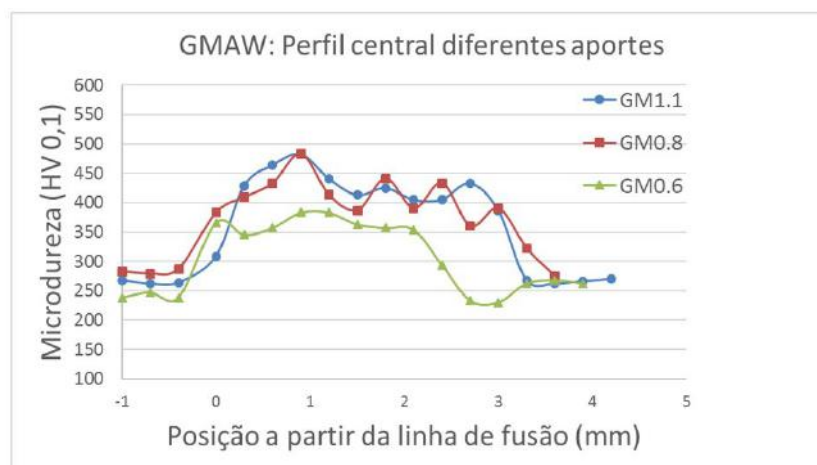


Figura 37: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, amostras com diferentes aportes do processo GMAW.

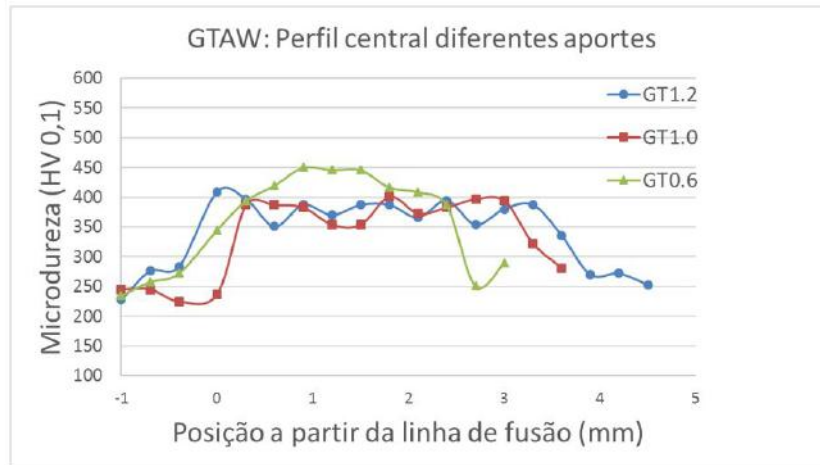


Figura 38: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, amostras com diferentes aportes do processo GTAW.

Foram realizadas 3 indentações em cada uma das amostras, na região do metal base, afastada da ZTA, o valor obtido pela média de todos esses valores foi de 269 HV. Para os pontos no metal de adição, o mesmo foi realizado, considerando desprezível as mudanças ocorridas na microestrutura ao longo do 1mm observado, obtendo uma média de aproximadamente 251 HV.

Para garantir que o perfil de dureza realizado, atravessou toda a extensão da ZTA, podemos verificar nos gráficos anteriores, que os valores do últimos ponto dos perfis estão próximos do valor médio encontrado para o metal base, além da análise metalográfica da microestrutura.

4.2.2. Amostras com tratamento térmico

Os perfis de dureza para as diferentes condições de tratamentos térmicos são apresentadas a partir da figura 39 até a figura 50.

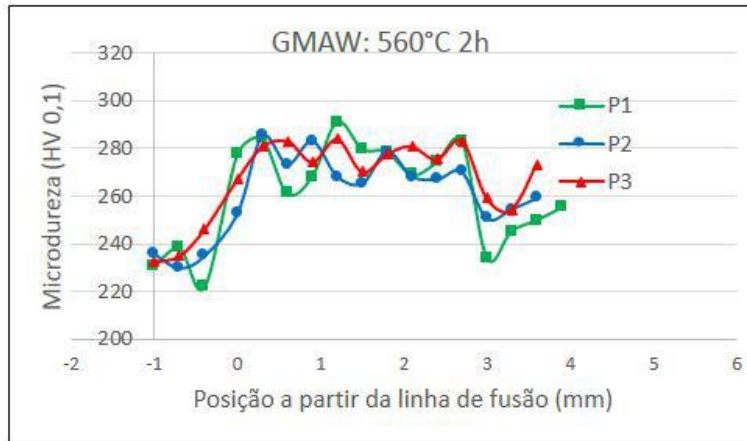


Figura 39: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 560°C por 2h do processo GMAW.

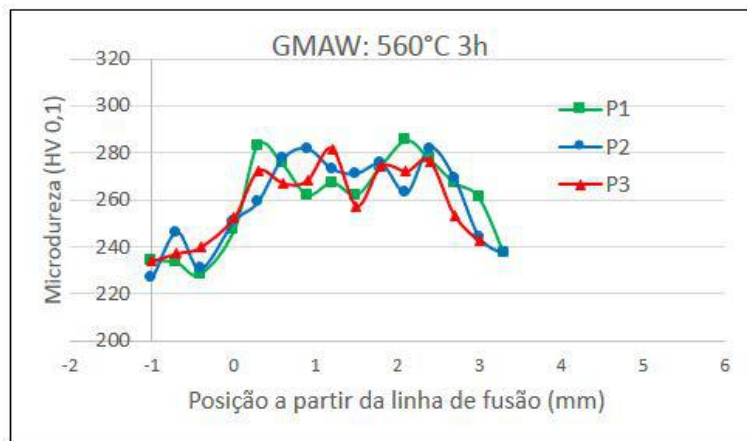


Figura 40: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 560°C por 3h do processo GMAW.

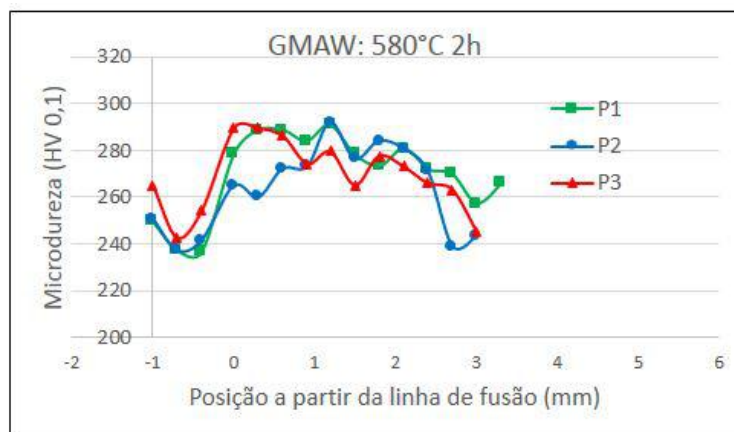


Figura 41: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 580°C por 2h do processo GMAW.

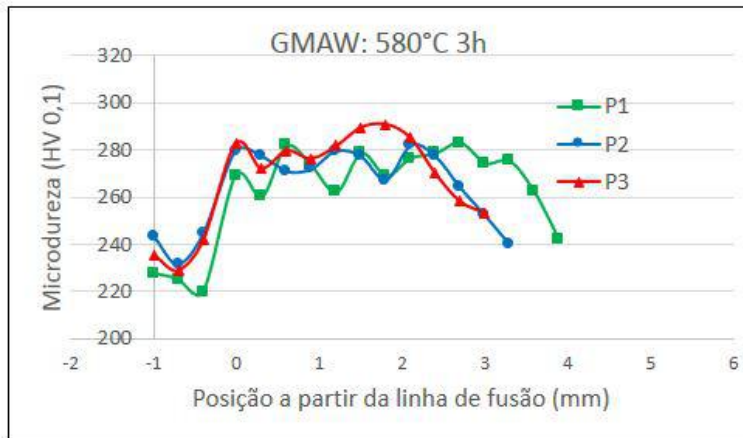


Figura 42: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 580°C por 3h do processo GMAW.

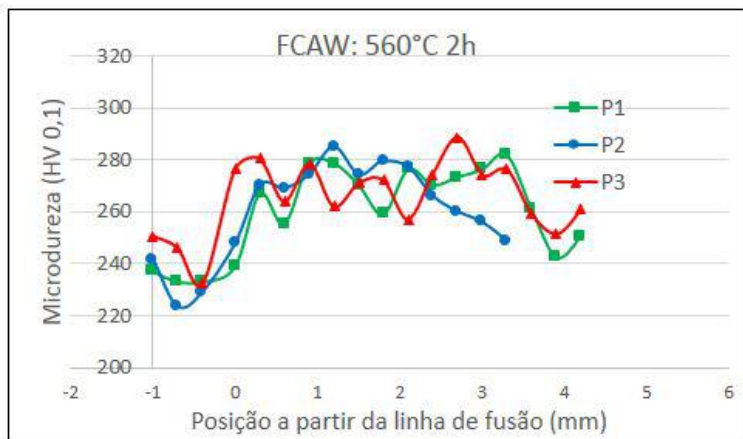


Figura 43: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 560°C por 2h do processo FCAW.

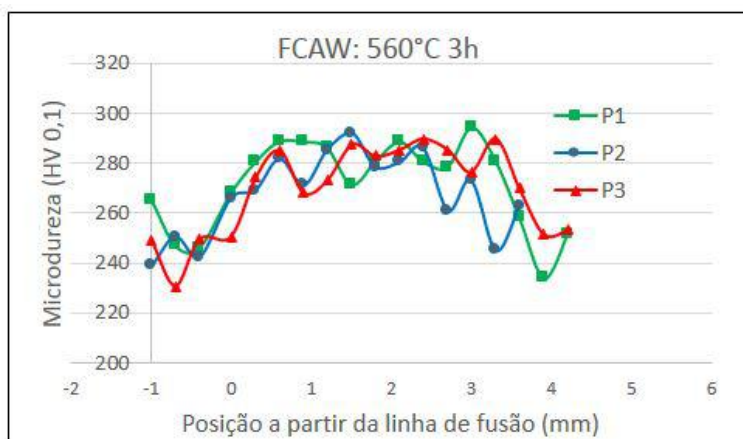


Figura 44: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 560°C por 3h do processo FCAW.

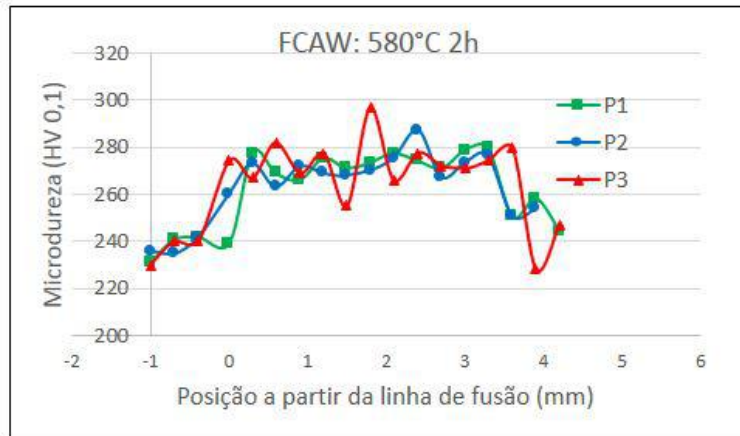


Figura 45: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 580°C por 2h do processo FCAW.

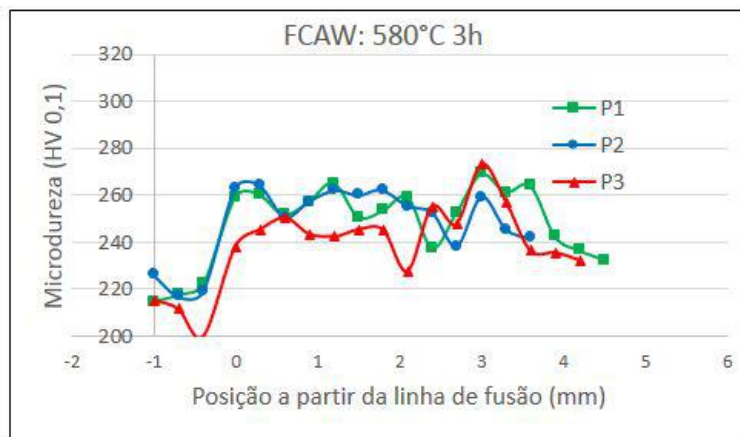


Figura 46: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 580°C por 3h do processo FCAW.

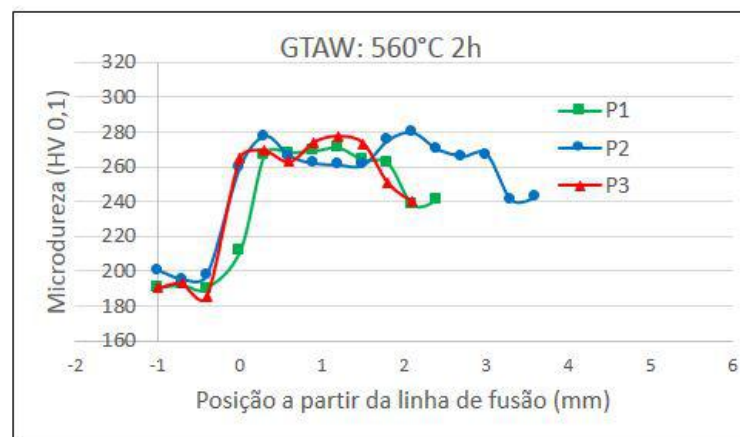


Figura 47: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 560°C por 2h do processo GTAW.

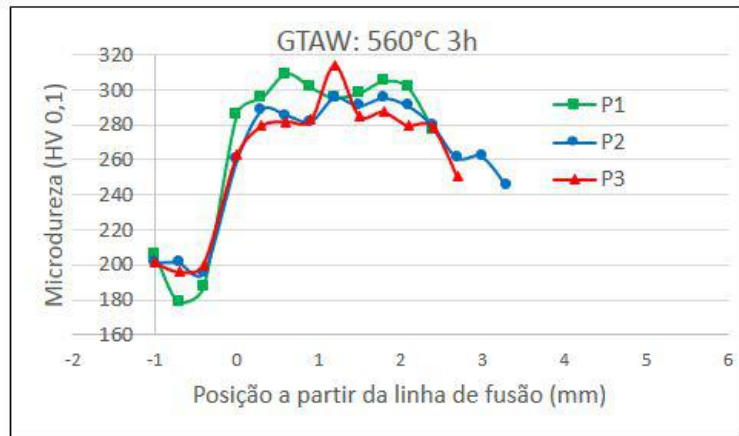


Figura 48: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 560°C por 3h do processo GTAW.

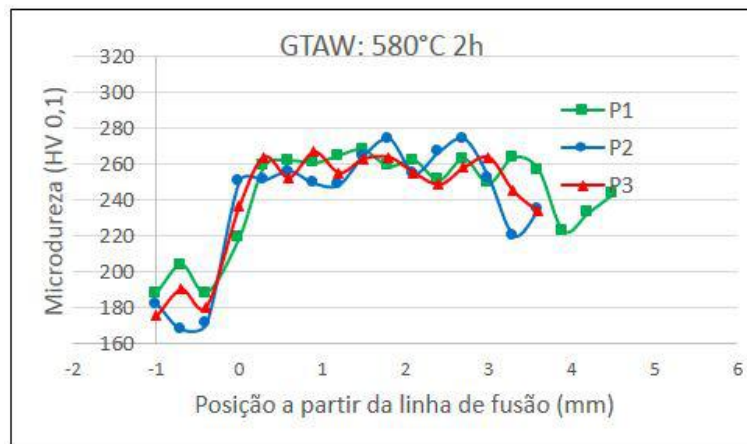


Figura 49: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 580°C por 2h do processo GTAW.

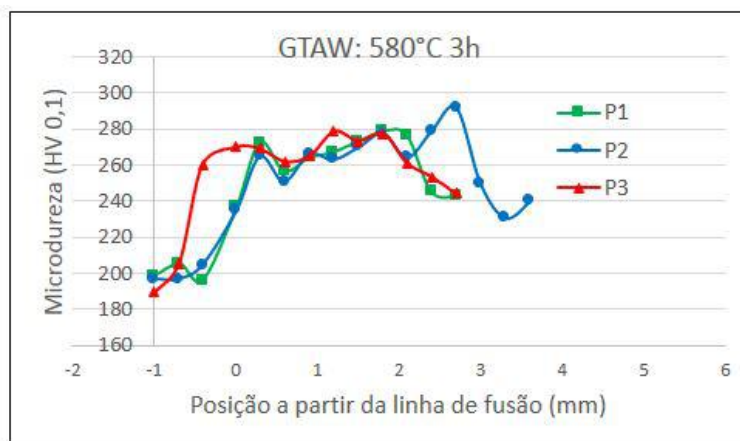


Figura 50: Gráfico de microdureza em função da posição no perfil, os 3 perfis para condição 580°C por 3h do processo GTAW.

Assim como o estado como soldado também foram realizadas 3 indentações em

cada uma das amostras, na região do metal base, afastada da ZTA, para cada grupo de amostras de diferentes processos mas com os mesmos tratamentos térmicos, as médias desses valores variaram de 247 à 265 HV, valores próximos aos obtidos para o estado como soldado.

Então, pode-se concluir que para o metal base, os tratamentos térmicos tiveram pouco ou nenhum efeito para alterar as medidas de microdureza com a técnica aplicada, muito provavelmente pelo fato dos parâmetros destes tratamentos estarem dentro das especificações do tratamento de revenimento aplicado na fabricação deste aço.

De modo geral, percebe-se que ao aumentar a temperatura dos tratamentos ocorreu uma maior queda da microdureza. Ao se comparar as durações dos tratamentos, não se obteve o mesmo padrão para todos os processos. Estes fatos indicam que é mais eficiente para a finalidade de diminuição da microdureza o aumento da temperatura.

Nos gráficos 51, 52 e 53, podemos observar o efeito de cada tratamento térmico em relação ao estado inicial, para cada um dos processos. Pode-se observar que a dureza caiu em média 150HV para todos os processos, e que para os tratamentos à 580°C a redução foi um pouco maior do que para os tratamentos à 560°C.

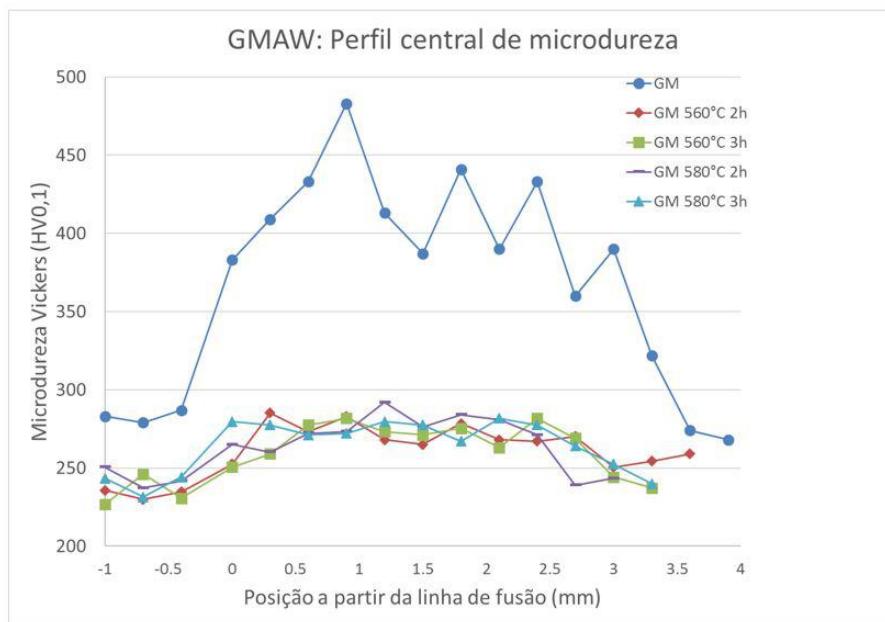


Figura 51: Gráfico de microdureza em função da posição comparando o estado não tratado e o tratado, para o processo GMAW.

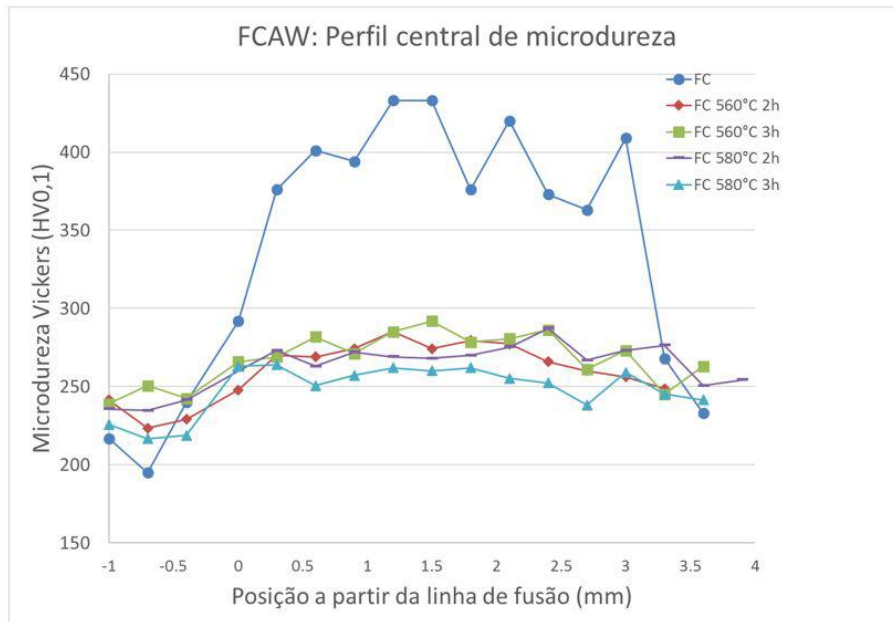


Figura 52: Gráfico de microdureza em função da posição comparando o estado não tratado e o tratado, para o processo FCAW.

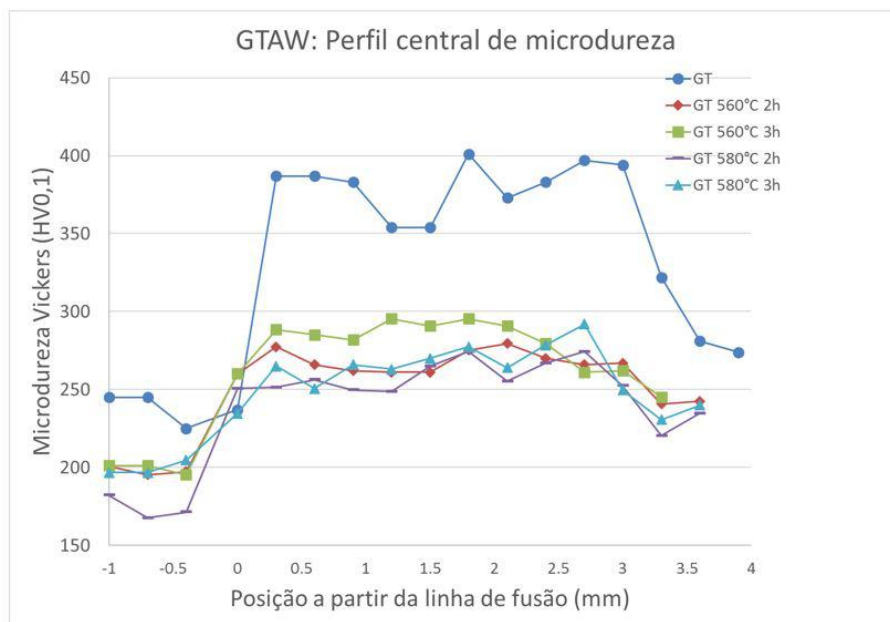


Figura 53: Gráfico de microdureza em função da posição comparando o estado não tratado e o tratado, para o processo GTAW.

4.3. Micrografias

4.3.1. Amostras como soldadas

A figura 54 mostra micrografias com aumento de 500x tiradas sequencialmente de uma ZTA de uma solda produzida por processo GTAW, desde a linha de fusão até o

final do contraste do ataque químico. Neste processo, a energia do arco utilizada foi de 0.855kJ/mm, e esta no estado como soldado.

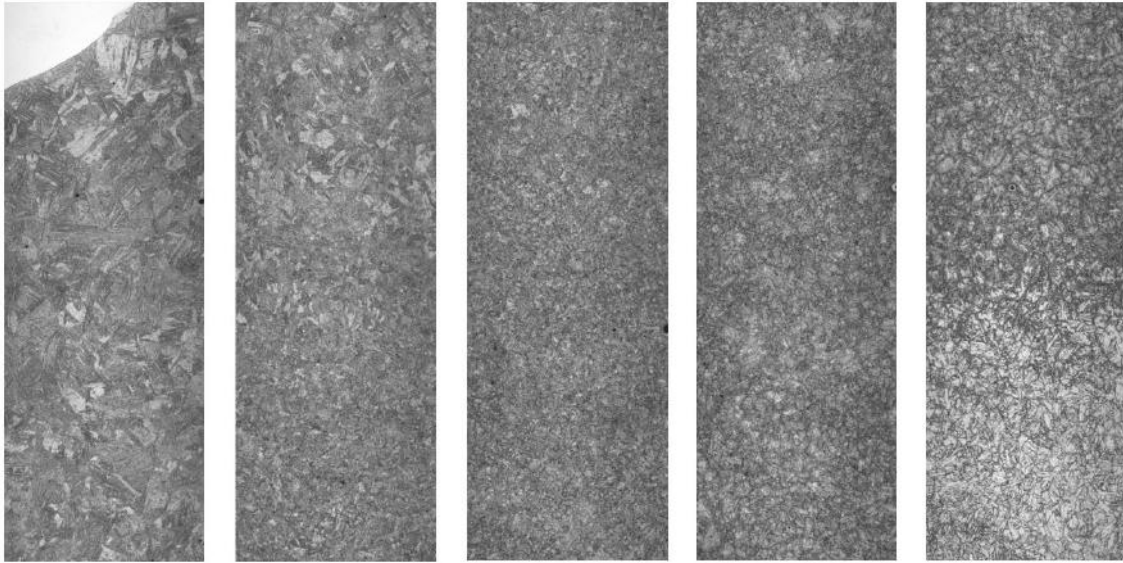


Figura 54: Micrografias sequenciais da ZTA de uma solda produzida por GTAW, com 500x de aumento e atacado com nital 2%.

Através de mosaicos como este foi possível realizar a identificação das zonas de grão grosso e de grão fino. A partir da linha de fusão, é possível identificar uma granulação bastante grosseira, e com ripas direcionadas em um mesmo sentido dentro de cada um desses grãos. Conforme se avança na ZTA, percebe-se uma diminuição do tamanho médio dos grãos, até quando este se estabiliza. Nesta condição, os grãos já passam a ter granulação mais refinada, indistinguível ao aumento utilizado no microscópio ótico. No final da ZTA, pode-se observar a transição para o metal base, o que poderíamos identificar como a zona intercrítica, mas não se apresenta de forma tão clara como a transição entre grãos grossos e finos, então não foi delimitada um valor para esta zona, apenas o término da ZTA.

O critério adotado para estimar o tamanho da zona de grãos grosseiros foi analisar desde onde foi possível distinguir os grãos até começar a zona homogênea, centralizada na ZTA. Em seguida, multiplica-se o número de fotos pelo comprimento delas, os valores obtidos estão dispostos na tabela 10.

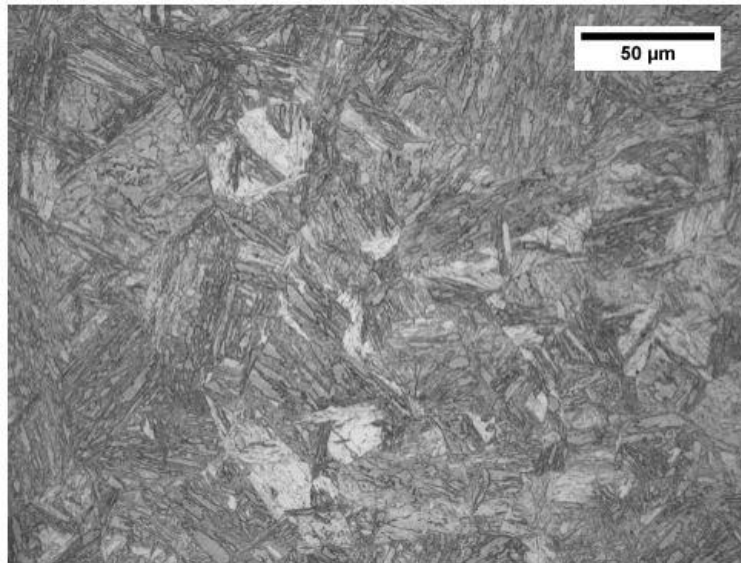
Tabela 10: Comparação entre as medidas da extensão da zona de grãos grosseiros e da ZTA, para cada aporte e processo

| Processos | Aportes (kJ/mm) | ZTA (perfil central - mm) | ZTA GG (mm) |
|------------------|----------------------------|--------------------------------------|------------------------|
| FCAW | 0.6 | 2.5 | 0.8 |
| | 0.9 | 3.4 | 1.0 |
| | 1.2 | 4.2 | 1.5 |
| GMAW | 0.6 | 2.4 | 0.6 |
| | 0.9 | 2.8 | 0.9 |
| | 1.1 | 3.1 | 0.8 |
| GTAW | 0.6 | 2.7 | 1.0 |
| | 1.1 | 3.2 | 1.1 |
| | 1.3 | 3.6 | 1.4 |

Comparando as micrografias obtidas com as referências levantadas, pode-se dizer que a fase predominante na zona de grãos grosseiros é a martensita em ripas. Sua morfologia característica, de grãos alongados dentro do contorno da austenita prévia, e também o fato deste aço ser baixo carbono levaram a essa conclusão.

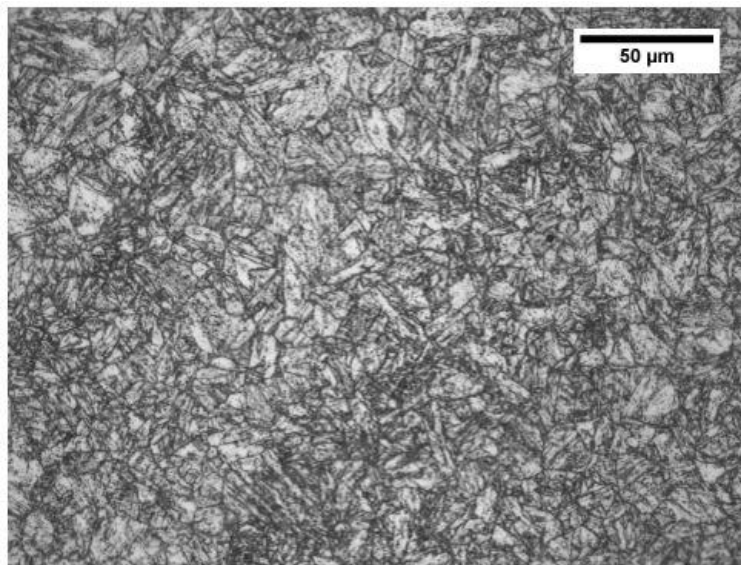
4.3.2. Amostras com tratamento térmico

Comparando as micrografias antes e depois dos tratamentos pode-se claramente perceber o efeito do revenimento, como pode ser observado nas figuras realizadas nas amostras de energia de soldagem 0,855 kJ/mm para o processo GMAW, e nas condições extremas de tratamentos térmicos, a menor temperatura e menor duração e também a maior temperatura e a maior duração. As micrografias foram agrupadas por zona da ZTA (zona de grãos grosseiros e zona de grãos finos) e metal de base, que podem ser observadas a partir da figura 55 até a figura 63.



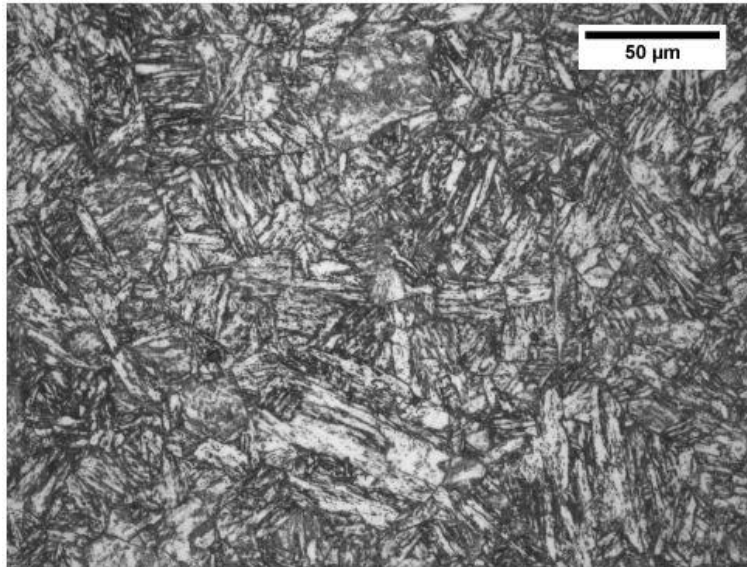
Como soldado

Figura 55: Micrografias da região de grãos grosseiros da condição como soldado com 500x de aumento.



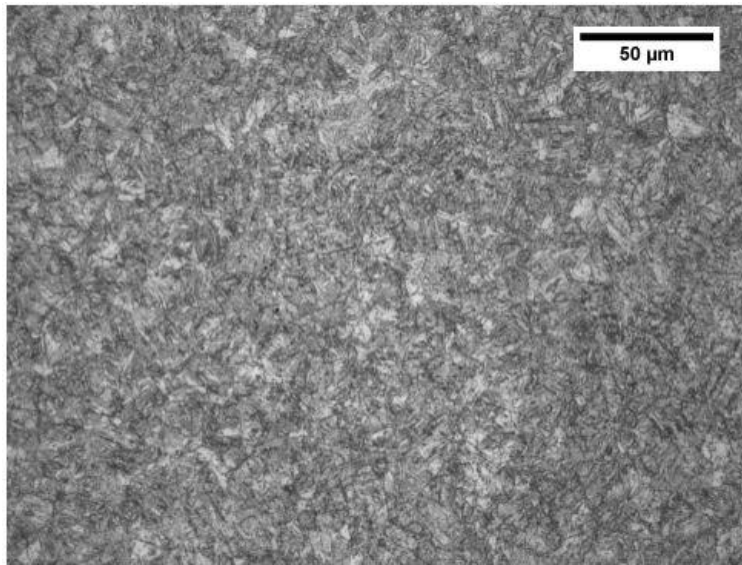
TT: 560°C/2h

Figura 56: Micrografias da região de grãos grosseiros da condição tratado à 560°C por 2h com 500x de aumento.



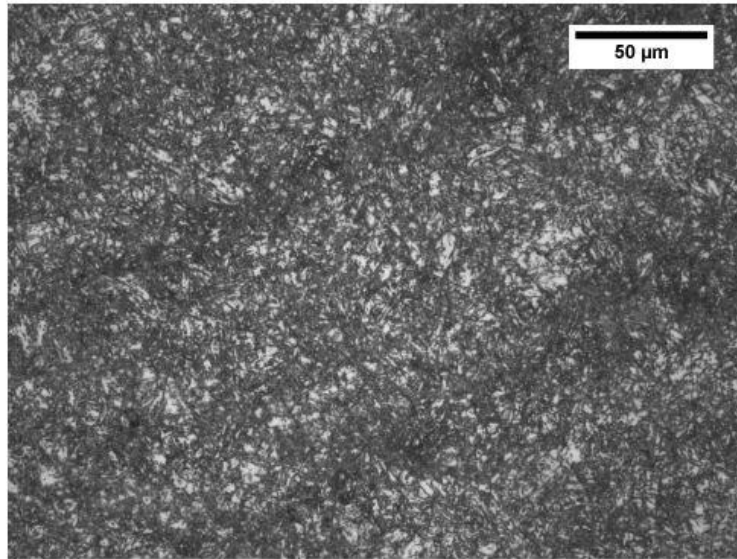
TT: 580°C/3h

Figura 57: Micrografias da região de grãos grosseiros da condição tratado à 580°C por 3h com 500x de aumento.



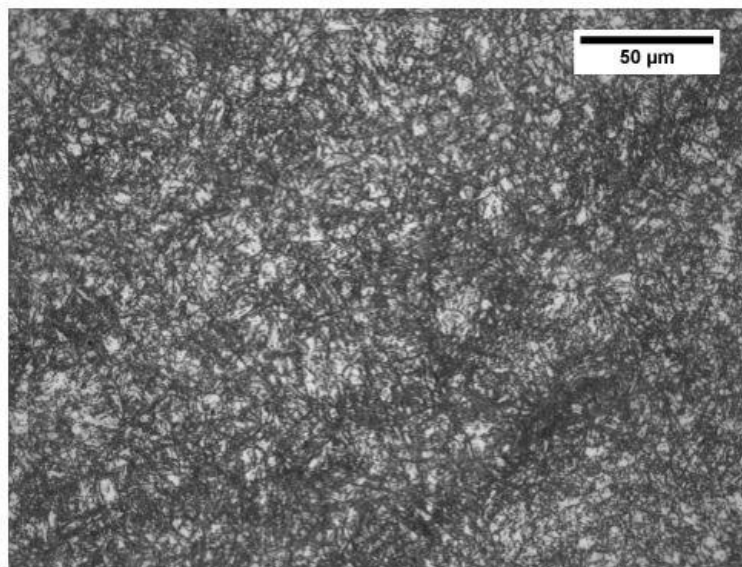
Como soldado

Figura 58: Micrografias da região de grãos finos da condição como soldado com 500x de aumento.



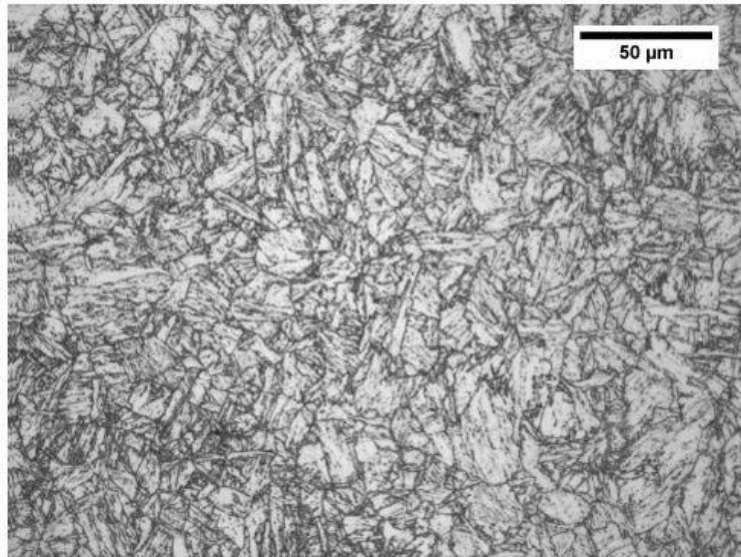
TT: 560°C/2h

Figura 59: Micrografias da região de grãos finos da condição tratado à 560°C por 2h com 500x de aumento.



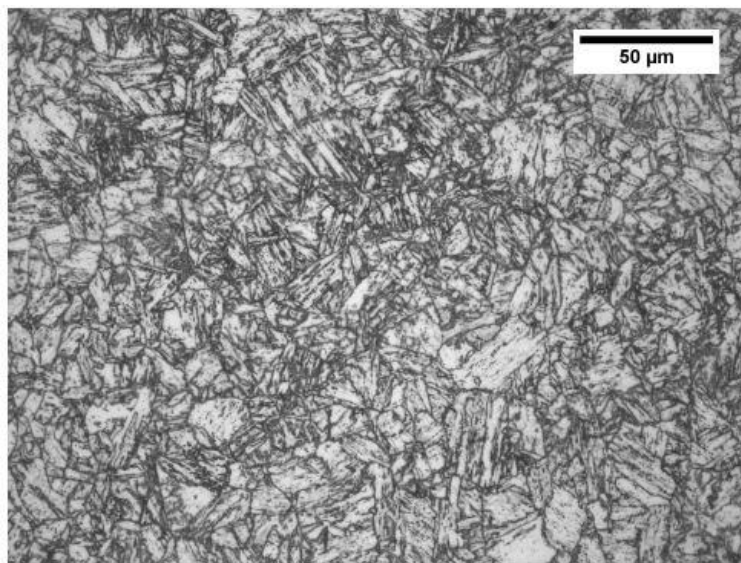
TT: 580°C/3h

Figura 60: Micrografias da região de grãos finos da condição tratado à 580°C por 3h com 500x de aumento.



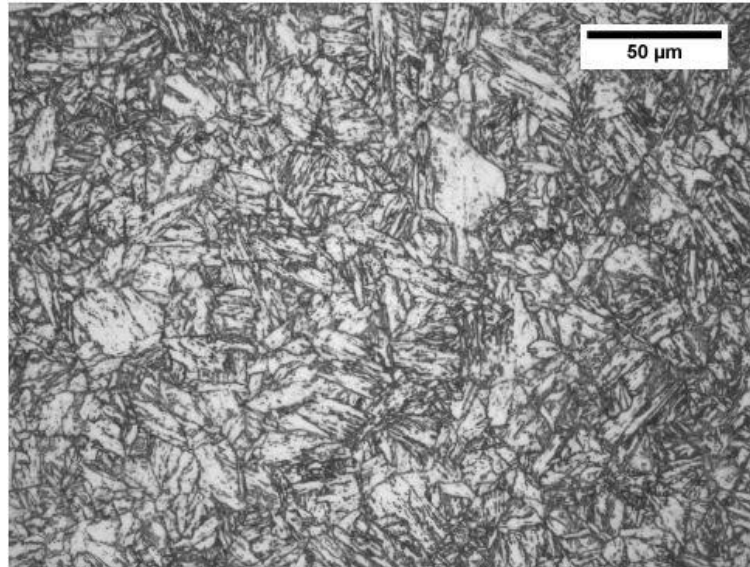
Como soldado

Figura 61: Micrografias da região de metal base da condição como soldado com 500x de aumento.



TT: 560°C/2h

Figura 62: Micrografias da região de metal base da condição tratado à 560°C por 2h com 500x de aumento.



TT: 580°C/3h

Figura 63: Micrografias da região de metal base da condição tratado à 580°C por 3h com 500x de aumento.

Na região de grãos grosseiros, como já foi dito anteriormente, na condição como soldado é clara a predominância da martensita, como observado nas referências, e após os tratamentos térmicos a estrutura passa a apresentar uma estrutura muito semelhante àquela do metal base, ou seja, o revenimento produziu uma estrutura predominantemente ferrítica.

Na região de grãos finos, que foi verificada como a região na qual a estrutura apresenta uma homogeneidade na microestrutura, que apresenta o mesmo aspecto durante uma certa extensão porém não é possível a identificação dos contornos de grãos. Mas é possível perceber que com os tratamentos térmicos mais fases se acumularam entre os contornos de grãos, gerando uma imagem mais escura.

Quanto ao metal base, não se pôde afirmar que uma mudança radical foi feita, muito provavelmente pelo fato de que os tratamentos aplicados estavam com os parâmetros dentro da faixa aplicada na fabricação deste aço.

Além da martensita e da ferrita, não se pôde verificar através desta técnica a presença das outras possíveis fases, como a bainita, austenita e cementita.

Para melhor comparação entre as imagens, estas foram reagrupadas da figura 64.

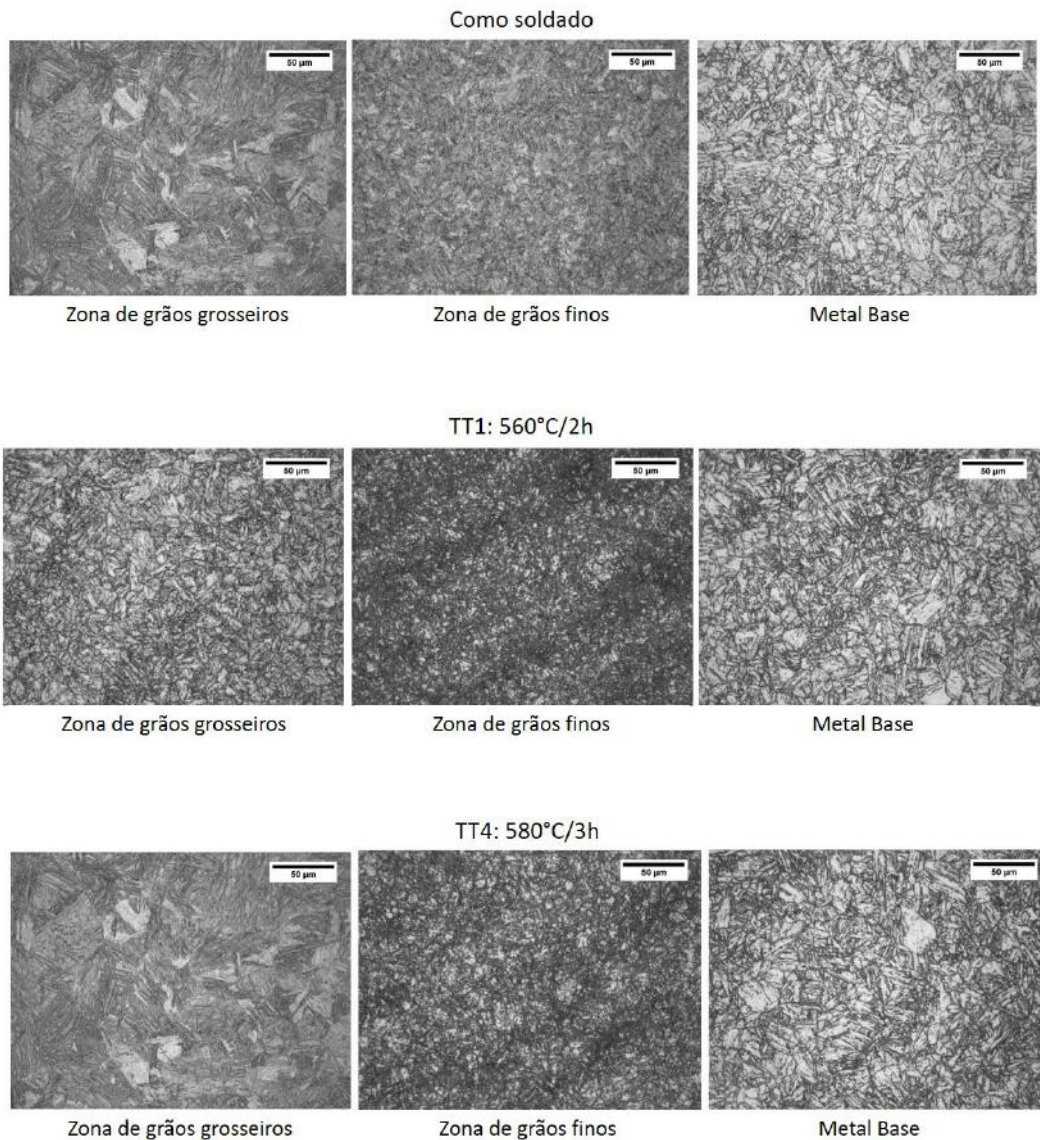
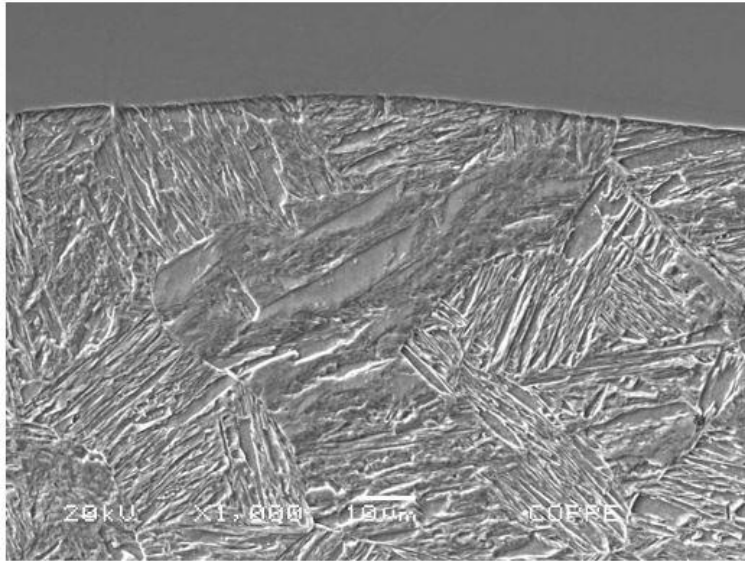


Figura 64: Resumo das microscopias óticas, regiões da solda para diferentes condições.

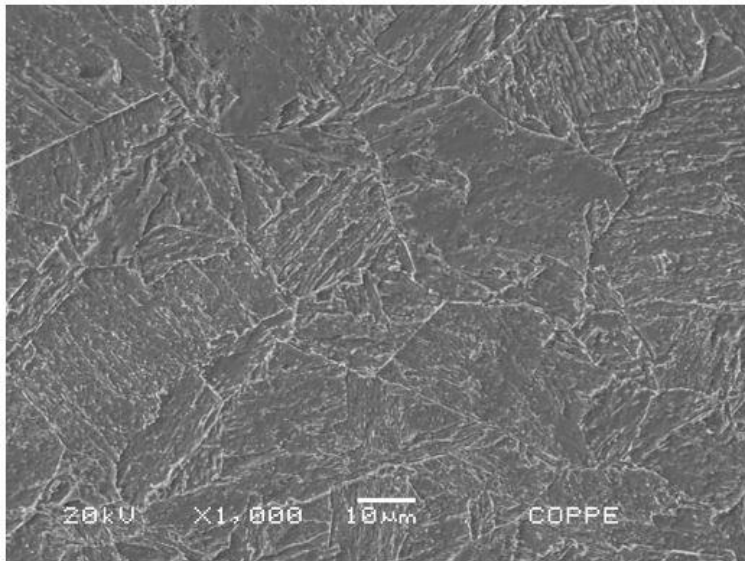
4.4. Microscopia eletrônica de varredura

Os resultados das análises sobre os imagens geradas pelo microscópio eletrônico de varredura, bem como as micrografias, podem ser observadas a partir da figura 65 até a figura 73. Estas também seguem a mesma ordem que as imagens geradas pelo microscópio ótico.



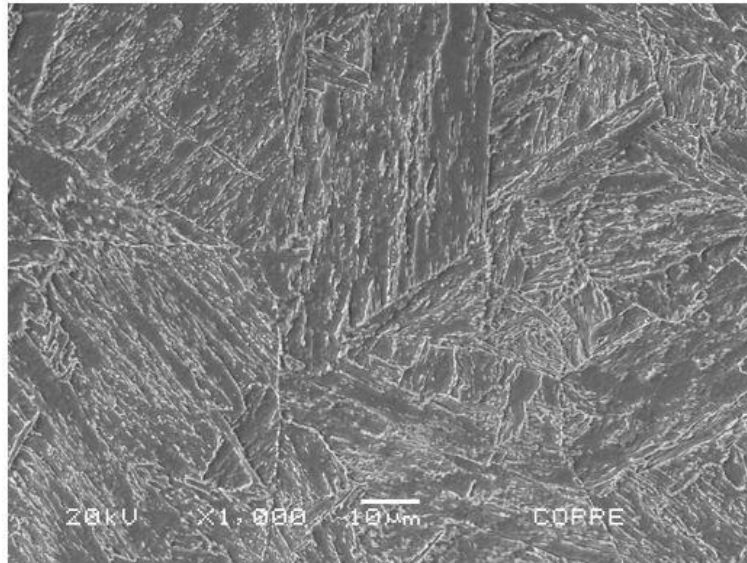
Como soldado

Figura 65: Micrografias da região de grãos grosseiros da condição como soldado com 1000x de aumento.



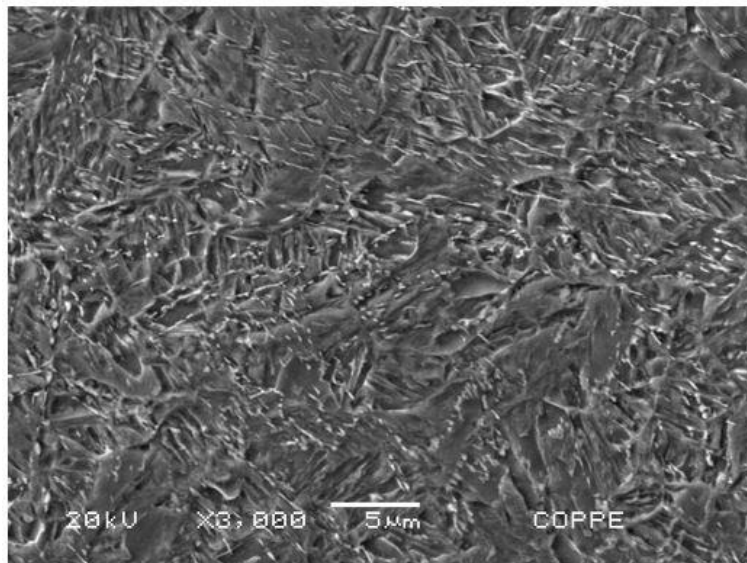
TT1: 560°C/2h

Figura 66: Micrografias da região de grãos grosseiros da condição tratado à 560°C por 2h com 1000x de aumento.



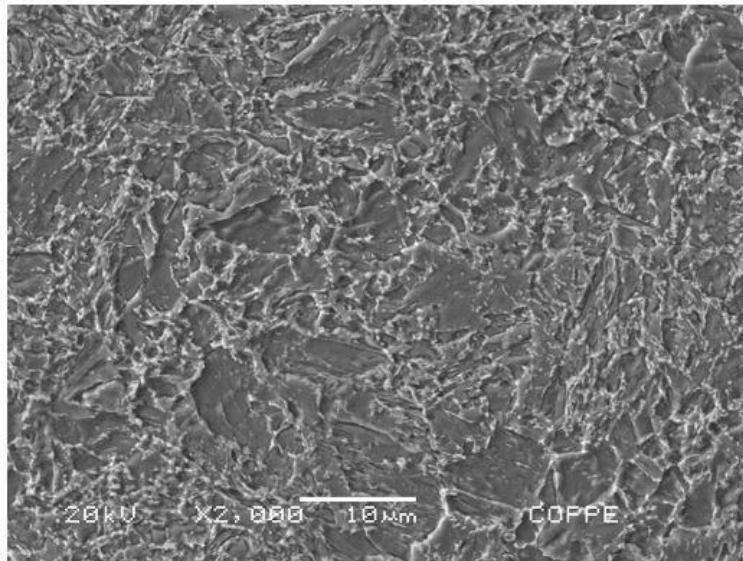
TT4: 580°C/3h

Figura 67: Micrografias da região de grãos grosseiros da condição tratado à 580°C por 3h com 1000x de aumento.



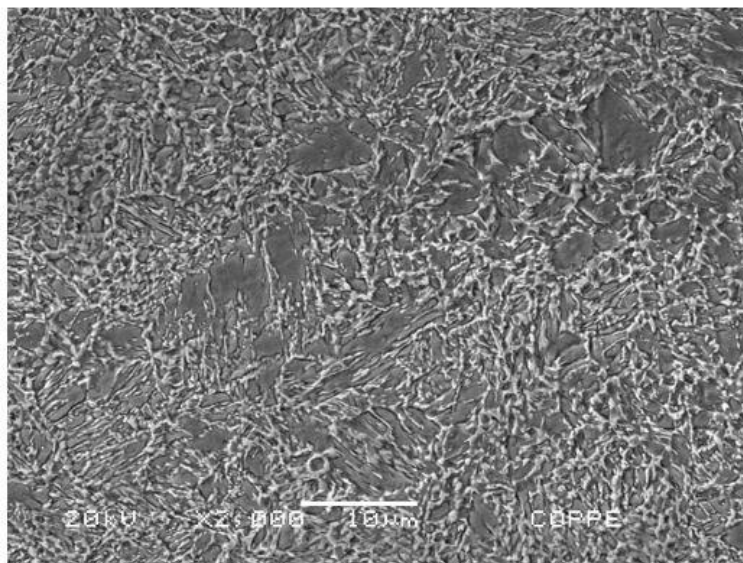
Como soldado

Figura 68: Micrografias da região de grãos finos da condição como soldado com 3000x de aumento.



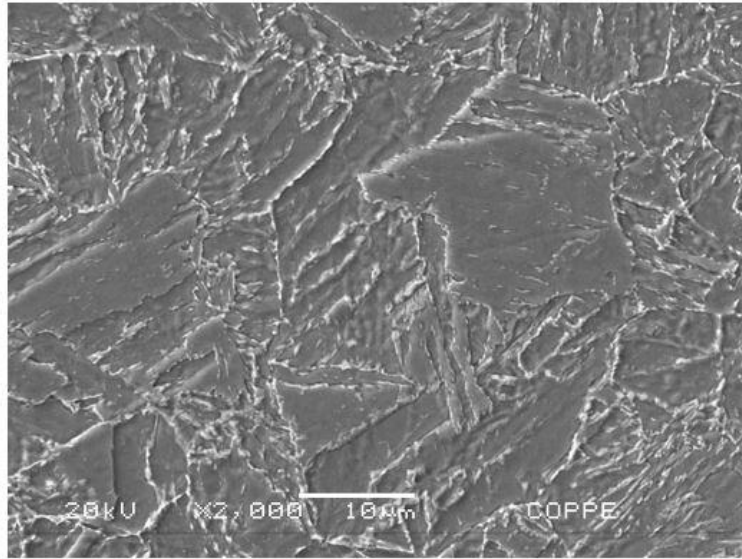
TT1: 560°C/2h

Figura 69: Micrografias da região de grãos finos da condição tratado à 560°C por 2h com 2000x de aumento.



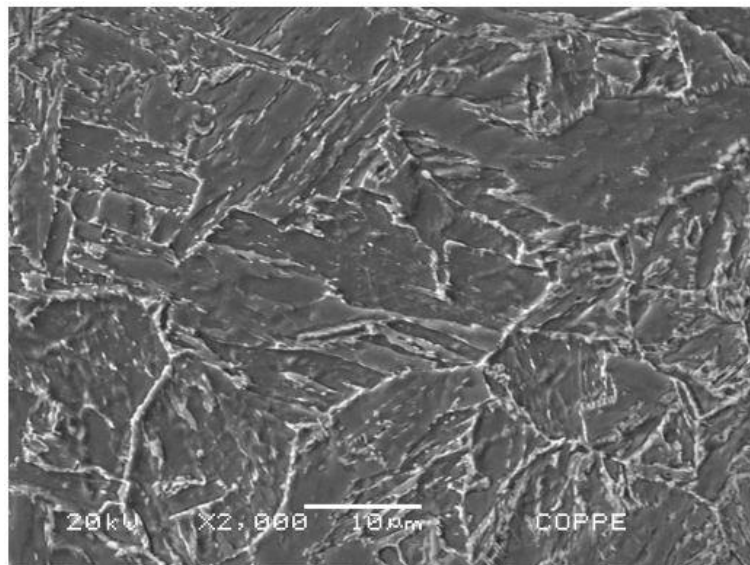
TT4: 580°C/3h

Figura 70: Micrografias da região de grãos finos da condição tratado à 580°C por 3h com 2000x de aumento.



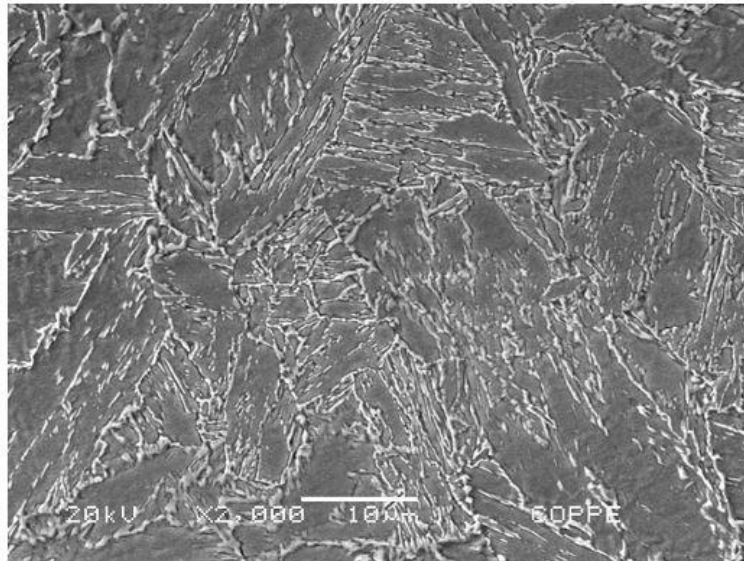
Como soldado

Figura 71: Micrografias da região de metal base da condição como soldado com 2000x de aumento.



TT1: 560°C/2h

Figura 72: Micrografias da região de metal base da condição tratado à 560°C por 2h com 2000x de aumento.



TT4: 580°C/3h

Figura 73: Micrografias da região de metal base da condição tratado à 580°C por 3h com 2000x de aumento.

Primeiramente, o revenimento da martensita, que ao ser observada no estado como soldado, apresenta a clara marcação dos contornos de suas ripas, e nos estados tratados termicamente essa verificação não pode mais ser feita com tal precisão, indicando que foi revertida em ferrita, carbeto, austenita e possivelmente bainita. Esta última será mais detalhada posteriormente.

Na região de grãos finos, percebe-se que há um refinamento da estrutura, que é maior no tratamento mais extremo (maior temperatura e duração). Também se observa um refino de grão analisando as imagens do metal de base, porém menos efetivo do que aquele na zona de grãos finos.

Sobre a bainita, foram capturadas imagens com maiores aumentos nas regiões de grãos grosseiros, em alguns grãos com uma segunda fase dispersa, e alinhada. Na condição de tratado à 560°C por 2h, observou-se uma microestrutura de maior semelhança com as referências sobre bainita neste aço, como mostrado na figura 74.

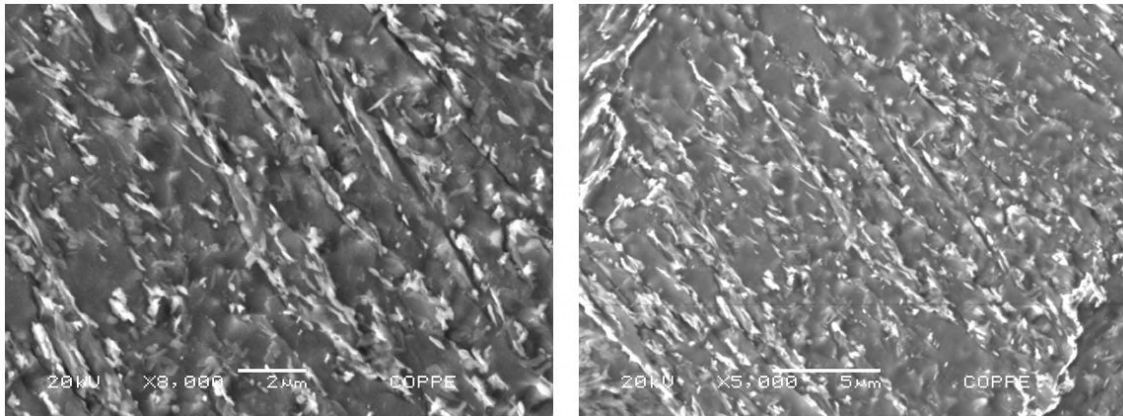


Figura 74: Micrografias com diferentes aumentos para região bainítica.

Além dessas análises, foram realizados *spots* e perfis de EDS (Energy Dispersive X-ray Detector), que apresentaram resultados semelhantes e sem variações de composição química em função das possíveis transições de fases. Um exemplo de região observada é apresentado na figura 75, bem como seu resultado, no gráfico apresentado na figura 76.

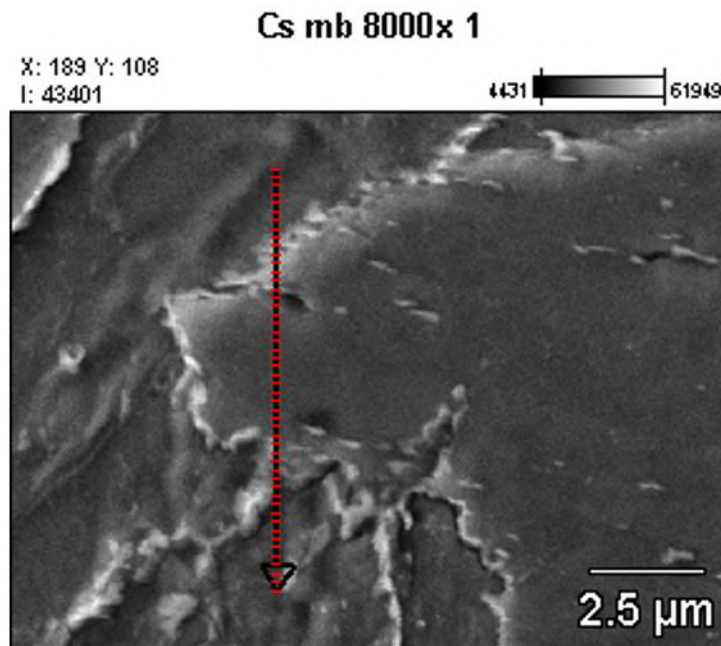


Figura 75: Micrografia de grão de ferrita da região do metal de base cortado pelo perfil observado.

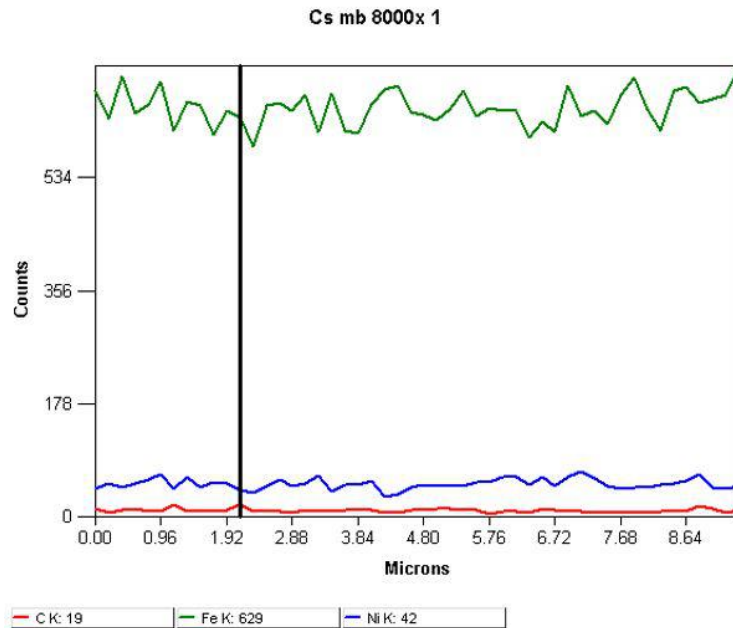


Figura 76: Perfil de teores dos elementos Fe, Ni e C, obtido por EDS

A figura 75 é a micrografia com 8000x de aumento na região do metal base na qual selecionou-se um grão para ser atravessado por um perfil de EDS, representado pela seta com pontos vermelhos. A figura 76 mostra o resultado dos teores de Fe, Ni e C nos postos deste perfil. Não se detecta nenhum pico evidente, e as pequenas oscilações também não puderam ser associadas a segregações nos contornos, nem a algum precipitado, foram consideradas erros da medida somada a heterogeneidade química da amostra.

4.5. Microscopia de Força atômica - AFM

Os resultados obtidos da análise da amostra no estado como soldada pelo processo GMAW com aporte de 0,855 kJ/mm e atacada com nital foram compilados na figura 77. Este gráfico mostra o relevo da superfície da amostra, representado pelos altos e baixos do gráfico e também mostra o gradiente entre as fases magnéticas e não magnéticas, no qual as cores mais avermelhadas representam as fases magnéticas e as cores escuras as fases não magnéticas.

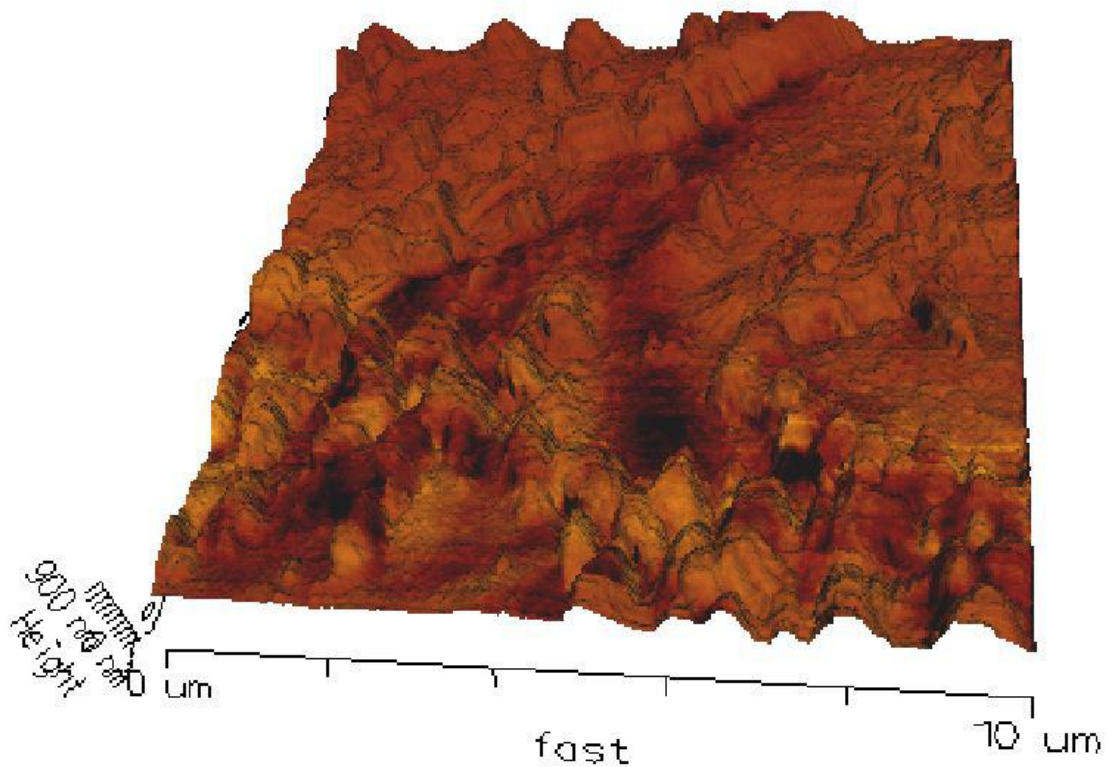


Figura 77: Micrografia 3D sobrepondo as informações de relevo com contraste entre as regiões magnéticas e não magnéticas

Podemos observar a predominância da fase magnética, associada a matriz ferrítica. Sobre o relevo pode-se observar a presença de vales, que são associados aos contornos de grão ressaltado pelo ataque químico. Nestes vales encontram-se as fases não magnéticas, e com morfologia alongada, visto que as referências indicam que uma morfologia como esta para a austenita, associa-se essa fase não magnética à austenita.

5. Conclusão

Sobre as macrografias pode-se verificar que para os aportes estudados, as linhas de fusão para os processos GMAW e FCAW apresentaram formas parecidas, enquanto o GTAW apresentou uma linha de fusão anormal, bem como a menor extensão da zona de grãos grosseiros na região de maior penetração.

Quanto às microdurezas, os perfis não apresentaram claramente um pico de dureza relacionada a zona de grãos grosseiros, nem uma zona macia relacionada a zona de grãos finos, o que se verificou foi uma uniformidade dos valores de durezas por toda a ZTA. Com efeito dos tratamentos térmicos foi possível abaixar esses valores em média 200 HV.

Dentre os tratamentos térmicos realizados, o que gerou melhores resultados e melhor custo benefício foi o de 580°C por 2h, pois sua dureza média foi menor do que as referentes a temperatura de 560°C, e ao se aumentar o tempo de tratamento para 3h, não houve nenhuma mudança significativa.

As micrografias obtidas no microscópio ótico nos permitiram diferenciar as microestruturas de cada região da solda, principalmente a ZTA, nas zonas de grãos grosseiros e zona de grãos finos antes e depois dos tratamentos térmicos.

Na zona de grãos grosseiros é nítida a presença de martensita, que é revenida com o tratamento térmico, gerando uma microestrutura ferrítica, que é semelhante a microestrutura do metal base, com a fragmentação dos antigos contornos das ripas de martensita possivelmente transformados em austenita, cementita e bainita, porém estas não puderam ser resolvidas com esse tipo de análise.

Na zona de grãos finos identifica-se com menor precisão a martensita, mas através dos ensaios de microdureza, pôde-se afirmar que nessa região havia martensita, e que esta também foi revertida, tal qual na zona precedente, produzindo fases com dureza inferior, como a ferrita.

No metal de base, pouca ou quase nenhuma diferença foi notada, em função dos tratamentos realizados terem parâmetros muito próximos àqueles realizados na fabricação deste aço.

Com as análises do microscópio eletrônico de varredura, foi possível identificar mais fases, como a bainita, presente na zona de grãos grosseiros após o tratamento térmico. Não foi possível quantificá-la, mas sua presença foi determinada através de comparação com referências.

Por fim, as análises com AFM permitiram resolver uma fase não magnética nos contornos de grão de ferrita do metal base, que caracterizou-se como a austenita revertida.

6. Sugestões para trabalhos futuros

De acordo com o presente trabalho, são sugeridos para trabalhos futuros:

- Para melhor estudo dos tratamentos térmicos, deve-se realizar alguns tratamentos com temperaturas superiores as praticadas e com duração também superior. Temperaturas e tempos menores não seriam efetivas, visto que temperaturas mais baixas podem se encontrar na faixa de fragilização ao revenido e tempos menores não provocariam mudanças significativas para a espessura do tubo estudado.
- Aprofundamento nas áreas de corrosão, visto que poucas referências foram obtidas neste âmbito. Também no campo da fragilização ao hidrogênio.
- Possibilidade de realizar nanodureza sobre as fases não magnéticas para ter uma prova definitiva da presença da austenita, e assim poder utilizar a análise com AFM para quantificação da austenita presente nas diferentes regiões da solda.

Referências Bibliográficas

- [1] R. H. THARBY, D. J. H., FLANNERY, J. W. “Welding 9%nickel steel - a review of current practices”, *Proceedings of the Conference on Welding Low Temperature Containment Plant, TWI*, , n. 10, 1973.
- [2] THE INTERNATIONAL NICKEL COMPANY. *Low Temperature Properties of Nickel Alloy Steels*. paper, 1975.
- [3] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *A333/A333M-11: Standard Specification for Seamless and Welded Steel Pipe for Low-Temperature Service*. West Conshohocken (Philadelphia), 2011.
- [4] CHIAVERINI, V. *Aços e Ferros Fundidos*. 7 ed. São Paulo, Brasil, ABM, 1996.
- [5] Q AHSAN, A. H. “9% Nickel Steels and Their Welding Behavior”, *Elsevier ...*, pp. 135 – 149, 2014.
- [6] A. W. PENSE, R. D. S. “Fracture Toughness and Related Characteristics of the Cryogenic Nickel Steels”, *Welding Research Council Bulletin*, , n. 205, 1975.
- [7] RODRIGUES, C. R. *Avaliação das transformações de fase do aço com 9% Níquel e das zonas termicamente afetadas simuladas in situ com difração de raios-x síncrotron*. Dissertação de doutorado, Programa Francisco Eduardo Mourão Saboya de Pós-graduação em Engenharia Mecânica - UFF, Niterói, Brasil, 2016.
- [8] DUPONT J. N., LIPPOLD J. C., K. S. D. *Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-Base Alloys*. 1 ed. New Jersey, JOHN WILEY AND SONS, INC, 2009.
- [9] ROTARY TUBE PIERCING. *Roll piercing or Mannesmann process*. http://thelibraryofmanufacturing.com/rotary_tube_piercing.html.
- [10] VALLOUREC. <http://www.vallourec.com/>. Acessado em: 14 nov. 2016.
- [11] J. R. STRIFE, D. E. P. “The effect of heat treatment on microstructure and cryogenic fracture properties in 5Ni and 9Ni Steel”, *Metallurgical Transactions A*, v. 11A, pp. 1343–1350, 1980.
- [12] J. P. FRASER, G. G. E. “Influence of metallurgy variables on resistance of steels to sulfide corrosion cracking”, v. 14.
- [13] A. ZEEMAN, G. E. “9% Ni alloy steel for H2S Service”, *ISSN*, , n. 4361.

- [14] AMERICAN SOCIETY OF MECHANICAL ENGINEERS. *ASME B31.3 - 2008: Process Piping*. New York, NY, 2008.
- [15] KRAUSS, G. *Steels: Heat Treatment and Processing Principles*. 5 ed. Ohio, ASM International, 1997.
- [16] S. KHODIR, T. SHIBAYANAGI, M. T. “Microstructural evolution and mechanical properties of high strength 3–9welding”, *Materials and Design*, 2014.
- [17] K. PARTIN, K. O. FINDLEY, C. J. V. T. “Microstructural and alloy influence on the low-temperature strengthening behavior of commercial steels used as plates”, *Materials Science and Engineering A*, , n. 527, pp. 5143–5152, 2010.
- [18] H. KAWATA, K. SAKAMOTO, T. M. S. M. T. F. T. M. “Crystallography of ausformed upper bainite structure in Fe-9Ni-C alloy”, .
- [19] T. FURUHARA, H. KAWATA, S. M. T. “Crystallography of upper bainite in Fe-9Ni-C alloys”, .
- [20] GIESSIBL, F. J. “Advances in atomic force microscopy”, v. 75.
- [21] N. M. AMER, G. M. “Atomic Force Microscopy”. .
- [22] V. A. ALVES, A. M. PAQUIM, A. C. C. M. B. “The nanostructure and microstructure of steel: Electrochemical Tafel behavior and atomic force microscopy”, .
- [23] INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. *R857-2:2005: Part 1: Welding and allied processes — Vocabulary — Part 1: Metal welding processes*. 2005.
- [24] MARQUES P. V., MODENESI P. J., B. A. Q. *Soldagem: Fundamentos e Tecnologia*. 3 ed. Belo Horizonte, MG, Brasil, Editora UFMG, 2014.
- [25] FREEDMAN, Y. . *Física III: Eletromagnetismo*. 12 ed. São Paulo, Brasil, Pearson, 2009.
- [26] THE WELDING INSTITUTE. *What is the difference between heat input and arc energy?* <http://www.twi-global.com/technical-knowledge/faqs/material-faqs/faq-what-is-the-difference-between-heat-input-and-arc-energy/>. Acessado em: 13 nov. 2016.
- [27] LIPPOLD, J. C. *Welding Metallurgy and Weldability*.
- [28] O’Brient, A. (Ed.). *Welding Handbook: volume 2 - Welding processes, part 1*.

- [29] EISELSTEIN, H. L., TILLACK, D. J. “The invention and definition of alloy 625”, *Inco Alloys International, Inc*, 1991.
- [30] SHOEMAKER, L. E. “Alloys 625 and 725: Trends in properties and applications”, *The Minerals, Metals and Materials Society*, 2005.
- [31] DE OLIVEIRA, G. L. G. “Soldagem dissimilar dos aços AISI 8630M e ASTM A182 F22 para aplicações subaquáticas.” .
- [32] M. HIGUCHI, H. SAKAMOTO, S. T. “A study on weld repair through half bead method”, v. 13, n. 2.
- [33] AZEVEDO, A. G. “Aplicação da técnica da dupla camada na soldagem do aço ABNT 1045” . .