

EVOLUÇÃO DAS TENSÕES RESIDUAIS E SUA RELAÇÃO COM A  
“MISORIENTAÇÃO” MICROESTRUTURAL DE UM AÇO ASTM DH36 APÓS  
SOLDAGEM

Giancarlo Franko Sanchez Chavez

Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Oceânica, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Engenharia Oceânica.

Orientadores: Segen Farid Estefen  
Tetyana Gurova

Rio de Janeiro  
Março de 2017

EVOLUÇÃO DAS TENSÕES RESIDUAIS E SUA RELAÇÃO COM A  
“MISORIENTAÇÃO” MICROESTRUTURAL DE UM AÇO ASTM DH36 APÓS  
SOLDAGEM

Giancarlo Franko Sanchez Chavez

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

Examinada por:

---

Prof. Segen Farid Estefen, Ph.D.

---

Prof. Tetyana Gurova, D.Sc.

---

Prof. José Brant de Campos, D.Sc.

---

Prof. Theodoro Antoun Netto, Ph.D.

---

Prof. Fernando Luiz Bastian, Ph.D.

---

Prof. Edmilson Monteiro de Souza, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

MARÇO DE 2017

Sanchez Chavez, Giancarlo Franko

Evolução das tensões residuais e sua relação com a “misorientação” microestrutural de um aço astm dh36 após soldagem/Giancarlo Franko Sanchez Chavez. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2017.

XVIII, 145 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadores: Segen Farid Estefen

Tetyana Gurova

Tese (doutorado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Oceânica, 2017.

Referências Bibliográficas: p. 134-145.

1. Misorientação. 2. Tensões residuais de soldagem. 3. Concentração de deformações. I. Estefen, Segen Farid, *et al.* II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Oceânica. III. Título.

## DEDICATÓRIA

*Dedico este trabalho a  
meus pais Arnaldo  
Sanchez Tejada, Raquel  
Chavez Paredes e a  
minha filha Luciana  
Sanchez Zegarra.*

## **AGRADECIMENTOS**

Gostaria de agradecer cordialmente:

A meus pais pelo apoio e pela ajuda oferecida em todo o período da realização da tese de doutorado.

A meus orientadores Segen Farid Estefen e Tetyana Gurova por haver me dado a oportunidade de realizar o doutorado.

A Stuart Wright do EDAX (USA) e ao professor Anatole Leontiev pelas ideias e aportes oferecidos na tese de doutorado.

Ao Instituto SENAI de Tecnologia de Solda (IST solda) de Rio de Janeiro por haver oferecido os equipamentos necessários para a realização da parte experimental da tese, em especial a Lincoln Silva Gomes, Suzana Bottega Peripolli, Leandro Guimaraes de Oliveira, Jose Luis Montalvo Andia e Jose Geraldo.

A Marcelo Martins e Marcelo de Oliveira Costa, a toda a equipe técnica e administrativa do Laboratório de Tecnologia Submarina da COPPE/UFRJ pela amizade oferecida.

A uma grande amiga Carola Zegarra Delgado pela ajuda oferecida desde Peru.

A Katherine Beltrán por ser uma grande amiga nos momentos difíceis, a Claudio, Manuel, Angela, Sandra, Camila pela amizade oferecida e a meus amigos de laboratório Eldred, Jose Luis, John, Carlos, Paulo e Vitor.

À Petrobras S. A. pela bolsa de doutorado PRH-03 concedida.

Finalmente a todos que, direta ou indiretamente, ajudaram na execução do presente trabalho.

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

EVOLUÇÃO DAS TENSÕES RESIDUAIS E SUA RELAÇÃO COM A  
“MISORIENTAÇÃO” MICROESTRUTURAL DE UM AÇO ASTM DH36 APÓS  
SOLDAGEM

Giancarlo Franko Sanchez Chavez

Março/2017

Orientadores: Segen Farid Estefen

Tetyana Gurova

Programa: Engenharia Oceânica

A tensão residual é um parâmetro importante a ser estudado para garantir a confiabilidade e a resistência de estruturas e evitar suas futuras falhas. Um particular fenômeno com relação às mudanças das tensões residuais de soldagem com o passar do tempo foi recentemente observado com o equipamento para avaliação de tensões residuais RAYSTRESS. Um estudo da misorientação de contornos de grão foi realizado com o objetivo de explicar este fenômeno pela alteração da microestrutura. Para a análise da microestrutura foi utilizada a simulação termomecânica com equipamento Gleeble®3800 e a microscopia eletrônica de varredura em combinação com a técnica de difração de elétrons retroespalhados (MEV-EBSD). Um dos procedimentos experimentais determinantes para a comprovação da tese envolveu a simulação da amostra por duas horas e sua posterior colocação em câmara de vácuo do MEV, sendo então realizadas análises da microestrutura durante uma semana com a técnica EBSD. Os resultados obtidos indicam que durante esta semana de análises há uma mudança da misorientação da microestrutura, comprovando assim a correlação entre a variação das tensões residuais e a mudança da misorientação da microestrutura. A obtenção desse resultado, comprovando o fenômeno associado à variação de tensões residuais após a conclusão do procedimento de soldagem, tem implicações práticas para o projeto e construção de estruturas soldadas, em especial no caso de navios, em que se tem o aço estudado como representativo deste tipo de estrutura soldada.

Abstract of Thesis presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Science (D.Sc.)

EVOLUTION OF THE RESIDUAL STRESSES AND ITS RELATIONSHIP WITH THE  
MICROSTRUCTURAL “MISORIENTATION” OF THE ASTM DH36 STEEL AFTER OF  
WELDING

Giancarlo Franko Sanchez Chavez

March/2017

Advisors: Segen Farid Estefen

Tetyana Gurova

Department: Ocean Engineering

The residual stress is an important parameter to be studied in order to guarantee reliability and resistance of the structures and to avoid their future failures. A particular phenomenon about residual welding stress changes over time has recently been observed with the residual stress evaluation equipment RAYSTRESS. A study of the grain boundaries misorientation has been carried out with the purpose of explaining this phenomenon by the microstructure alteration. For the analysis of the microstructure, thermomechanical simulation with Gleeble®3800 equipment and scanning electronic microscopy in combination with backscattered electron diffraction (SEM-EBSD) technique were used. One of the relevant experimental procedures for the verification of the thesis involved the simulation of the sample for two hours and its subsequent placement in a vacuum chamber of the SEM, and then the microstructure analyses were carried out for a week with the EBSD technique. The results indicate that during this week there was a change in the misorientation of the microstructure, thus proving the correlation between the variation of the residual stresses and the change in the misorientation of the microstructure. The obtained results confirming the phenomenon associated with the residual stress variation after the completion of the welding procedure, have practical implications for the design and construction of welded structures, especially in the case of ships, in which the studied steel is representative of this type of welded structure.

## ÍNDICE

LISTA DE TABELAS.....	xvii
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS .....	xviii
1 INTRODUÇÃO.....	1
1.1 OBJETIVOS .....	2
1.2 ORGANIZAÇÃO DA TESE.....	2
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
2.1 INTRODUÇÃO AOS AÇOS NAVAIS COM ÊNFASE SOBRE AS TENSÕES RESIDUAIS E MICROESTRUTURA .....	4
2.1.1 Descrição Geral de Aços Navais.....	4
2.1.2 Aço para Construção Naval ASTM DH36 .....	5
2.1.3 Transformação de Fase a Partir da Austenita .....	5
2.1.4 Efeitos da Transformação de Fases Sobre as Tensões Residuais de Soldagem .....	6
2.1.5 Propriedades Mecânicas de Alguns Microconstituintes.....	8
2.3 DISCORDÂNCIAS .....	10
2.3.1 Contornos de Grão .....	11
2.3.1.1 Contornos de Grão de Baixo Ângulo .....	11
2.3.1.2 Contornos de Grão de Alto Ângulo .....	13
2.3.1.3 Energia de Contornos de Grão de Alto e Baixo Ângulo .....	14
2.3.2 Relação entre Discordâncias e a Deformação Plástica .....	15
2.3.3 Movimento de Discordâncias .....	16
2.4 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETRO-ESPALHADOS (EBSD) .....	17
2.4.1 Principais Componentes do EBSD.....	18
2.4.2 Principais Etapas no Processo de Caracterização de Uma Amostra por EBSD.....	20
2.4.3 Aspectos Importantes Sobre a Técnica EBSD .....	21
2.4.3.1 Corpo de Prova .....	21
2.4.3.2 Velocidade de Aquisição de Dados .....	21
2.4.3.3 Resolução Espacial .....	22
2.4.3.4 Precisão ou Resolução Angular.....	23
2.4.3.5 Pontos Não Indexados .....	24
2.4.3.6 Pontos Erroneamente Indexados .....	25
2.4.3.7 Limpeza de Pontos não Indexados.....	26
2.4.4 Medição de Grãos e Subgrãos.....	27



2.4.4.1 Método por Intercepção Linear .....	27
2.4.4.2 Fatores que Afetam a Precisão das Medições.....	28
2.4.4.2.1 Tamanho de Passo (Step Size) .....	29
2.4.4.2.2 Efeitos de Pontos Não Indexados .....	30
2.4.4.2.3 Limitações da Resolução Angular .....	30
2.4.5 Padrões de Kikuchi .....	31
2.4.6 Mapa de Orientação Cristalina ou Microscopia por Orientação de Imagem (OIM) .....	34
2.4.6.1 Qualidade de Imagem (IQ siglas em inglês) .....	35
2.4.6.2 Orientação Cristalográfica .....	36
2.4.7 Textura em Materiais .....	37
2.4.7.1 Microtextura em Materiais .....	38
2.4.8 Caráter de Contorno .....	38
2.4.8.1 Misorientação de Contorno de Grão.....	39
2.4.8.2 Plano do Contorno.....	40
2.4.8.3 Distribuição dos Ângulos de Contorno de Grão .....	40
2.4.8.4 Contornos de Coincidência.....	42
2.5 ANÁLISE DA DEFORMAÇÃO USANDO EBSD .....	43
2.5.1 Deformação Elástica .....	44
2.5.2 Deformação Plástica .....	45
2.5.3 Método de Kernel Usado em EBSD .....	47
2.5.4 Misorientação Média do Grão (GAM) .....	48
2.6 REGIÕES IMPORTANTES DA ZONA AFETADA PELO CALOR (ZAC).....	49
2.6.1 ZAC de Grão Grosso .....	49
2.6.2 ZAC de Grão Fino.....	50
2.6.3 ZAC da Região Intercrítica ou Parcialmente Transformada .....	51
2.6.4 ZAC da Região de Carbonetos Esferoidizados .....	51
2.6.5 Zona de Material Base não “Modificada” .....	51
2.6.6 Efeitos de Vários Passes de Solda na ZAC .....	52
2.7 CICLOS TÉRMICOS .....	53
2.7.1 Transferência de Calor na Soldagem.....	53
2.7.1.1 História Térmica .....	53
2.7.1.2 Ciclos Térmicos de Uma Solda Multipasse.....	56
2.8 TENSÕES RESIDUAIS DE SOLDAGEM .....	57
2.8.1 Tensões Residuais .....	57
2.8.2 Tensões Provocadas por Soldagem .....	58

2.8.3 Magnitude das Tensões Residuais .....	58
2.8.4 Evolução das Tensões Residuais de Soldagem ao Passar o Tempo.....	60
2.9 SIMULAÇÃO FÍSICA E TERMOMECAÂNICA .....	74
3 MATERIAIS E MÉTODOS .....	76
3.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO AÇO.....	76
3.2 ORGANOGRAMA DA PARTE EXPERIMENTAL DA TESE .....	77
3.3 SIMULAÇÃO COM O EQUIPAMENTO GLEEBLE® 3800.....	78
3.4 ANÁLISE COM A TÉCNICA DE DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETRO- ESPALHADOS ACOPLADA AO MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA (MEV-EBSD) .....	82
3.5 MEDIÇÃO DAS TENSÕES RESIDUAIS COM EQUIPAMENTO RAYSTRESS. ....	84
3.6 ANÁLISE DA MICROESTRUTURA COM MICROSCOPIA ÓPTICA .....	85
3.7 PROCESSO DE SOLDAGEM UTILIZADO PARA AS SOLDAS REAIS.....	85
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	87
4.1 REDISTRIBUIÇÃO DAS TENSÕES RESIDUAIS DE SOLDAGEM AO PASSAR O TEMPO .....	87
4.2 CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DO AÇO DH36 .....	88
4.2.1 Microscopia Óptica. ....	88
4.2.2 Microestrutura com EBSD e MEV .....	94
4.2.2.1 Microestrutura com EBSD e MEV do Material Base (MB).....	94
4.2.2.3 Microestrutura com EBSD e MEV da Zona Fundida (ZF) .....	102
4.3 EBSD DA ZAC <sub>S</sub> -GG-IC SIMULADA AO PASSAR O TEMPO COM AMPLIFICAÇÃO DE 500X .....	106
4.3.1 Microestrutura da ZAC <sub>S</sub> -GG-IC Simulada .....	106
4.3.2 Misorientação da ZAC <sub>S</sub> -GG-IC Simulada .....	111
4.3.3 Mudança das Deformações da ZAC <sub>S</sub> -GG-IC .....	112
4.4 EBSD DA ZAC <sub>S</sub> -GG-IC SIMULADA AO PASSAR O TEMPO COM AMPLIFICAÇÃO DE 2000X .....	116
4.4.1 Microestrutura da ZAC <sub>S</sub> -GG-IC .....	116
4.4.2 Misorientação da ZAC <sub>S</sub> -GG-IC Simulada .....	120
4.4.3 Mudança das Deformações da ZAC <sub>S</sub> -GG-IC .....	125
5 CONCLUSÕES.....	131
5.1 SUMÁRIO .....	131
5.2 CONCLUSÕES DA TESE .....	132
5.3 TRABALHOS FUTUROS .....	133
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	134

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2. 1. (a) perlita lamelar na matriz ferrítica e (b) banda de perlita na matriz ferrítica (GEFFROY <i>et al.</i> , 2011).....	5
Figura 2. 2. Produtos de transformação a partir da Austenita (adaptada de: Bhadeshia, 1995). ....	7
Figura 2. 3. Interação entre temperatura tensão e microestrutura (adaptada de: INOUE, WANG, 1985). ....	8
Figura 2. 4. Variação das propriedades em aços revenidos e temperados como uma função da temperatura (ANDERSSON, 1978). ....	9
Figura 2. 5. Orientação relativa dos cristais e contornos (a) contorno tipo tilt (b) contorno tipo twist (PORTER <i>et al.</i> , 2008). ....	11
Figura 2. 6. (a) Contorno de grão de baixo ângulo tipo twist (b) Contorno de grão de baixo ângulo tipo twist (PORTER <i>et al.</i> , 2008). ....	12
Figura 2. 7. Contorno de grão de alto ângulo (PORTER <i>et al.</i> , 2008). ....	13
Figura 2. 8. Variação da energia de contorno de grão em função da misorientação (PORTER <i>et al.</i> , 2008).....	14
Figura 2. 9. Mapa de orientação (Wright, 2009). ....	17
Figura 2.10. Geometria de um feixe de elétrons sobre a amostra (HUMPHERYS, 2001a). ....	19
Figura 2. 11. Representação esquemática do equipamento no MEV utilizado para análise com EBSD (Oxford Guia Boletim).....	19
Figura 2. 12. Resolução espacial, $\delta$ , dos padrões de Kikuchi (SCHWARZER <i>et al.</i> , 2009). ....	22
Figura 2. 13. Relação entre ruído de orientação e misorientação real para obter a misorientação medida (HUMPHERYS, 2001a). ....	24
Figura 2. 14. Padrões sobrepostos, obtidos no contorno de grão (WRIGHT, <i>et al.</i> , 2014). ....	25
Figura 2. 15. Mapas OIM e distribuição de ângulos de misorientação mostrando o impacto de limpeza de pontos (WRIGHT <i>et al.</i> , 2006b). ....	26
Figura 2. 16. Diagrama esquemático mostrando os píxeis de um mapa de orientação. (HUMPHERYS, 2001a).....	28
Figura 2. 17. a) Microestrutura de um aço Fe <sub>3</sub> Si, b) Distribuição do tamanho de grão do aço Fe <sub>3</sub> Si (SCHAYES, 2016).....	28
Figura 2. 18. Ótimo tamanho de passo em função da magnificação (CHEN, 2012a). .	29
Figura 2. 19. Mapa de orientação (HUMPHERYS, 2001a).....	30
Figura 2. 20. (a) Detector EBSD, (b)Padrões de Kikuchi do cadmiun em 20keV, adquiridos com uma câmara de vídeo análoga e (c) cubo inflado até tornar-se uma esfera (projeção estereográfica) representando os padrões de Kikuchi (SCHWARTZ <i>et al.</i> , 2009).....	31
Figura 2. 21. a) Simulação de Monte Carlo dos elétrons espalhados abaixo da superfície de uma amostra de cobre (energia incidente de 20keV), b) Ilustração esquemática da distribuição da energia dos elétrons retroespalhados (DINGLEY; FIELD, 1997). ....	32
Figura 2. 22. Esboço representando a indexação de alguns padrões de Kikukhi (THOMAS, 1978). ....	33

Figura 2. 23. Micrografia de orientação de imagem. Zonas escuras indicam baixo fator de qualidade de imagem (DINGLEY, FIELD, 1997). .....	35
Figura 2. 24. Mapa IQ mostrando os fatores que o valor da qualidade da imagem (WRIGHT <i>et al.</i> , 2011). .....	36
Figura 2. 25. Módulo elástico de um cristal como uma função da direção cristalina (ENGLER, RANDLE, 2010). .....	37
Figura 2. 26. Mapa de orientação mostrando em gris baixo ângulos e em preto alto ângulos (HUMPHERYS, 2001a). .....	41
Figura 2. 27. Mapa de padrão de qualidade com contornos de grão de alto ângulo de cor preto e contornos especiais (twins) de cor amarela (SAUKKONEM, 2011). .....	41
Figura 2. 28. Histogramas de misorientação de dois aços (a) Eurofer-97 e (b) ODS-Eurofer, austenitizados em 900, 1100 e 1300°C (ZILNYK, 2015). .....	42
Figura 2. 29. Aproximação da escala em comprimento (resolução espacial) versus a sensibilidade à deformação alcançada pelas técnicas que analisam a deformação. Aquelas em direção esquerda combinam superior resolução espacial e superior sensibilidade à deformação (WILKINSON <i>et al.</i> , 2009). .....	43
Figura 2. 30. Deformação da rede horizontalmente e esquema dos padrões sobrepostos (WRIGHT <i>et al.</i> , 2011). .....	44
Figura 2. 31. Esquema das discordâncias e contorno de subgrão (BREWER <i>et al.</i> , 2009). .....	45
Figura 2. 32. SSDs alterando a rede cristalina devido a duas discordâncias opostas (WRIGHT, <i>et al.</i> 2011). .....	46
Figura 2. 33. GNDs afetando os padrões obtidos por EBSD (WRIGHT, <i>et al.</i> 2011). ..	46
Figura 2. 34. Mapas de Kernel para (a) X60ss, (b) X60 e (c) Mostra HIC X60 testada (MOHTADI-BONAB, 2015). .....	47
Figura 2. 35. Mapa de misorientação média do grão (GAM). Os grãos são delineados com contornos pretos e foram construídos assumindo um ângulo de 5 graus de tolerância. ....	48
Figura 2. 36. (a) Representação da distribuição da temperatura máxima atingida na soldagem em função da distância ao eixo de solda, (b) Diagrama de fases Fe-C com a indicação das temperaturas máximas de soldagem e seu efeito sobre a microestrutura (COLPAERT, 2008a). .....	49
Figura 2. 37. (a) Detalhe da linha de fusão e região termicamente afetada da solda com arame tubular. Estão indicadas, junto à linha de fusão, no material base, duas regiões: (s) região sem segregação no material base (c) com segregação. (b) Esquema indicando as zonas de grãos grosseiros (GG) de um passe que são refinadas para granulação austenítica fina (GF) pelos passes subsequentes (COLPAERT, 2008). .....	52
Figura 2. 38. Ciclo térmico de soldagem em um ponto da junta soldada (GRANJON, 1991). .....	54
Figura 2. 39. Repartição térmica representando a ZAC de uma junta soldada (GRANJON, 1991). .....	55
Figura 2. 40. Ciclos térmicos para distâncias perpendiculares à linha de centro do cordão de solda (GRANJON, 1991). .....	55
Figura 2. 41. Ciclos térmicos de uma solda multipasse feitos em um ponto da ZAC perto da raiz e sem pré-aquecimento (GRANJON, H, 1991). .....	57

Figura 2. 42. Tensões residuais categorizadas segundo a escala de comprimento : tipo I ( $\sigma_I$ ) representa uma fração considerável do componente (macrotensão); tipo II ( $\sigma_{II}$ ) representa a fração comparável às dimensões do grão e tipo III ( $\sigma_{III}$ ) é menor que o tamanho do diâmetro do grão (microtensões) (WHITHERS, BHADSHIA 2001b). ....	59
Figura 2. 43. Grãos sob compressão e sob tensão depois de aplicada uma carga (HOSFORD, 2005). ....	60
Figura 2. 44. Equipamento portátil RAYSTRESS (GUROVA, LEONTIEV, 2009). ....	61
Figura 2. 45. Esquema de medição de tensões com o equipamento portátil RAYSTRESS. ....	62
Figura 2. 46. Equipamento Magnético para avaliação do estado das tensões mecânicas (GUROVA; LEONTIEV, 2009). ....	64
Figura 2. 47. Tensão residual longitudinal para soldagem com um eletrodo: todas as restrições removidas (linha continua) restrições internas removidas (linhas de traços) e todas as restrições sem remover (linha de traço e ponto) (ESTEFEN et. al., 2010). ....	65
Figura 2. 48. Tensão residual longitudinal para soldagem com dois eletrodos: todas as restrições removidas (linha continua) restrições internas removidas (linhas de traços) e todas as restrições sem remover (linha de traço e ponto) (ESTEFEN et. al., 2010). ....	65
Figura 2. 49. Distribuição final das tensões residuais, linha1: eletrodo único, linha 2: eletrodo duplo. (A) tensão longitudinal e (B) tensão transversal (ESTEFEN et. al., 2010). ....	66
Figura 2. 50. Valores absolutos das tensões longitudinais residuais de soldagem (ESTEFEN et. al., 2012). ....	67
Figura 2. 51. Valores absolutos das tensões transversais residuais de soldagem (ESTEFEN et. al., 2012). ....	67
Figura 2. 52. Valores absolutos das tensões cisalhantes máximas de soldagem (ESTEFEN et. al., 2012). ....	68
Figura 2. 53. Mapas da concentração cisalhante máxima. (A) um dia após a soldagem com restrições impostas, (B) dois dias após a soldagem e (C) duas semanas após a soldagem. Linhas vermelhas marcam a posição do cordão de solda (ESTEFEN et. al., 2012). ....	69
Figura 2. 54. Mapa de distribuição do fator de concentração da tensão cisalhante máxima. Medição no primeiro dia depois da solda (ESTEFEN et. al., 2013b). ....	70
Figura 2. 55. Mapa de distribuição do fator de concentração da tensão cisalhante máxima. Medição duas semanas depois da solda (ESTEFEN et. al., 2013b). ....	70
Figura 2. 56. Valores inicial e final da tensão cisalhante máxima, na direção perpendicular ao cordão de solda (ESTEFEN et. al., 2013b). ....	71
Figura 2. 57. Valores inicial e final da tensão cisalhante máxima, na direção paralela e continua ao cordão de solda (ESTEFEN et. al., 2013b). ....	72
Figura 2. 58. Variação nos valores da tensão cisalhante máxima, em Mpa, observada durante primeiros 30 dias após remoção das restrições de soldagem (0 horas). (ESTEFEN et. al., 2013c) ....	73
Figura 2. 59. Equipamento Gleeble®3800 para simulação física e termomecânica ....	75
Figura 3. 1. Organograma da sequencia de monitoramento da misorientação e das tensões residuais de corpos de prova simulados. ....	77
Figura 3. 2. Dimensões do corpo de prova utilizado na simulação com equipamento Gleeble® 3800. ....	78

Figura 3. 3. Temperaturas máximas de dois ciclos térmicos, de uma solda multipasse, 1300-800 °C realizado pelo equipamento Gleeble® 3800.....	78
Figura 3. 4. Zona Intercrítica do aço DH36 calculada com Thermocalc®.....	80
Figura 3. 5. Equipamento Gleeble® 3800.....	81
Figura 3. 6. Corpo de prova colocado entre as garras do equipamento Gleeble® 3800. ....	81
Figura 3. 7. Gráfico da tensão vs tempo obtida da simulação do corpo de prova com o equipamento Gleeble® 3800. ....	82
Figura 3. 8. Microscópio eletrônico de varredura (MEV). ....	83
Figura 3. 9. Imagem do corpo de prova inclinada dentro da câmera de vácuo do microscópio eletrônico de varredura (MEV). ....	83
Figura 3. 10. Localização das áreas de medição dos valores absolutos da tensão residual na amostra simulada: 1 - região intercrítica reaquecida, 2 - área próxima à região intercrítica reaquecida. Distância entre as áreas - 5mm.....	84
Figura 3. 11. Microscópio óptico. ....	85
Figura 4. 1. Variação dos valores absolutos das tensões residuais de soldagem com o tempo. Direção da medição longitudinal em relação à amostra. O gráfico com ● indica medições na área 1 e o gráfico com ■ indica medições na área 2. ....	87
Figura 4. 2. Microestrutura do material base (MB) do aço ASTM DH36 (a) 500X e (b) 1000X. Ataque nital ao 3%.....	88
Figura 4. 3. Zona afeta pelo calor de grão fino (ZAC <sub>R</sub> -GF) de uma solda real realizada no aço ASTM DH36 com aumento de 1000X. Ataque nital ao 3%. ....	90
Figura 4. 4. Zona afeta pelo calor de grão grosseiro (ZAC <sub>R</sub> -GG) de uma solda real realizada no aço ASTM DH36, (a) 500X e (b) 1000X. Ataque nital ao 3%. ....	90
Figura 4. 5. Zona fundida (ZF) de uma solda real realizada no aço DH36, (a) 200X, (b) 500X e (c) 1000X. Ataque nital ao 3%. ....	92
Figura 4. 6. Zona afetada pelo calor simulada com equipamento Gleeble®, (a) corpo de prova da zona afetada pelo calor simulada (ZAC <sub>S</sub> ) com dois passes, (b) macrografia da região simulada (ZAC <sub>S</sub> ), (c) zona 2: região de grão fino sem reaquecimento (ZAC <sub>S</sub> -GF) e (d) zona 1: região de grão grosseiro reaquecida intercriticamente (ZAC <sub>S</sub> -GG-IC). Ataque nital ao 3%.....	93
Figura 4. 7. Figuras de Polo Inverso (IPF) do material de base (MB) DH36: (a) IPF normal ao eixo Y, (b) triângulos estereográficos que representam o padrão de cores segundo a orientação cristalográfica das fases. EBSD com magnitude de 1500X.....	95
Figura 4. 8. EBSD do material base (MB) do aço DH36 sem tratamento térmico: (a) Mapa de fases e (b) Mapa de padrão de qualidade. EBSD com magnitude de 1500X. ....	96
Figura 4. 9. Material base do aço DH36 sem tratamento térmico, micrografias com MEV (a) 1000X, (b) 3000X. Ataque nital ao 3%. ....	98
Figura 4. 10. Figuras de Polo Inverso (IPF) da zona afetada pelo calor de grão fino (ZAC <sub>R</sub> -GF) obtida de uma solda real: (a) IPF normal ao eixo Y, (b) triângulos estereográficos que representam o padrão de cores segundo a orientação cristalográfica das fases. EBSD com magnitude de 1500X.....	99
Figura 4. 11. Zona afetada pelo calor de grão fino (ZAC <sub>R</sub> -GF) obtida de uma solda real, com aumento de 1500X: (a) Mapa de fases e (b) Mapa de padrão de qualidade. EBSD com magnitude de 1500X. ....	100

Figura 4. 12. Micrografias com MEV da zona afetada pelo calor de grão fino de uma solda real (ZAC <sub>R</sub> -GF) com aumento de (a) 3000X, (b) 10000X. Ataque com Nital ao 3%. .....	101
Figura 4. 13. Figuras de Polo Inverso (IPF) da zona fundida (ZF) obtida de uma solda real, (a) IPF normal ao eixo Y, (b) triângulos estereográficos que representam o padrão de cores segundo a orientação cristalográfica das fases. EBSD com magnitude de 1500X. ....	103
Figura 4. 14. Zona fundida (ZF) da solda de duas chapas DH36: (a) Mapa de fases e (b) mapa de padrão de qualidade. EBSD com aumento de 1500X. ....	104
Figura 4. 15. Micrografias com MEV da zona fundida (ZF) com aumento de (b) 1000X, (c) 5000X. Ataque com Nital ao 3%. ....	105
Figura 4. 16. Figuras de Polo Inverso (IPF) de uma zona afetada pelo calor simulada termomecanicamente, com temperaturas pico de 1350 e 800°C (ZAC <sub>S</sub> -GG-IC): (a) IPF normal ao eixo Y, (b) triângulos estereográficos que representam o padrão de cores segundo a orientação cristalográfica das fases. EBSD com magnitude de 500X.....	107
Figura 4. 17. Zona afetada pelo calor simulada termomecânicamente, com temperaturas pico de 1350 e 800°C (ZAC <sub>S</sub> -GG-IC). (a) Mapa de padrão de qualidade (PQ) e (b) micrografia obtida por microscopia óptica. Aumento 500X para (a) e (b). ....	108
Figura 4. 18. Mapas de fases por EBSD ao passar o tempo. (a) 1º dia de análise, (b) 4º dia de análise. EBSD com magnitude de 500X.....	109
Figura 4. 19. Fração dos ângulos de misorientação de contorno de grão, de todas as fases da microestrutura (ferrita, austenita, bainita e cementita) de uma ZAC <sub>S</sub> -GG-IC, ao passar o tempo depois de simulado termomecanicamente. EBSD com magnitude de 500X. ....	111
Figura 4. 20. Mapas da misorientação media de Kernel (KAM) para o (a) 1º dia de análise e (b) 4º dia de análise. EBSD com magnitude de 500X. ....	113
Figura 4. 21. Misorientação media de Kernel (KAM) da figura 5.20 para os 4 dias de análise, mostrando a mudança da fração dos ângulos de misorientação ao passar o tempo. EBSD com magnitude de 500X.....	114
Figura 4. 22. Mapas de misorientação media de grão (GAM) para (a) 1º dia de análise e (b) 4º dia de análise. EBSD com magnitude de 500X. ....	115
Figura 4. 23. Misorientação media do grão (GAM) ou MO Average da figura 4.22 para os 4 dias de análise, mostrando a mudança da fração dos ângulos de misorientação ao passar o tempo. EBSD com magnitude de 500X. ....	116
Figura 4. 24. Figuras de Polo Inverso (IPF) de uma zona afetada pelo calor simulada termomecanicamente, com temperaturas pico de 1350 e 800°C (ZAC <sub>S</sub> -GG-IC) (a) IPF normal ao eixo Y e (b) triângulos estereográficos que representam o padrão de cores segundo a orientação cristalográfica das fases. EBSD com magnitude de 2000X....	117
Figura 4. 25. Zona afetada pelo calor simulada termomecânicamente, com temperaturas pico de 1350 e 800°C (ZAC <sub>S</sub> -GG-IC). (a) Mapa de padrão de qualidade (PQ) EBSD a 2000X e (b) Micrografia obtida com MEV a 5000X.....	118
Figura 4. 26. Mapa de fases, obtidos ao passar o tempo após a simulação da zona afetada pelo calor (a) 1º dia de análise, (b) 7º dia de análise, as fases são diferenciadas pelas cores mostradas. EBSD com magnitude de 2000X. ....	119
Figura 4. 27. Fração dos ângulos de misorientação de contorno de grão, de todas as fases da microestrutura (ferrita, austenita, bainita e cementita) de uma ZAC <sub>S</sub> -GG-IC,	

ao passar o tempo depois de simulado termomecanicamente. EBSD com magnitude de 2000X. ....	121
Figura 4. 28. Fração dos ângulos de misorientação de contorno de grão, da fase ferrítica de uma ZAC <sub>S</sub> -GG-IC, ao passar o tempo depois de simulado termomecanicamente. EBSD com magnitude de 2000X.....	122
Figura 4. 29. Fração dos ângulos de misorientação de contorno de grão, da fase austenítica de uma ZAC <sub>S</sub> -GG-IC, ao passar o tempo depois de simulado termomecanicamente. EBSD com magnitude de 2000X.....	123
Figura 4. 30. Fração dos ângulos de misorientação de contorno de grão, da fase bainítica de uma ZAC <sub>S</sub> -GG-IC, ao passar o tempo depois de simulado termomecanicamente. EBSD com magnitude de 2000X.....	123
Figura 4. 31. Fração dos ângulos de misorientação de contorno de grão, da fase cementita de uma ZAC <sub>S</sub> -GG-IC, ao passar o tempo depois de simulado termomecanicamente. EBSD com magnitude de 2000X.....	124
Figura 4. 32. Mapas da misorientação media de Kernel (KAM) para (a) 1º dia de analise e (b) 7º dia de analise. EBSD com magnitude de 2000X. ....	126
Figura 4. 33. Misorientação media de Kernel (KAM) da figura 4.32 para os 7 dias de analise, mostrando a mudança da fração dos ângulos de misorientação ao passar o tempo. EBSD com magnitude de 2000X.....	127
Figura 4. 34. Mapas de misorientação media de grão (GAM) para (a) 1º dia de analise e (b) 7º dia de analise. EBSD com magnitude de 2000X. ....	128
Figura 4. 35. Misorientação media do grão (GAM) ou MO Average da figura 4.34 para os 7 dias de analise, mostrando a mudança da fração dos ângulos de misorientação ao passar o tempo. EBSD com magnitude de 2000X. ....	129



## LISTA DE TABELAS

Tabela 2. 1. Composição química de aços utilizados na construção naval, wt%.....	4
Tabela 2. 2. Propriedades mecânicas de aços utilizados na construção naval. ....	4
Tabela 2. 3. Propriedades físicas que afetam o desenvolvimento das tensões residuais nos aços (SCHRODER, 1985).....	10
Tabela 3. 1. Composição química do aço ASTM DH36 obtida por espectrometria de emissão óptica.....	76
Tabela 3. 2. Dados das análises com EBSD realizadas.....	84
Tabela 3. 3. Velocidade de soldagem. ....	86
Tabela 4. 1. Porcentagem das fases da região analisada na Fig. 4.18 ao passar o tempo, depois da simulação termomecânica. ....	110
Tabela 4. 2. Percentagem das fases obtidas com a técnica de EBSD. ....	120
Tabela 4. 3. Mudanças da fração dos ângulos de misorientação desde o primeiro até o sétimo dia de análise. ....	125

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AF: Ferrita acicular  
BF: Ferrita de contorno de grão  
EBSD: Difração de elétrons retroespalhados  
IQ: Qualidade de imagem  
IPF: Figura de polo inverso  
GAM: Misorientação media do grão.  
GNDs: Discordâncias geometricamente necessárias  
KAM: Misorientação media de Kernel  
MA: Constituinte martensita-austenita retida  
MB: Material base  
MP: Mapa de fases  
PF: Ferrita poligonal intragranular  
QP: Padrão de qualidade  
SF: Ferrita com segunda fase não alinhada  
SSDs: Discordâncias elasticamente armazenadas  
WF: Ferrita Widmastatten  
ZAC: Zona afetada pelo calor  
ZACs: Zona afetada pelo calor simulada  
ZAC<sub>R</sub>-GF: Zona afetada pelo calor de grão fino de uma solda real  
ZAC<sub>R</sub>-GG: Zona afetada pelo calor de grão grosseiro de uma solda real  
ZACs-GG-IC: Zona afetada pelo calor simulada de grão grosseiro e reaquecida intercriticamente

## 1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento na área naval envolve conhecimentos e tecnologias avançadas para adequado projeto e construção de navios, plataformas e veículos submarinos, tais como deformação elasto-plástica heterogênea, tratamentos térmicos, soldagem, tratamento mecânico superficial etc. No âmbito destas tecnologias destaca-se a soldagem, que representa um dos problemas centrais da construção naval, em função dos efeitos das distorções e tensões residuais inerentes à fabricação dos painéis e blocos e, posteriormente, na edificação. Estes fatores de fabricação, quando não bem controlados, podem acarretar redução da resistência última da estrutura e substanciais atrasos na edificação pelas dificuldades que geram devido ao somatório de erros dimensionais que dificultam o alinhamento dos blocos a serem unidos.

Ao realizar a soldagem, deformações térmicas, têmpera e transformações de fase ocorrem no aço. A transformação de fase é uma das grandes mudanças que ocorre na microestrutura do aço quando se realiza o processo de soldagem. Esta mudança microestrutural está relacionada às propriedades mecânicas de um material, sendo de grande importância levá-la em conta quando da construção de grandes estruturas de aço.

Estudos realizados previamente por Estefen, Gurova e colaboradores (ESTEFEN *et al.* 2010; Estefen *et al.*, 2012; Gurova *et al.*, 2015) em chapas navais soldadas a topo, que foram deixadas a temperatura ambiente após o término da soldagem, com remoção das restrições de soldagem, indicam que as tensões residuais se modificam e se redistribuem ao longo do tempo até assumir uma distribuição final mais uniforme.

Como mais um passo na comprovação dessa hipótese, o foco da tese consistiu na pesquisa experimental da redistribuição das tensões residuais de soldagem ao longo do tempo, correlacionando-a com as mudanças da misorientação microestrutural. Na última década, a misorientação de contorno de grão de baixo e alto ângulo tem sido estudada e relatada sua relação com as tensões residuais. Nesta tese, a misorientação é analisada com a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) associada ao microscópio eletrônico de varredura (MEV). Analisando a misorientação com EBSD, foi detectada a deformação da microestrutura devido às mudanças de misorientação.

As microestruturas que podem causar essas mudanças nas tensões residuais são: a martensita, a bainita e a cementita. Uma importante característica da deformação residual é o grande cisalhamento, o qual se caracteriza como a razão

predominante que gera forma às placas da microestrutura do produto de transformação (BADESHIA, 2010).

A linha de investigação apresentada nesta tese insere-se dentro das atividades de pesquisa conduzidas pelo Laboratório de Tecnologia Submarina do Programa de Engenharia Oceânica da COPPE/UFRJ para o desenvolvimento de análise e avaliação de integridade estrutural de painéis de navios e plataformas.

## 1.1 OBJETIVOS

O objetivo central é investigar a razão das tensões residuais e deformações de soldagem nos painéis de navios e plataformas evoluírem ao longo do tempo, correlacionando este comportamento com a misorientação microestrutural do aço DH36, típico da construção naval.

O presente trabalho tem como objetivos específicos:

1. A simulação física, através da tecnologia GLEEBLE, da zona termicamente afetada pelo calor (ZAC) no processo de soldagem com dois passes do aço carbono DH36;
2. A caracterização, utilizando microscópio ótico e microscópio eletrônico de varredura (MEV), da microestrutura obtida na simulação física;
3. O monitoramento, através da técnica de medição das tensões mecânicas por difração de raios-X, da redistribuição com o tempo das tensões residuais nas amostras simuladas;
4. O monitoramento, através da técnica de EBSD MEV, da variação com o tempo da microestrutura na área da ZAC simulada, especificamente, misorientação dos grãos, tamanho dos grãos e composição das fases;
5. A análise, após a simulação do processo de soldagem, da relação entre redistribuição com o tempo dos valores das tensões residuais na área da ZAC e das mudanças observadas simultaneamente na sua microestrutura, especificamente, ângulos de misorientação dos grãos e composição das fases.

## 1.2 ORGANIZAÇÃO DA TESE

A tese está organizada em seis capítulos como descrito a seguir.

No Capítulo 1 é feita uma introdução da problemática da tese e suas hipóteses.

No Capítulo 2 é apresentada a revisão bibliográfica das fases presentes nos aços DH36, discordâncias e seu efeito na deformação interna de materiais cristalinos, aspectos relevantes sobre misorientação relacionada à técnica EBSD e ciclos térmicos nos processos de soldagem. Também, uma resenha histórica relacionada ao equipamento RAYSRESS, às tensões residuais, estudos realizados por diferentes pesquisadores, e estudos sobre a modificações das tensões residuais de soldagem ao longo do tempo realizados no Laboratório de Tecnologia Submarina da COPPE/UFRJ.

No Capítulo 3 são descritos materiais e metodologias utilizados na realização da pesquisa experimental da tese.

No Capítulo 4 são apresentados os principais resultados e as discussões sobre a redistribuição das tensões residuais utilizando o equipamento RAYSTRESS, a microestrutura do material utilizando a técnica EBSD e microscopia eletrônica e óptica, histogramas mostrando a misorientação de contornos de grão, e a mudança da deformação, utilizando os métodos de Kernel e MO Average, que a técnica EBSD proporciona para observar a distribuição da deformação da microestrutura do material.

O sumário e as mais importantes conclusões do trabalho estão no Capítulo 5 e, finalmente, as referências utilizadas estão indicadas ao teminar o Capítulo 5.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 INTRODUÇÃO AOS AÇOS NAVAIS COM ÊNFASE SOBRE AS TENSÕES RESIDUAIS E MICROESTRUTURA

#### 2.1.1 Descrição Geral de Aços Navais

Os aços navais são materiais de última geração, apresentando alta resistência e elevada tenacidade. Esses materiais também são conhecidos como aço carbono, em que a elevada resistência está diretamente relacionada com sua composição química e sua microestrutura. As Tabelas 2.1 e 2.2 apresentam a composição química e as propriedades mecânicas de três aços utilizados na construção naval, respectivamente.

**Tabela 2. 1.** Composição química de aços utilizados na construção naval, wt%.

Aço Naval	C	Mn	Si	P	S	Ni
A	0,21	2,5xC	0,5	0,035	0,035	-
DH36	0,18	0,9-1,6	0,1-0,5	0,035	0,035	0,4
FH40	0,16	0,9-1,6	0,1-0,5	0,025	0,025	0,8

**Tabela 2. 2.** Propriedades mecânicas de aços utilizados na construção naval.

Aço	L. Esc (N/mm <sup>2</sup> )	L. Res (N/mm <sup>2</sup> )	Along. (%)	Resistência ao Impacto (J)						
A	235	400-520	22	T (°C)	e ≤ 50		50≤ e ≤70		70 < e	
					L	T	L	T	L	T
				20	-	-	34	24	41	27
DH36	355	490-620	21	T (°C)	e ≤ 50		50< e ≤70		70≤ e ≤100	
					L	T	L	T	L	T
				-20	34	24	41	27	50	34
FH40	390	510-650	20	T (°C)	e ≤ 50		50< e ≤70		70 < e	
					L	T	L	T	L	T
				-60	39	26	46	31	55	37

O aço utilizado para realização da presente pesquisa foi o DH 36, que apresenta alta resistência indicada pela letra H. Este aço apresenta carbono e manganês como principal elemento endurecedor. A letra D indica que este aço apresenta uma elevada tenacidade, que é conseguida não só com a adição de manganês, elemento que colabora com o aumento da tenacidade em baixas

temperaturas, como também pela adição de alumínio, que atua como elemento refinador de grão durante a solidificação. O dígito 36 refere-se ao valor do limite de escoamento do aço.

### 2.1.2 Aço para Construção Naval ASTM DH36

O aço DH36 é um aço fundido ferrítico-perlítico, fornecido como chapas laminadas a frio. Considerando o diagrama de fases com cementita metaestável o material é composto aproximadamente de 87% de ferrita e 13% de perlita lamelar (Fig. 2.1(a)) (GEFFROY *et al.*, 2011). As lamelas de ferrita e cementita apresentam a mesma orientação cristalográfica (COLPAERT, 2008). As bandas de perlita sugerem uma anisotropia inicial (GEFFROY *et al.*, 2011). O processo termomecânico gera uma reorganização da perlita na matriz ferrítica na forma de bandas contínuas e colineares ao plano de laminado, visíveis na espessura da chapa (Fig. 2.1(b)). A quantidade de perlita em aços ASTM DH36 é maior que em aços ASTM grau A, por apresentar maior percentagem de carbono em sua composição química (HAYAT e UZUN, 2011).

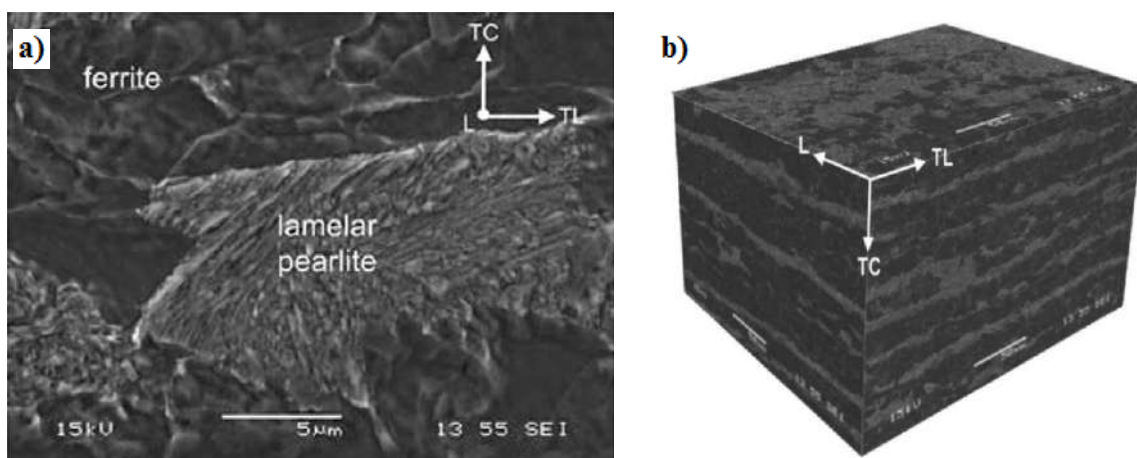


Figura 2. 1. (a) perlita lamelar na matriz ferrítica e (b) banda de perlita na matriz ferrítica (GEFFROY *et al.*, 2011).

### 2.1.3 Transformação de Fase a Partir da Austenita

Quando se realiza uma soldagem em aços de alta resistência ou aço carbono, elevadas temperaturas, acima de 1300 °C, são alcançadas. Esta temperatura é mais do que o suficiente para modificar a microestrutura inicial de um aço, depois este

resfria até a temperatura ambiente, obtendo uma microestrutura principalmente ferrítica, decorrente da decomposição da fase austenítica. Além disso, a forma e o tamanho do grão da austenita são importantes na evolução da microestrutura final (BHADESHIA., SVENSSON, 1993; BHADESHIA, 2008).

DAI (2012), em seus estudos de modelamento mostra que as transformações de fase têm significantes efeitos sobre as tensões residuais. Modelamento da soldagem de aços inoxidáveis austeníticos dão resultados satisfatórios comparados com a parte experimental (ELCOATE *et al.*, 2005; DURANTON *et al.*, 2004; DAI *et al.*, 2010a), o que não acontece com aços ferríticos, como os aços navais, devido à complexidade da transformação de fase em estado sólido (FRANCIS *et al.*, 2007; DAI *et al.*, 2008; DAI *et al.*, 2010a; DAI, 2012; BOJESSON, LINDGREN, 2011).

#### **2.1.4 Efeitos da Transformação de Fases Sobre as Tensões Residuais de Soldagem**

A deformação plástica está relacionada a alguns mecanismos de deformação como: escorregamento (slip), deformação por maclação (twinning mechanical), e fluência. As transformações de fase também podem ocasionar deformação plástica (DIETER, 1981a; WATSON, MCDOUGALL, 1973). Uma austenita pode se decompor numa grande variedade de microestruturas que são diferenciadas pelo mecanismo atômico de transformação (BHADESHIA, 2002) (Fig. 2.2). Esta transformação ocorre em estado sólido e um entendimento deste mecanismo é importante, já que, a forma na qual os átomos se movimentam determinará a morfologia, a composição química e outras características da microestrutura. Existem dois tipos de transformação: a reconstitutiva (reconstrutiva) e a displaciva (displaciva).

Para uma transformação reconstitutiva a mudança da microestrutura é alcançada por meio de um fluxo de material (difusão de átomos), que ocorre de tal forma que as deformações são minimizadas (BHADESHIA, 1995; BHADESHIA, 2002; WHITHERS, BHADESHIA, 2001; BHADESHIA, 2010). Esta transformação é caracterizada pelo comportamento dos átomos individuais, onde os átomos de uma fase atravessam individualmente e de forma coordenada a interface entre as fases, reorganizando-se na nova estrutura cristalina (COLPAERT, 2008c). Microestruturas como ferrita alotriomórfica, ferrita idiomórfica e perlita são geradas a partir de uma transformação reconstitutiva (JONES, BHADESHIA, 1997) (Fig. 2.2).





Figura 2. 2. Produtos de transformação a partir da Austenita (adaptada de: Bhadeshia, 1995).

Em uma transformação displaciva a mudança na estrutura cristalina é alcançada por uma deformação da estrutura inicial (austenita) (BHADESHIA, 1995; BHADESHIA, 2002; WHITHERS, BHADESHIA, 2001; BHADESHIA, 2010). Estas transformações ocorrem normalmente em condições em que a difusão não mais atua de forma significativa ( $T^\circ$  baixas) e, portanto, não estão associadas à mudança de composição química, e somente à mudança de estrutura cristalina (movimento coordenado de deslocamento de átomos) (COLPAERT, 2008c). Microestruturas como a ferrita Widmanstatten, a ferrita acicular, a bainita e a martensita são geradas por transformação displaciva (BHADESHIA, 1995), como apresentado na Fig. 2.2. Baixas temperaturas promovem a transformação displaciva, já que, o movimento das discordâncias é um processo termicamente ativado, mas elevadas temperaturas promovem o escorregamento (EHRNSTÉN *et al.*, 2009).

### 2.1.5 Propriedades Mecânicas de Alguns Microconstituintes

As tensões residuais são uma consequência de interações entre tempo, temperatura, deformação e microestrutura (Fig. 2.3). As características do material que influenciam o desenvolvimento de tensões residuais incluem: condutividade térmica, capacidade calorífica, expansão e contração térmica, módulo de elasticidade, coeficiente de Poisson, plasticidade, termodinâmica, cinética e mecânica de transformações (BHADESHIA, 2002; WHITHERS, BHADESHIA, 2001a; WHITHERS, BHADESHIA, 2001b).

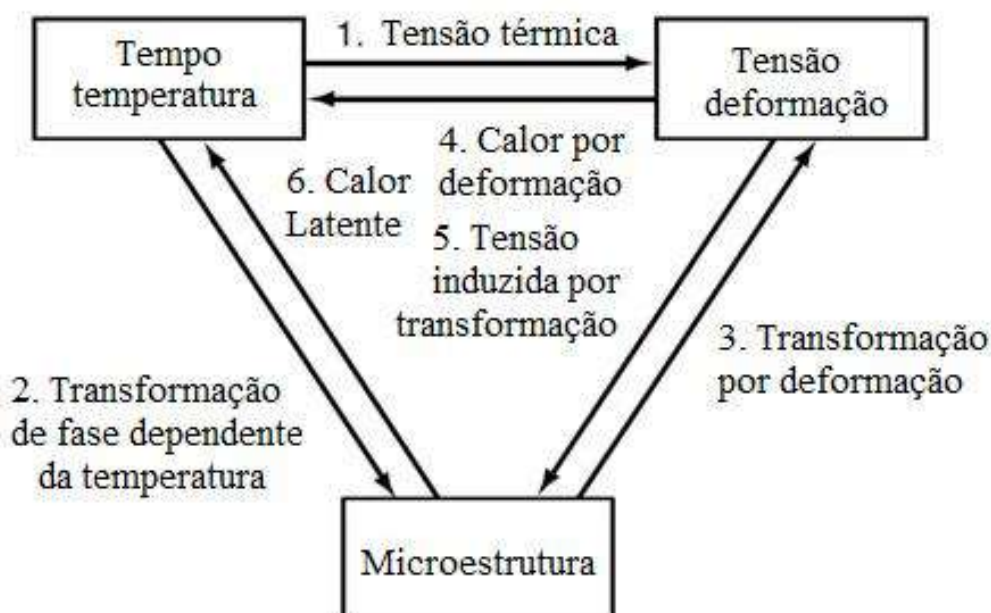


Figura 2. 3. Interação entre temperatura tensão e microestrutura (adaptada de: INOUE, WANG, 1985).

Durante um ciclo térmico de solda o material apresenta mudanças nas propriedades mecânicas de cada seção dependentes da temperatura. Estas propriedades podem mudar drasticamente em temperaturas tão baixas como 500 a 600 °C nos aços (EASTERLING, 1992), como mostrado na Fig. 2.4. Na Tab. 2.3, SCHRODER (1985) registrou como variam as propriedades dos microconstituintes em distintas temperaturas.

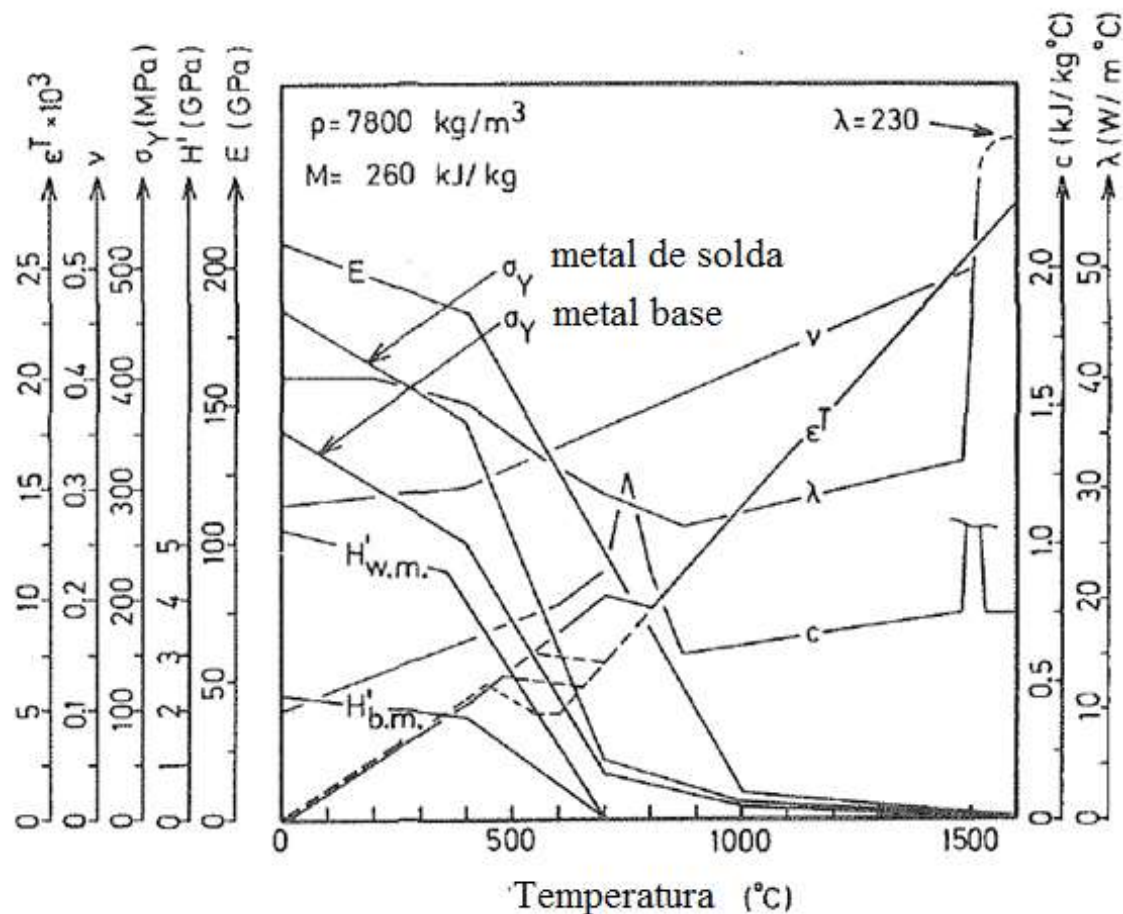


Figura 2. 4. Variação das propriedades em aços revenidos e temperados como uma função da temperatura (ANDERSSON, 1978).

Relacionando a Fig. 2.4 e a Tab. 2.3 podemos observar que o módulo de elasticidade da austenita (A), da ferrita/perlita (F+P), da bainita (B) e da martensita (M) diminui quando a temperatura aumenta e o contrário acontece com o módulo de Poisson destas microestruturas. O limite de escoamento da A, F+P, B, M, no metal de base e no metal de solda diminuem com o aumento da temperatura. Na Tab. 2.3 nota-se que a martensita apresenta um maior valor em seu limite de escoamento em comparação com as outras fases. O coeficiente de expansão térmica da A é maior que F+P, B e M, além disso, a austenita é uma microestrutura com menor condutividade térmica, como os aços inoxidáveis. A causa da geração das altas tensões a temperatura ambiente é devido a ferrita ser mais resistente que a austenita em baixas temperaturas (BHADESHIA, 2002). Variações na temperatura dão deformações térmicas não uniformes, efeito que aumenta quando o material apresenta limite de escoamento elevado.

Tabela 2. 3. Propriedades físicas que afetam o desenvolvimento das tensões residuais nos aços (SCHRODER, 1985).

Propriedades		Temperatura °C			
		0	300	600	900
Modulo de elasticidade, $\text{GNm}^{-2}$	A	200	175	150	124
	F+P	210	193	165	120
	B	210	193	165	120
	M	200	185	168	
Modulo de Poisson	A	0,291	0,309	0,327	0,345
	F+P	0,28	0,296	0,31	0,325
	B	0,28	0,296	0,31	0,325
	M	0,28	0,296	0,31	
Coeficiente de expansão térmica $\text{K}^{-1}$	A	$2,1 \times 10^{-5}$			
	F+P	$1,4 \times 10^{-5}$			
	B	$1,4 \times 10^{-5}$			
	M	$1,3 \times 10^{-5}$			
Coeficiente de condutividade térmica $\text{Wm}^{-1}\text{k}^{-1}$	A	15	18	21,7	25,1
	F+P	49	41,7	34,3	27
	B	49	41,7	34,3	27
	M	43,1	36,7	30,1	
Calor específico, $10^{-6}\text{Jm}^{-3}\text{k}^{-1}$	A	4,15	4,4	4,67	4,9
	F+P	3,78	4,46	5,09	5,74
	B	3,78	4,46	5,09	5,74
	M	3,76	4,45	5,07	
Limite de escoamento, $\text{MNm}^{-2}$	A	190	110	30	20
	F+P	360	230	140	30
	B	440	330	140	30
	M	1600	1480	1260	

## 2.3 DISCORDÂNCIAS

Os cristais nos materiais cristalinos não são perfeitos e contêm defeitos responsáveis pela maioria dos aspectos da deformação plástica dos metais, estes defeitos são conhecidos como discordâncias. As discordâncias são defeitos em linha que se localizam nos planos de escorregamento, que indicam onde terminou a operação de cisalhamento (REED HILL, 1982a). Estas discordâncias são parte fundamental dos contornos de grão. Existem técnicas de observação das discordâncias que utilizam o campo de deformação ao redor de uma discordância para aumentar seu tamanho efetivo e, por isso, elas podem ser observadas no microscópio eletrônico, difração de raios-X e com algum ataque químico adequado (DIETER, 1981b).

### 2.3.1 Contornos de Grão

Os materiais metálicos comerciais apresentam-se como policristalinos que são separados pelos contornos de grão, estes contornos de grão são muito importantes para as propriedades dos metais. A natureza de algum dado contorno de grão depende da misorientação de dois grãos adjacentes e da orientação do plano do contorno relativo a eles. As redes de dois grãos podem coincidir rotacionando algum deles, através de um ângulo adequado e um eixo simples ou um eixo do contorno de grão. Assim pode haver dois tipos especiais de contornos que são relativamente simples: Contornos tipo Tilt e Twist. Os contornos tipo tilt rotacionam sobre o eixo paralelo ao plano do contorno (Fig. 2.5(a)) e os contornos tipo twist rotacionam sobre o eixo perpendicular ao plano do contorno (Fig. 2.5(b)) (PORTER *et al.*, 2008).

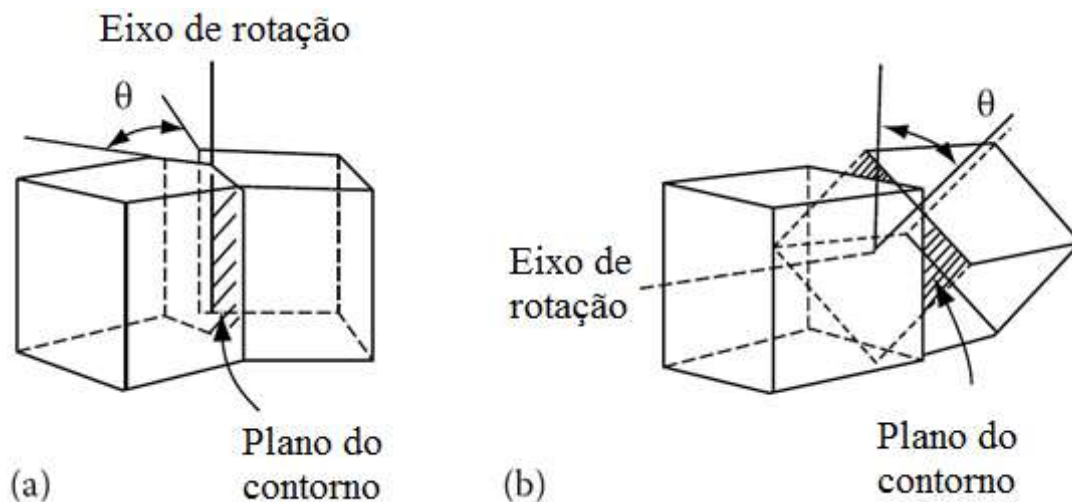


Figura 2. 5. Orientação relativa dos cristais e contornos (a) contorno tipo tilt (b) contorno tipo twist (PORTER *et al.*, 2008).

Em baixas temperaturas estes contornos de grão são muito resistentes e as fraturas se produzem através dos grãos (fratura transgranular), o contrario acontece a elevadas temperaturas e a baixas velocidades de deformação, com as fraturas produzindo-se através dos contornos de grão (fratura intergranular) (REED HILL, 1982a).

#### 2.3.1.1 Contornos de Grão de Baixo Ângulo

Em 1940, Bragg e Burgers (apud REED HILL, 1982a, pag. 182) mencionaram que os contornos entre cristais são compostos por redes de discordâncias bidimensionais. A Fig. 2.6(a) mostra dois grãos que diferem de suas orientações



relativas e representam um contorno elementar em um reticulado cubico simples, onde os grãos da esquerda e da direita viram em relação a uma linha vertical, que corresponde ao contorno de grão (REED HILL, 1982b). O termo contorno de grão de baixo ângulo indica uma interface entre dois grãos ligeiramente misorientados resultantes da elaboração do material como solidificação, sinterização, etc. (PRIESTER, 2006).

Podemos observar na Fig. 2.6(a), que duas discordâncias em cunha, do mesmo sinal, estão sobre dois planos de deslizamento paralelos, estas discordâncias podem encontrar uma configuração estável através do alinhamento uma sobre a outra a uma distância “D”. Uma terceira discordância de borda do mesmo sinal pode, por sua vez, estar no mesmo alinhamento. Ao acrescentar deste modo muitas discordâncias de borda do mesmo sinal a uma distância D uma da outra, constrói-se uma parede de discordâncias formando um contorno de baixo ângulo (contorno de grão de baixo ângulo tipo tilt). Este contorno separa dois subgrãos, que apresentam uma desorientação de ângulo (eq. 2.1)

$$\theta = b/D \quad (2.1)$$

onde “b” é o vetor de burgers e “ $\theta$ ” é a misorientação angular através do contorno (FRANÇOIS *et al.*, 2012).

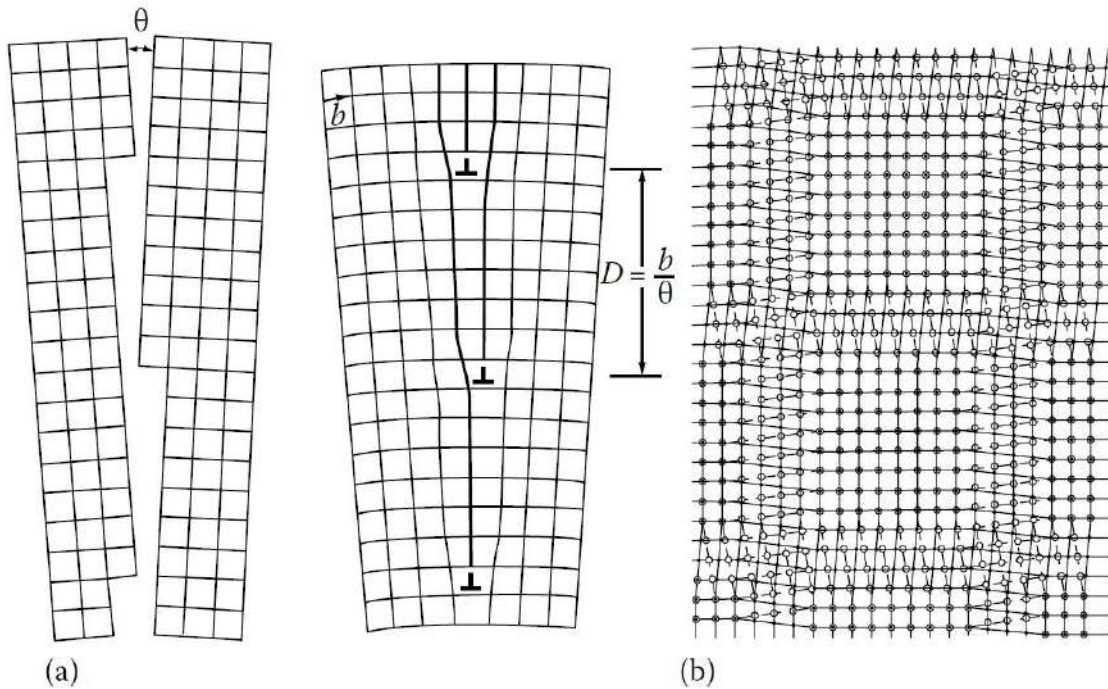


Figura 2. 6. (a) Contorno de grão de baixo ângulo tipo twist (b) Contorno de grão de baixo ângulo tipo twist (PORTER *et al.*, 2008).

Na Fig. 2.6(b) observamos dois conjuntos de discordâncias em hélice (contorno de grão de baixo ângulo tipo twist). Em ambos os casos os átomos das regiões entre as discordâncias ajustam-se quase perfeitamente dentro dos cristais, enquanto, a região que pertence às discordâncias apresenta um pobre ajuste onde a estrutura cristalina é altamente distorcida (PORTER *et al.*, 2008). Em geral os contornos podem estar formados por conjuntos de discordâncias de borda e de hélice.

#### 2.3.1.2 Contornos de Grão de Alto Ângulo

Com relação a contornos de grão de alto ângulo, quando o ângulo de desajuste entre os grãos é muito grande, as discordâncias ficam muito perto uma das outras, perdendo assim sua identidade (REED HILL, 1982a), como se observa na Fig. 2.7. Quanto maior a rotação angular de um cristal, maior a inclinação dos planos que terminam como discordâncias no contorno e menor é o espaçamento entre as discordâncias (REED HILL, 1982a). Em geral, quando o ângulo de misorientação ( $\theta$ ) excede os 10-15 graus o espaçamento entre discordâncias é tão pequeno que os núcleos das discordâncias se sobrepõem e é então difícil fisicamente identificar as discordâncias individuais (Porter, 2009).

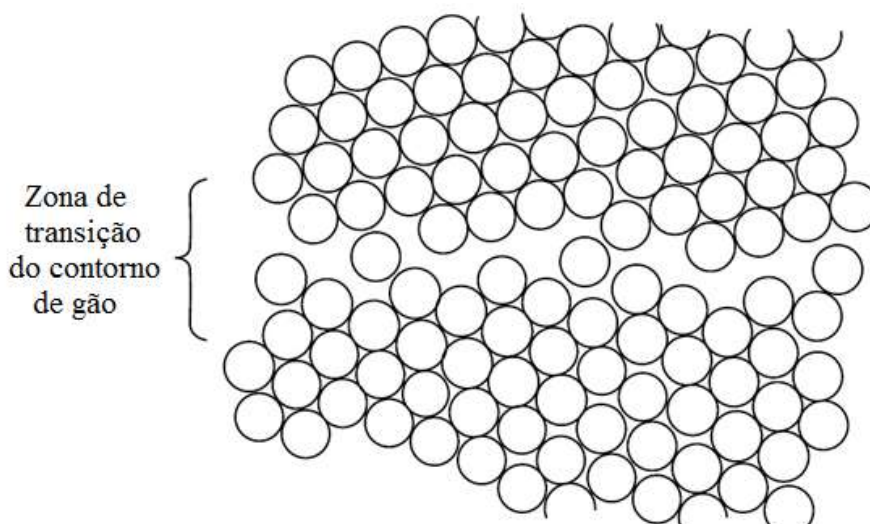


Figura 2. 7. Contorno de grão de alto ângulo (PORTER *et al.*, 2008).

Desde muito tempo atrás se tenta explicar a estrutura dos contornos de grão de grande ângulo. O modelo de transição da rede, de HARGREAVES e HILLS (1929), considera o limite de grão a ser uma região estreita, talvez com uma largura de uma ou duas camadas de átomos, onde os átomos ocupam locais que são um ajuste entre as duas redes. O modelo de contorno de grão de alto ângulo de READ e SHOCKLEY

(1950) trata o contorno como uma matriz densa de discordâncias. BRANDON et. al. (1964) propuseram um modelo de ajuste e desajuste dos contornos, em que as regiões de melhor ajuste são aquelas onde os contornos seguem os planos mais densamente empacotados nas redes de coincidência, e as regiões de menor ajuste e as discordâncias (sub-grãos) realizam o mau ajuste das regiões. Assim, contornos de grão podem ser considerados como a soma de sítios de contorno de coincidência e as discordâncias superpostas sobre estes sítios.

### 2.3.1.3 Energia de Contornos de Grão de Alto e Baixo Ângulo

A energia dos contornos de grão de baixo ângulo é simplesmente a energia total das discordâncias dentro da área de contorno. Isso depende do espaçamento das discordâncias ( $D$ ). Para pequenos valores de  $\theta$ , o espaçamento das discordâncias é grande e a energia de contorno de grão  $\gamma$  é proporcional à densidade de discordâncias no contorno ( $1/D$ ), i.e.  $\gamma \sim \theta$ . No entanto, se  $\theta$  começa a incrementar então o campo de deformações das discordâncias progressivamente se cancela, assim que  $\gamma$  incrementa e seu incremento diminui progressivamente, como se observa na Fig. 2.8. Em geral quando  $\theta$  excede de  $10-15^\circ$  o espaçamento das discordâncias é tão pequeno que os núcleos das discordâncias se sobrepõem e, é impossível identificar fisicamente as discordâncias individuais. Nesta etapa, a energia de contorno de grão é quase independente da misorientação.

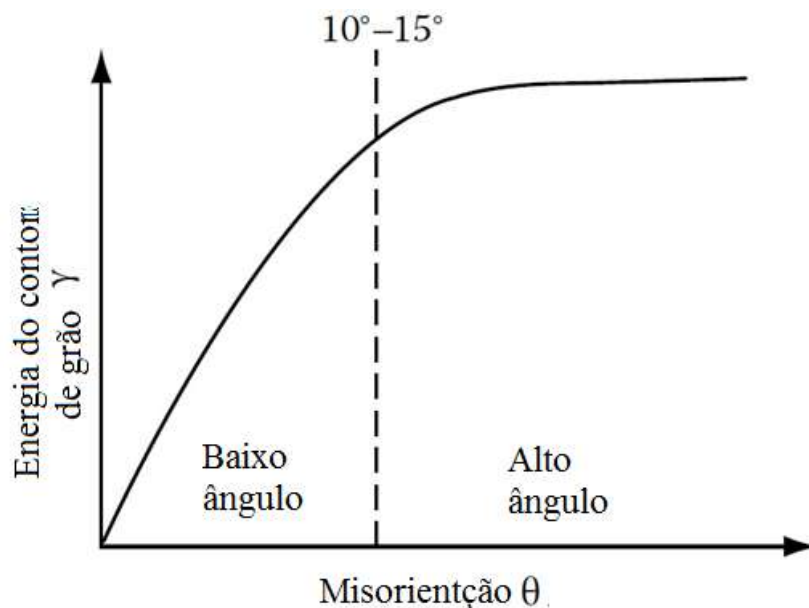


Figura 2. 8. Variação da energia de contorno de grão em função da misorientação (PORTER *et al.*, 2008).



Contornos de alto ângulo contêm grandes áreas de pobre ajuste e apresentam uma estrutura relativamente aberta. As ligações entre os átomos são quebrados ou altamente distorcidos, conseqüentemente o contorno é associado com uma energia relativamente alta. Para contornos de baixo ângulo, não obstante, a maioria dos átomos se ajusta muito bem dentro de ambas as redes, assim que há bem pouco volume livre e as ligações interatômicas são fracamente distorcidas (PORTER *et al.*, 2008).

### 2.3.2 Relação entre Discordâncias e a Deformação Plástica

O processo de Volterra mostra que a criação de uma discordância num sólido necessita de energia e introduz tensões residuais, e a fim de minimizar esta energia as discordâncias tendem a manter-se em linha reta e se comportam como bandas elásticas alongadas (FRANÇOIS *et al.*, 2012). Uma energia de deformação se associa a toda discordância, já que, as discordâncias são defeitos lineais de um cristal, em que seus átomos adjacentes são deslocados de suas posições normais, provocando um acúmulo de energia no cristal. Se há uma energia associada a uma discordância então haverá uma energia associada a uma fileira de discordâncias que formam o contorno de grão (REED HILL, 1982b).

Uma relação entre a tensão de deformação plástica e a raiz quadrada da densidade das discordâncias foi proposta por Hall e Petch (apud REED HILL, 1982a, pag. 195). A equação de Hall-Petch (eq. 2.2) é deduzida, supondo-se que, os contornos de grão atuam como obstáculos para o escorregamento das discordâncias, formando-se assim empilhamento de discordâncias em seus planos de escorregamento perto do contorno de grão. O acúmulo das discordâncias em grãos de grande tamanho é maior que nos de menor tamanho, e a concentração de tensões é maior nos grãos adjacentes aos grãos de maior tamanho. Isso significa, por exemplo, que em aços que contêm granulação fina, uma maior tensão tem que ser aplicada para causar escorregamento através do contorno, do que nos aços de granulação grosseira (REED HILL, 1982b).

$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad (2.2)$$

$\sigma$ : limite de escoamento,  $\sigma_0$  e  $k$ : constantes particulares do material e  $d$ : tamanho médio do grão.

Uma consequência importante da deformação plástica, que deriva do movimento e da multiplicação das discordâncias, é acompanhada de uma mudança

insignificante de volume. Existe, portanto, uma base sólida para a suposição normalmente feita na mecânica dos sólidos coerentes, que a deformação plástica ocorre a volume constante. No entanto, a dilatação do núcleo da discordância pode interagir com a tensão hidrostática, de tal maneira que a força sobre o deslocamento não é completamente independente de tudo, especialmente para discordâncias em hélice em materiais BCC (FRANÇOIS, 2012).

Na deformação plástica, os grãos não rotacionam como um elemento único, mas como cristalitos subdivididos e independentes que conformam o grão, estas unidades podem rotacionar em diferentes magnitudes e algumas vezes em diferentes direções, para acomodar a deformação imposta. Esta fragmentação do grão se deve a que o número e seleção dos sistemas de escorregamento atuam simultaneamente e são distintos entre elementos vizinhos dentro do grão. Durante a deformação grãos individuais não deformam independentemente um do outro e excesso de discordâncias são produzidas nos contornos de grão para manter a continuidade da rede (MERRIMAM, 2007).

Nos contornos de grão de baixo ângulo as trincas por clivagem podem propagar relativamente fácil através dos contornos. Para facilitar a clivagem através de contornos de alto ângulo, um mecanismo de acomodação deve ser ativado. Esses adicionais processos de fratura poderiam tomar a forma de desgarramento dúctil por coalescência de microvazios e clivagem a fina escala (DAVIES *et al.*; 2002).

### **2.3.3 Movimento de Discordâncias**

Já que os contornos de grão são considerados como regiões de desarranjo entre cristais, os átomos deste contorno podem movimentar-se com facilidade ao longo destes. Assim o movimento dos contornos é através do passo de um átomo de um cristal para fixar-se em outro adjacente. Por isso estes contornos não devem ser considerados como fixos no espaço. Contudo deve-se considerar que a mesma quantidade de átomos que se movimenta de um lado tem que ser a mesma dos que se movimentam para o outro, assim mantendo-se o contorno fixo no espaço. Uma maneira pela qual a energia de uma amostra pode diminuir, com o movimento do contorno, é através de um cristal deformado, deixando atrás um cristal isento de deformação (REED HILL, 1982b).

## 2.4 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETRO-ESPALHADOS (EBSD)

A habilidade para obter informação da orientação a nível microestrutural requer que o tamanho do meio para analisar o material seja menor que o tamanho da microestrutura a ser analisada. Para tal tarefa os elétrons são um meio ideal para estudar cristalografia e microestrutura. A técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) é agora uma ferramenta muito importante de quase todas as pesquisas sobre microestrutura e é também usada para a identificação de fases e medidas de deformações (ENGLER, RANDLE, 2010). O EBSD, que utiliza a difração com padrões de Kikuchi (Backscatter Kikuchi Diffraction - BKD), é uma técnica que é acoplada ao microscópio eletrônico de varredura (MEV).

A técnica EBSD exhibe informação como a textura e a sua correlação com o tamanho de grão e subgrão; a misorientação de contorno de grão, a distribuição espacial da energia armazenada em uma amostra, a quantidade de recristalização, identificação de fases, determinação da estrutura cristalina, etc. (HUMPHERYS, 2001a).

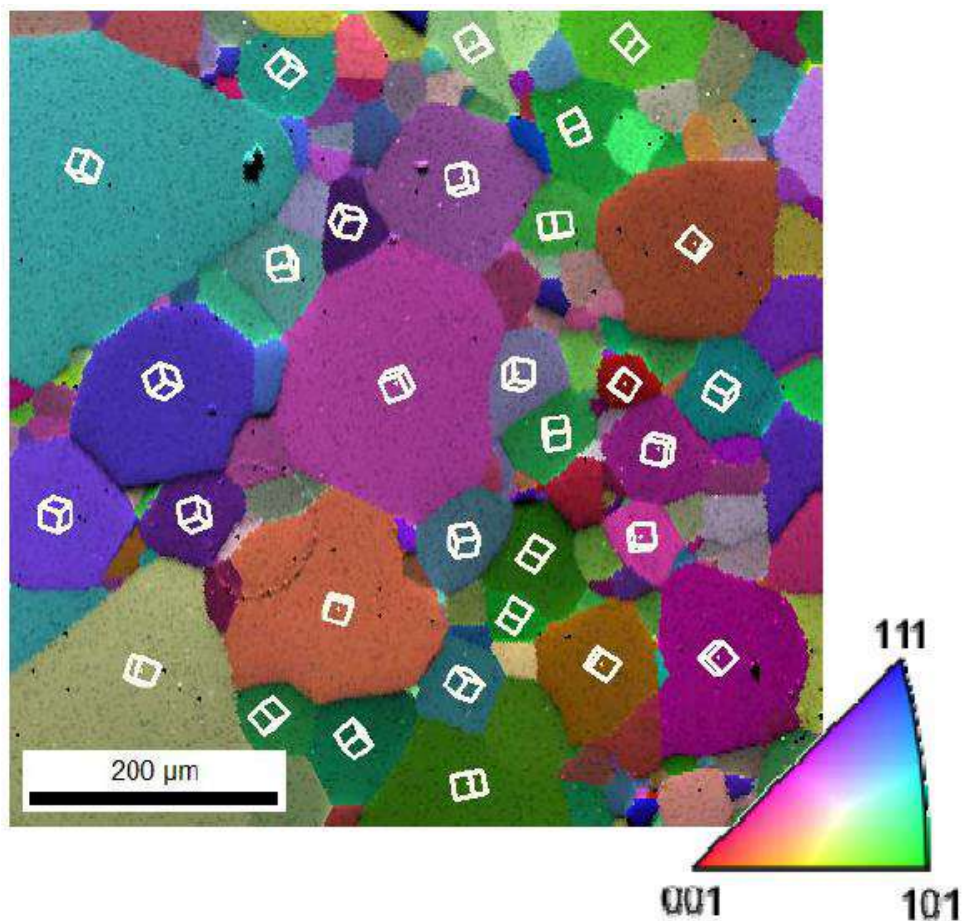


Figura 2. 9. Mapa de orientação (Wright, 2009).

Os dados necessários para a análise quantitativo microestrutural usando EBSD é usualmente na forma de orientação de mapa (Fig. 2.9), para tal aplicação, uma grande quantidade de dados precisam ser coletados no menor tempo possível e os parâmetros críticos são a velocidade de aquisição de dados, a resolução espacial e angular (HUMPHERYS, 2001a). Sistemas EBSD atuais podem adquirir dados a uma taxa de 5 a 10 pixels por segundo e, portanto, tal mapa pode ser adquirido em aproximadamente 30 min (HUMPHREYS *et al.*, 2001b).

A caracterização das distribuições de tamanho e orientação de tais microestruturas requer uma combinação de boa resolução espacial e angular nas condições de operação pelas quais os dados podem ser adquiridos em uma taxa razoável (HUMPHREYS *et al.*, 2001b). A técnica oferece relativamente rápida aquisição e difração automática de dados cristalográficos, com uma resolução espacial de até dezenas de nanômetros e uma resolução angular de  $<0.1^\circ$  (WRIGHT *et al.*, 2014; TRIMBY, 2012). Microestruturas deformadas ou recuperadas normalmente contêm subgrãos com tamanho aproximado de 0,2 até 1  $\mu\text{m}$  e misorientação de aproximadamente 0,5 até  $3^\circ$  (HUMPHREYS, HATHERLY, 2004).

#### **2.4.1 Principais Componentes do EBSD**

Na técnica EBSD, um feixe de elétrons estacionários atua com uma amostra cristalina inclinada e os elétrons difratados formam padrões de Kikuchi, que são coletados com uma tela de fósforo que fica dentro da câmara de vácuo do MEV (WYNICK, BOEHLERT, 2005). Os padrões de difração podem ser processados em tempo real, os algoritmos permitem a obtenção e armazenamento da orientação de cada padrão de difração, com esses dados a microestrutura pode ser construída (RANDLE, 2000).

As amostras colocadas para a aquisição de dados dentro da câmara do MEV tem que ser geralmente inclinadas aproximadamente  $70^\circ$ , para que o feixe de elétrons aumente sua proporção de difração. A área onde um padrão de EBSD é adquirido com o feixe de elétrons focados sobre a amostra inclinada é aproximadamente elíptica, com o eixo major ( $\Lambda_p$ ), perpendicular ao eixo inclinado, igual a três vezes o eixo menor ( $\Lambda_A$ ) como se observa na Fig. 2.10 (HUMPHERYS, 2001a). Esta área é uma função do material, da tensão para a aceleração do feixe de elétrons, da inclinação da amostra e da resolução paralela ao eixo inclinado ( $\Lambda_A$ ) (HUMPHREYS, 2004). A diferença entre esses dois parâmetros é devido à elongação do feixe de elétrons ao longo da abruptamente inclinada superfície do espécime (DINGLEY, FIELD, 1997).

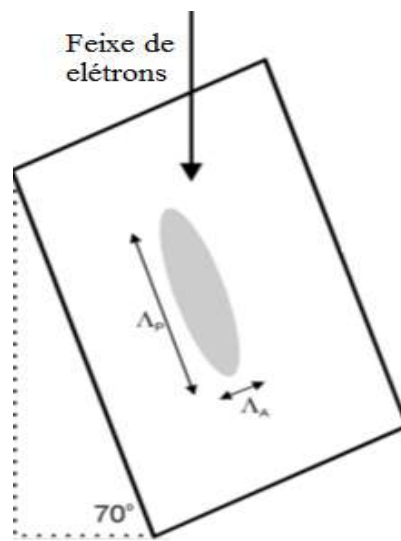


Figura 2.10. Geometria de um feixe de elétrons sobre a amostra (HUMPHERYS, 2001a).

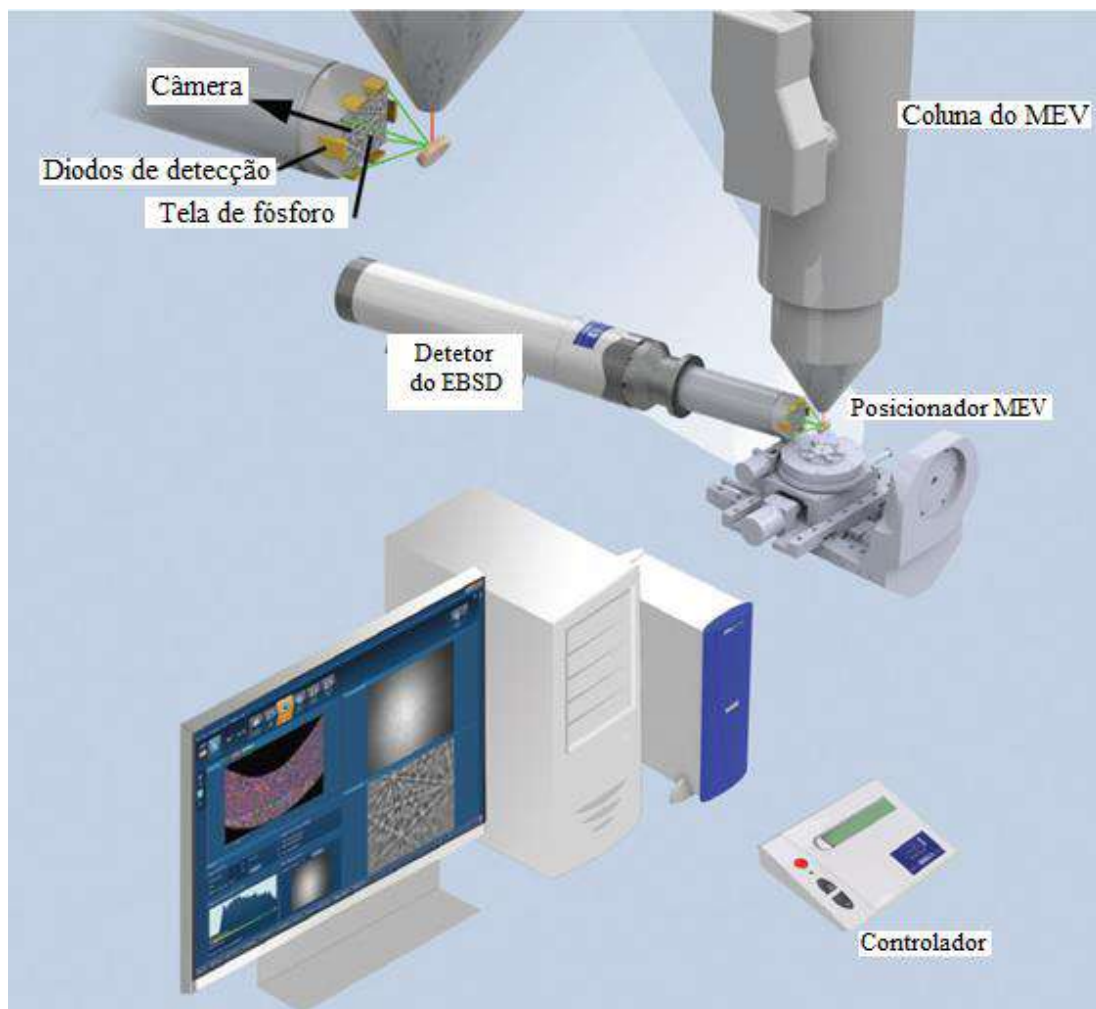


Figura 2. 11. Representação esquemática do equipamento no MEV utilizado para análise com EBSD (Oxford Guia Boletim).

O padrão de difração é característico da estrutura cristalina e da orientação na região da amostra onde se fez a aquisição. Para tanto, o padrão é utilizado para obter a orientação cristalina, a diferenciação de fases presentes e a caracterização de contornos de grão. O EBSD pode fazer a varredura de uma amostra, adquirir os padrões de difração, indexá-los e armazenar os resultados numa taxa de 5 a 10 s<sup>-1</sup> sem a intervenção do operador (Oxford Guia Boletim).

Componentes do equipamento EBSD-MEV, observados na Fig. 2.11:

- Porta amostras, onde se coloca a amostra inclinada a 70 graus.
- Tela de fósforo, que é irradiada pelos elétrons espalhados da amostra.
- Câmera CCD, sensível à baixa luz para observar os padrões formados na tela de fósforo.
- Mecanismo de inserção, que controla com precisão a posição do detector quando este está em uso e retrai o detector para uma posição segura quando não está em uso, assim se evita a interferência com o funcionamento do MEV.
- Um computador para controlar o EBSD, coletar e analisar os padrões de difração e mostrar os resultados.
- Detectores FSD, podem ser colocados ao redor da tela de fósforo para obter imagens da microestrutura antes de coletar dados com o EBSD.

#### **2.4.2 Principais Etapas no Processo de Caracterização de Uma Amostra por EBSD.**

Para uma análise com EBSD, um tradicional processo metalográfico de corte, desbaste e polimento, é necessário, porém um cuidado especial deve ser levado em conta, para assegurar que o polimento final deixe a superfície da amostra livre de alguma seção danificada, já que, o padrão de EBSD é gerado de uma muito fina capa superficial de aproximadamente 50nm. Polimento com sílica coloidal, ataque químico, eletropolimento, desbaste iônico e ataque por plasma é parte da preparação final utilizados em diferentes materiais.

Com a técnica EBSD, uma rápida avaliação da amostra pode ser realizada para saber se a qualidade dos padrões a ser obtidos é ótima, se os padrões são de pobre qualidade a preparação tem que ser melhorada. Imagem com elétrons secundários e/ou retroespalhados podem ser usados para guiar a seleção da área inicial e o tamanho de passo a usar. Além disso, se a orientação cristalina medida precisa ser relacionada com alguma direção macroscópica externa, como direção de laminado, cuidados precisarão ser levados em conta para alinhar a amostra com os

eixos do microscópio e o detector EBSD. O ajuste dos parâmetros em EBSD depende do tipo de análise que se quer realizar, por exemplo, para uma amostra com microestrutura desconhecida uma varredura rápida pode ser feita para conhecer o tamanho de grão que esta apresenta, para depois ajustar os parâmetros (i. e. resolução, tamanho de passo) que nos proporcionarão uma análise completa da microestrutura (WILKINSON, BRITTON, 2012).

HUMPHREYS (2001a) e RANDLE (2009) mencionam que um mínimo de 200 grãos é necessário para obter uma média do tamanho de grão, ou seja, 100 pontos por grão assim que um mapa de 20000 pontos será obtido. Se a distribuição do tamanho de grão é requerida, então uma similar e mais elaborada avaliação do conjunto de dados deve ser feita. Avaliações deste tipo de dados, para estabelecer o tamanho de subgrão, da textura, das frações de fase em materiais com varias fases podem também guiar quantitativas medições da microestrutura com EBSD (WILKINSON, BRITTON, 2012).

### **2.4.3 Aspectos Importantes Sobre a Técnica EBSD**

#### **2.4.3.1 Corpo de Prova**

O sinal dos elétrons retro-espalhados aumenta com o número atômico (z) do material. A qualidade dos padrões de difração incrementa com o número atômico e a resolução espacial e pode melhorar com o incremento do número atômico (z) (HUMPHREYS, BROUGH, 1999). Grãos finos e subgrãos que podem ser medidos estão relacionados com a resolução espacial da técnica.

Os padrões de difração são obtidos da superfície do corpo-de-prova, em metais moles algumas vezes um polimento eletrolítico é necessário, mas para aços de alta resistência e martensíticos um bom polimento mecânico pode ser suficiente.

#### **2.4.3.2 Velocidade de Aquisição de Dados**

O tempo de aquisição de dados depende de três operações (HUMPHREYS 2001a):

a) O tempo necessário para obter um padrão de difração analisável. Isso depende do material e das condições de operação do microscópio que é tipicamente 2-4 quadros de TV (i.e. 0,05-0,2s).

b) O tempo necessário para analisar o padrão. Isso depende da velocidade de processamento do computador, a velocidade com que o algoritmo da

solução a um padrão e o número necessário de linhas no padrão para a solução que é tipicamente de 0,1-0,5s. Se o software reconhece que subsequentes padrões são os mesmos e não precisam análise pode levar a um incremento na velocidade.

c) O tempo de reposição do feixe.

#### 2.4.3.3 Resolução Espacial

Quando se faz o análise de uma amostra, com tamanho de grão bastante pequeno e que apresente subgrãos, a resolução espacial tem que ser bastante menor que os grãos, devido a que, quando os padrões de dois grãos se sobrepõem, o software para aquisição de dados pode, se há uma significativa diferença em intensidade dos padrões, satisfatoriamente analisar os padrões mais intensos (HUMPHERYS, 2001a).

Um padrão de difração resulta a partir da interação do feixe com a amostra. Se o tamanho do subgrão é menor que este, um pobre padrão de qualidade será obtido. Para tanto, o padrão de qualidade (QP) depende não só da amostra, como também depende da resolução espacial do EBSD (HUMPHERYS, 2001a). Assim, um melhor padrão de qualidade resultará utilizando FEG-MEV que o MEV. O MEV utiliza um filamento de tungstênio sensível ao desvio do feixe e sua resolução espacial é três vezes menor que o FEG-SEM (STOJAKOVIC, 2012).

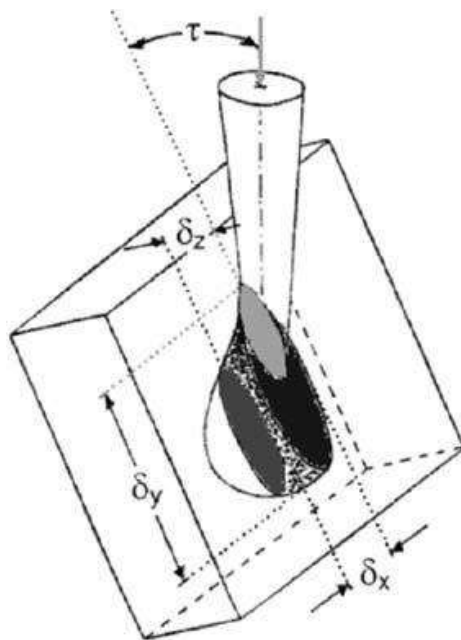


Figura 2. 12. Resolução espacial,  $\delta$ , dos padrões de Kikuchi (SCHWARZER *et al.*, 2009).



A resolução espacial no EBSD, ou seja, a resolução medida na superfície e na subsuperfície da amostra, é uma função dos eletros retroespalhados, do tamanho do feixe dos elétrons incidentes, da corrente, da energia, e da interação do volume e do software usado para indexar os padrões de difração (BORDIN, 2016).

Como a resolução espacial depende do tamanho do feixe e não da resolução do MEV, uma alta resolução pode ser obtida com uma boa configuração do foco no equipamento, independente de uma baixa resolução (SCHWARZER *et al.*, 2009). O sombreado na Fig. 2.12 indica esta fração de volume. Isso demonstra porque não é sensato diminuir o tamanho de passo embaixo do diâmetro do volume de excitação do feixe (SCHWARZER *et al.*, 2009).

A resolução espacial no EBSD pode ser melhorada até certo ponto diminuindo a tensão do feixe de tipicamente 20 kV para alguns kV (SCHWARZER *et al.*, 2009). No entanto, o brilho do feixe e a sensibilidade da tela de fósforo, e, portanto, a intensidade do padrão é do mesmo modo reduzida. Além disso, enquanto a resolução dentro de um grão é de baixa significância, torna-se bastante crítico quando o feixe se aproxima de um limite de grão (SCHWARZER *et al.*, 2009).

#### 2.4.3.4 Precisão ou Resolução Angular

A resolução angular refere-se a menor diferença de orientação entre dois cristais que pode ser determinada (ZAEFFERER, 2012). A resolução angular para determinar a orientação do cristal está na ordem de  $0.5^\circ$  e a geometria do sistema (porta amostra e posição da câmera do EBSD) deve ser conhecida (STOJAKOVIC, 2012). Entretanto, quando se caracteriza microestruturas contendo contornos de baixo ângulo, a precisão com a qual a orientação relativa entre os pontos adjacentes (pixels) podem ser determinados é de grande importância, e isso está relacionado à precisão com a qual as orientações dos pontos dentro do mesmo cristal podem ser medidas (HUMPHERYS, 2001a).

A resolução angular relativa de um mapa de EBSD é uma função de vários parâmetros do EBSD-MEV (GERMAIN, 2014). Uma elevada resolução angular (aproximadamente  $0.01^\circ$ ) pode ser obtida usando EBSD de alta resolução, que é muito útil quando se quer medir a distorção da rede cristalina associada à deformação elástica (MAURICE, 2013).

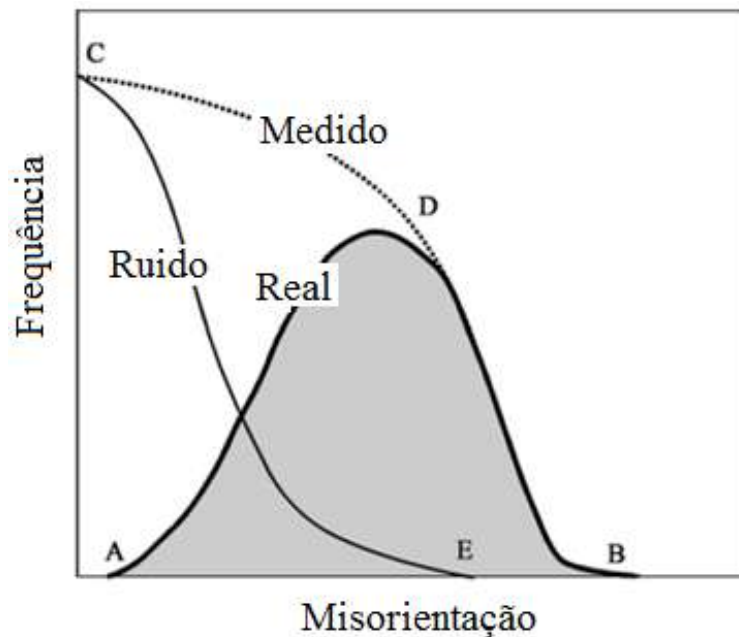


Figura 2. 13. Relação entre ruído de orientação e misorientação real para obter a misorientação medida (HUMPHERYS, 2001a).

Quando padrões de difração são obtidos de uma pequena área de um único grão dentro de uma região policristalina, então ainda que a análise resultasse com uma orientação única, este não é usualmente o caso, se obtêm uma faixa de orientações (HUMPHERYS, 2001a). O ruído da orientação pode ser quantificado em termos de misorientação aparente entre esses dados (KRIEGER LASSEN, 1996). Em uma amostra contendo contornos de grão de baixo ângulo, a distribuição medida das misorientações é a soma do ruído da orientação mais a distribuição da misorientação real, como se observa na Fig. 2.13, pelo tanto misorientações muito pequenas são difíceis de obter (HUMPHERYS, 2001a).

#### 2.4.3.5 Pontos Não Indexados

Os padrões de difração coletados a partir de pontos na superfície da amostra não necessariamente produzem dados satisfatórios devido a que o padrão de qualidade pode ser muito pobre para ser analisado (por exemplo, região severamente deformada, inclusões, pits, etc.) (HUMPHERYS, 2001a). A ausência de pontos, nos mapas de orientação, é devido a que os algoritmos de indexação automática não foram capazes de analisar os padrões de difração. Isso pode ser devido a uma pobre qualidade de imagem (WRIGHT, 1993).

Quando um feixe é posicionado em um contorno de grão, o volume de difração abrange as redes cristalinas dos dois grãos separados pelo contorno recebendo a

contribuição de ambas as redes (WRIGHT *et. al.*, 2006; 2014), isso devido a uma sobreposição entre cristais adjacentes, como mostrado na Fig. 2.14. Quando tal sobreposição ocorre, imagens de pobre qualidade são formadas e que são susceptíveis a uma incorreta indexação. Esses erros ocorrem frequentemente quando a escala da microestrutura (e.g. tamanho de grão) aproxima-se à resolução limite da técnica (aproximadamente 1 $\mu$ m). A não indexação de pontos pode ser um problema relacionado a grãos e subgrãos muito pequenos.

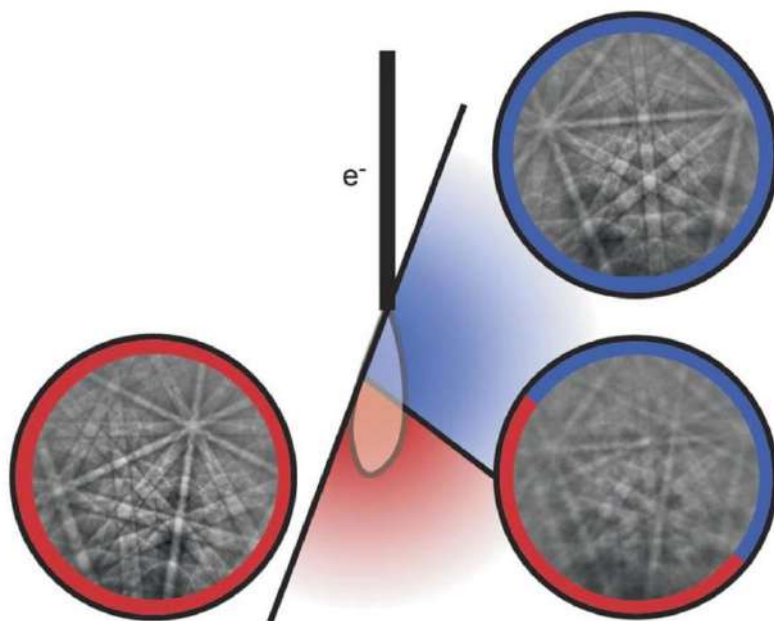


Figura 2. 14. Padrões sobrepostos, obtidos no contorno de grão (WRIGHT, *et. al.*, 2014).

Se o número de pontos não indexados é tão grande, será difícil obter dados microestruturais quantitativos, porém se o número de pontos não indexados é pequeno esses pontos podem ser consertados avaliando a orientação de pontos vizinhos ao ponto não indexado (HUMPHERYS, 2001a).

#### 2.4.3.6 Pontos Erroneamente Indexados

O erro de indexação se dá quando o padrão de difração é simétrico e a qualidade do padrão é pobre (HUMPHERYS, F. J. 2001a). Erro de indexação é um problema em cristais de baixa simetria como os minerais (PRIOR *et. al.*, 1999a). Em cristais cúbicos o erro de indexação é pouco comum e pontos não indexados aparecem como pixels isolados em um mapa de orientação, e como mencionado antes, eles frequentemente podem ser reconhecidos devido a sua elevada relação de

orientação com pixels vizinhos (HUMPHERYS, 2001a). O problema pode ser minimizado com padrões de boa qualidade, uma adequada calibração e o uso de grande quantidade de bandas para solução de padrões (HUMPHERYS, 2001a).

#### 2.4.3.7 Limpeza de Pontos não Indexados

Frequentemente as rotinas automatizadas de indexação são capazes de extrair uma das duas orientações dos padrões sobrepostos e indexar pontos (WRIGHT *et al.*, 2006b). No entanto, pode haver ainda pontos não indexados nos contornos. A Fig. 2.15 apresenta um exemplo, onde vários picos de distribuição da misorientação são observados perto do contorno do grão a partir dos pontos não indexados e rotinas de limpeza podem ser usadas pelo EBSD para mitigar problemas de indexação (WRIGHT *et al.*, 2006b).

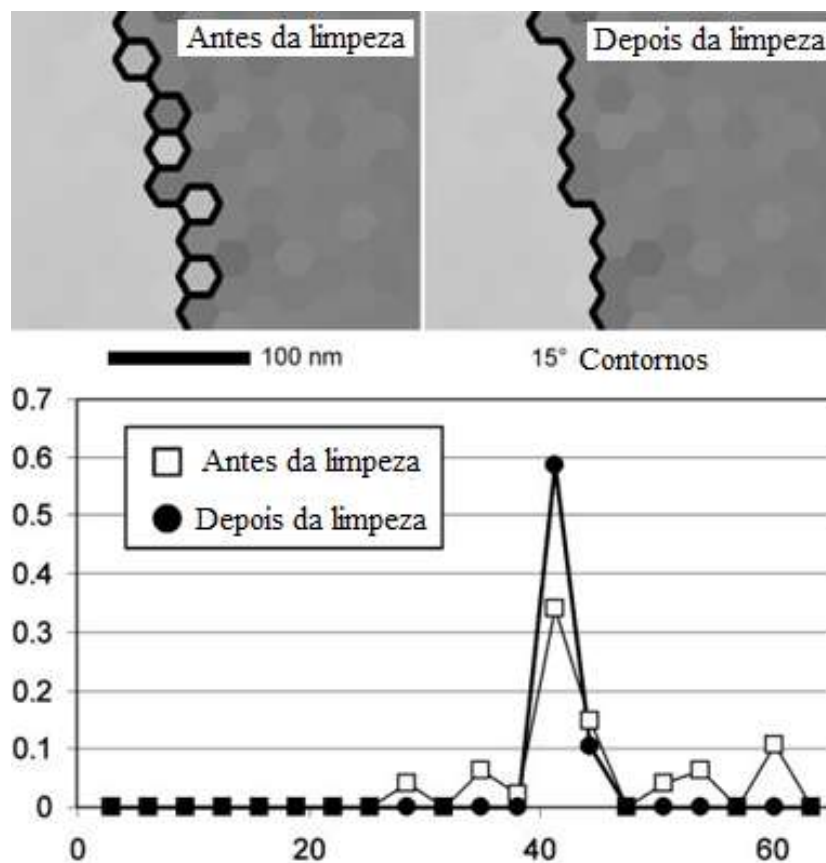


Figura 2. 15. Mapas OIM e distribuição de ângulos de misorientação mostrando o impacto de limpeza de pontos (WRIGHT *et al.*, 2006b).

Com o método OIM grãos são formados por agrupamento de pontos vizinhos com similar orientação em uma grelha, como se observa na Fig. 2.16. Para o processo de limpeza estes pontos são consumidos pela dilatação ou crescimento de grãos.

Iterativamente cada ponto é analisado. Se um ponto pertence a um grão nenhuma ação é realizada. Porém se um ponto não pertence a algum grão, os pontos vizinhos são analisados para relacioná-lo com algum ponto vizinho pertencente a algum grão (WRIGHT *et. al.*, 2006b). Assim, se a maioria dos vizinhos de um ponto em particular pertencem a um mesmo grão a orientação do ponto em particular é relacionado aos pontos vizinhos que pertencem ao grão com mais alto índice de confiança (FIELD, 1997) como se observa na Fig. 2.15 depois de realizada a limpeza. Este processo é repetido aleatoriamente até que cada ponto pertença a algum grão e este método é chamado de dilatação de grão (WRIGHT *et. al.*, 2006b). Este método pode associar algum ponto não indexado a algum grão, talvez porque estes pontos são precipitados, grãos pequenos ou trincas por exemplo.

## 2.4.4 Medição de Grãos e Subgrãos

### 2.4.4.1 Método por Intercepção Linear

Quando temos um mapa de orientação uma linha de pontos na direção X é analisada comparando as orientações de pontos adjacentes e o numero de contornos de grão de alto ângulo detectados ao longo do comprimento da linha (HUMPHERYS, 2001a).

A obtenção de dados é repetida para valores de “y”, mas não todas as filas de dados são obtidas, e para evitar a aquisição dos mesmos dados é usual repetir o procedimento na direção-“y” que não são menores que o tamanho de grão. O procedimento é repetido para a obtenção de dados na direção-“y” incrementando valores em “x” (ver Fig. 2.16) e o intercepto linear médio para o tamanho de grão na direção “x” ( $L_x$ ) é então dado pela equação 2.2:

$$L_x = \frac{R_x P_x \delta}{N_x} \quad (2.3)$$

onde  $R_x$  é o numero de filas analisadas na direção “x”,  $N_x$  é o numero de contornos interceptados,  $P_x$  é o numero de pixels na direção “x” e  $\delta$  é a distancia dos passos de analise entre pixels. A intercepção linear média para o tamanho de grão na direção-“y” ( $L_y$ ) é calculado similarmente e o intercepção linear média total ( $\bar{L}$ ) é obtido de  $L_x$  e  $L_y$ .

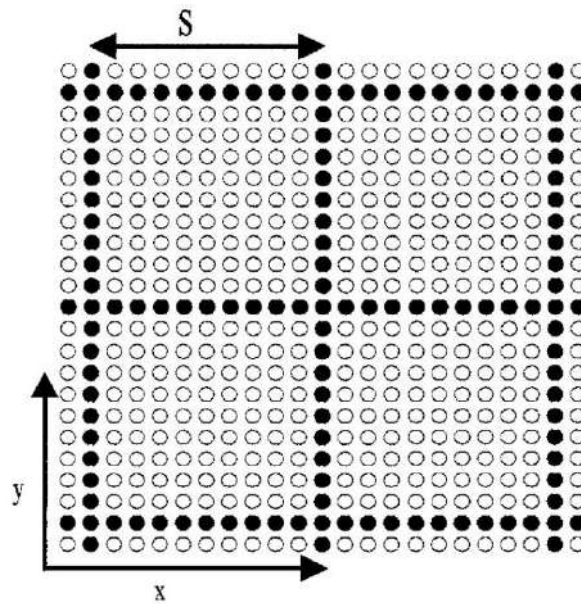


Figura 2. 16. Diagrama esquemático mostrando os píxeis de um mapa de orientação. (HUMPHERYS, 2001a).

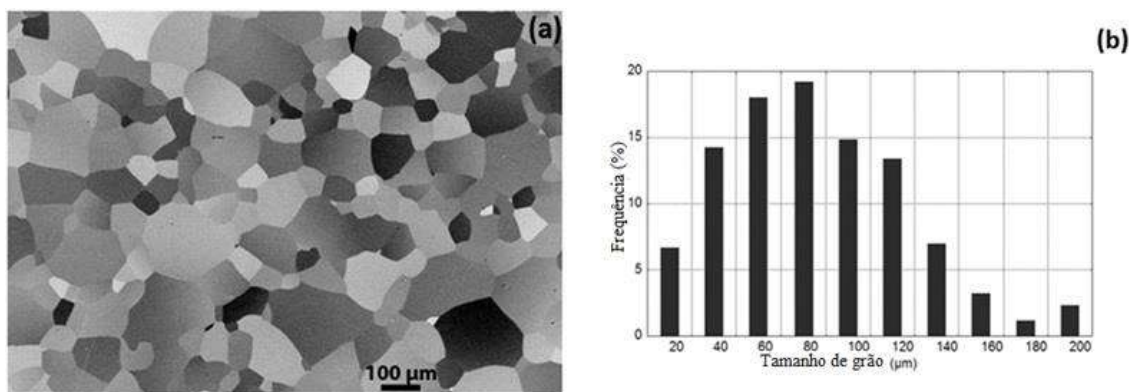


Figura 2. 17. a) Microestrutura de um aço Fe<sub>3</sub>Si, b) Distribuição do tamanho de grão do aço Fe<sub>3</sub>Si (SCHAYES, 2016).

O método da intercepção linear também é usado para obter a distribuição do tamanho de grão como observado na Fig. 2.17. Um mínimo de aproximadamente 200 grãos é normalmente requerido para a determinação do tamanho de grão, e aproximadamente 5 a 10 pontos através de um grão são necessários para definir o tamanho do grão com suficiente precisão (HUMPHERYS, 2001a).

#### 2.4.4.2 Fatores que Afetam a Precisão das Medições

A precisão com a qual se determina o tamanho de grão e subgrão com EBSD dependerá da amostra, do microscópio e dos modos de análise e aquisição de dados.

#### 2.4.4.2.1 Tamanho de Passo (Step Size)

O tamanho de passo é um dos mais importantes parâmetros a decidir quando se quer utilizar a técnica de EBSD. O tamanho de passo é a distancia entre pontos vizinhos em uma grelha de pontos obtidos por varredura (ASTM E2627, 2013), como mostrado na Fig. 2.16.

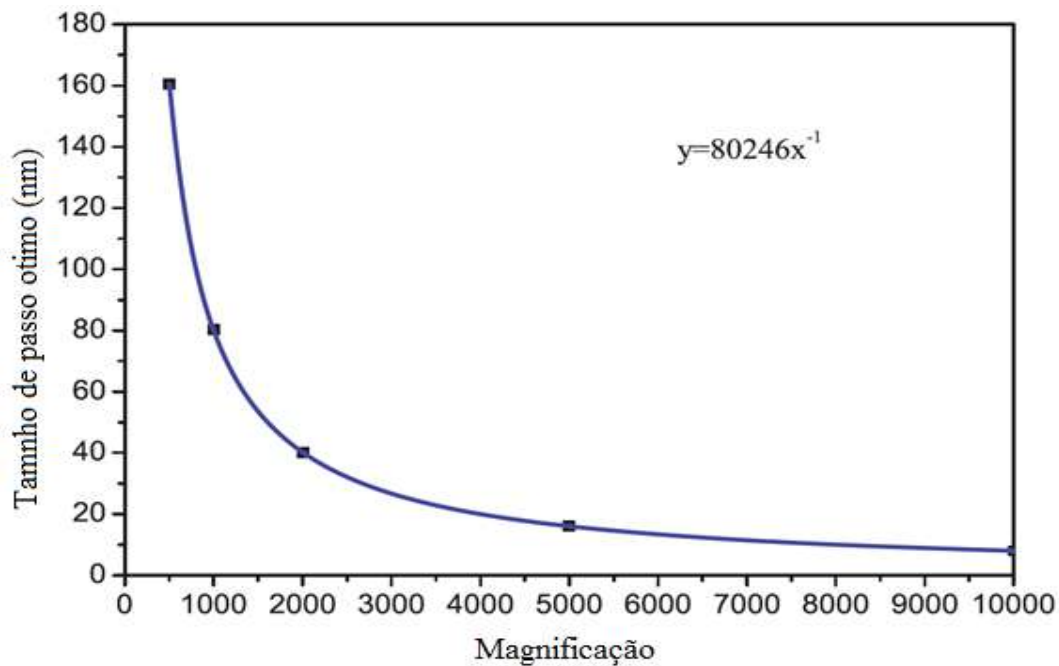


Figura 2. 18. Ótimo tamanho de passo em função da magnificação (CHEN, 2012a).

Se o tamanho do grão e do subgrão são determinados com um mapa de EBSD, então algumas considerações devem ser levadas em conta para colocar o tamanho de passo dos pixels ( $\delta$ ), em relação ao tamanho de grão ( $\bar{L}$ ) (Humpherys, 2001a). A melhor precisão será obtida se ( $\delta$ ) é menor, e quando ( $\delta$ ) é incrementado, há maior probabilidade de perder os grãos ou a intercepção dos grãos e o tamanho de grão medido será maior que o tamanho de grão verdadeiro (HUMPHERYS, 2001a).

A Fig. 2.18 indica que o ótimo tamanho de passo diminui abruptamente em baixas magnificações e diminui ligeiramente em altas magnificações. Portanto, é recomendado ter uma grande área em altas magnificações a ter uma pequena área em baixas magnificações (CHEN, 2012b).

A escolha do tamanho do passo não deveria ser menor que a resolução espacial. Assim um tamanho mínimo real de grãos e subgrãos que podem ser investigados para cada EBSD é determinado pela escolha do tamanho de passo (CHEN, 2012b).



#### 2.4.4.2.2 Efeitos de Pontos Não Indexados

No item 2.4.3.5 tratou-se de padrões superpostos em grãos, subgrãos e em contornos de grão que o sistema não pode indexar. Esses problemas são críticos quando o tamanho destes grãos ou subgrãos aproximam-se ao limite da resolução espacial do EBSD e quando a misorientação do subgrão aproxima-se ao limite da resolução angular do EBSD (HUMPHERYS, 2001a).

Uma solução seria a utilização de mapas EBSD de elevada resolução que permitem a correção de pontos não indexados, e métodos de reconstrução de grãos podem ser preferidos, já que, nesses mapas só os menores grãos em vez dos menores interceptos são perdidos (HUMPHERYS, F. J. 2001a).

#### 2.4.4.2.3 Limitações da Resolução Angular

As pequenas misorientações entre grão e subgrãos que podem ser determinadas com EBSD são 0.5 e 1.5 graus. Porém, esses limites inferiores são alcançados só a partir de padrões de elevada qualidade utilizando um bom sistema de calibração. Câmeras de alta resolução e algoritmos de muita elevada precisão, para a medição de padrões, ajudam a alcançar estes limites de resolução angular (HUMPHERYS, 2001a).

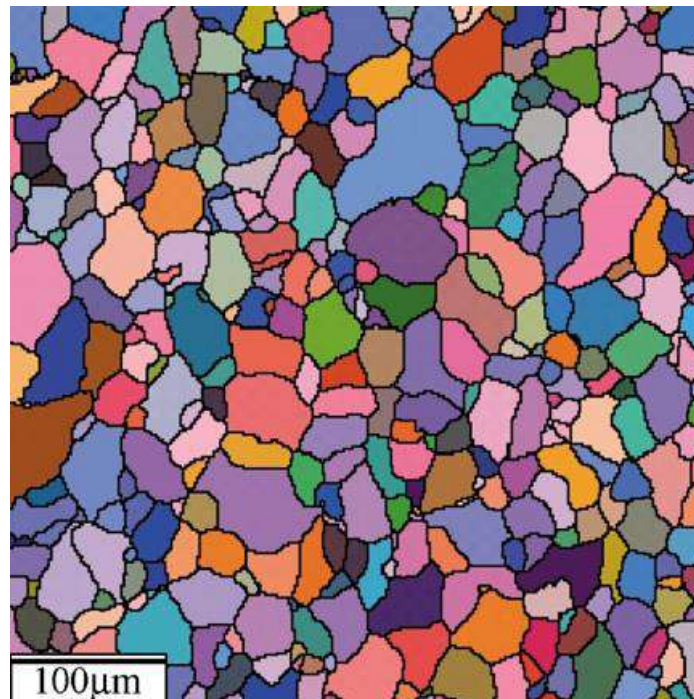


Figura 2. 19. Mapa de orientação (HUMPHERYS, 2001a).



Uma vez que a orientação de cada grão ou subgrão é medida várias vezes em um mapa da orientação, alguma melhoria na resolução angular pode ser obtida a expensas da resolução espacial por meio do processamento de dados. Em um mapa de orientação, como mostrado na Fig. 2.19, há um número considerável de dados em cada grão, e a orientação de um grão pode ser definida mais precisamente, se a média dos dados dentro de um grão é realizada (HUMPHERYS, 2001a).

#### 2.4.5 Padrões de Kikuchi

Estudos das bandas de Kikuchi foram abordados desde antes do ano 1954, ano no qual ALAM *et al.* (1954) começou a estudar os padrões de Kikuchi de alto ângulo. Alam e colaboradores mencionaram que a intensidade das bandas depende do ângulo de incidência dos elétrons. Eles mostraram que o contraste nos padrões de difração incrementou com a diminuição do ângulo de incidência do feixe de elétrons e com o plano inclinado longe da vertical.

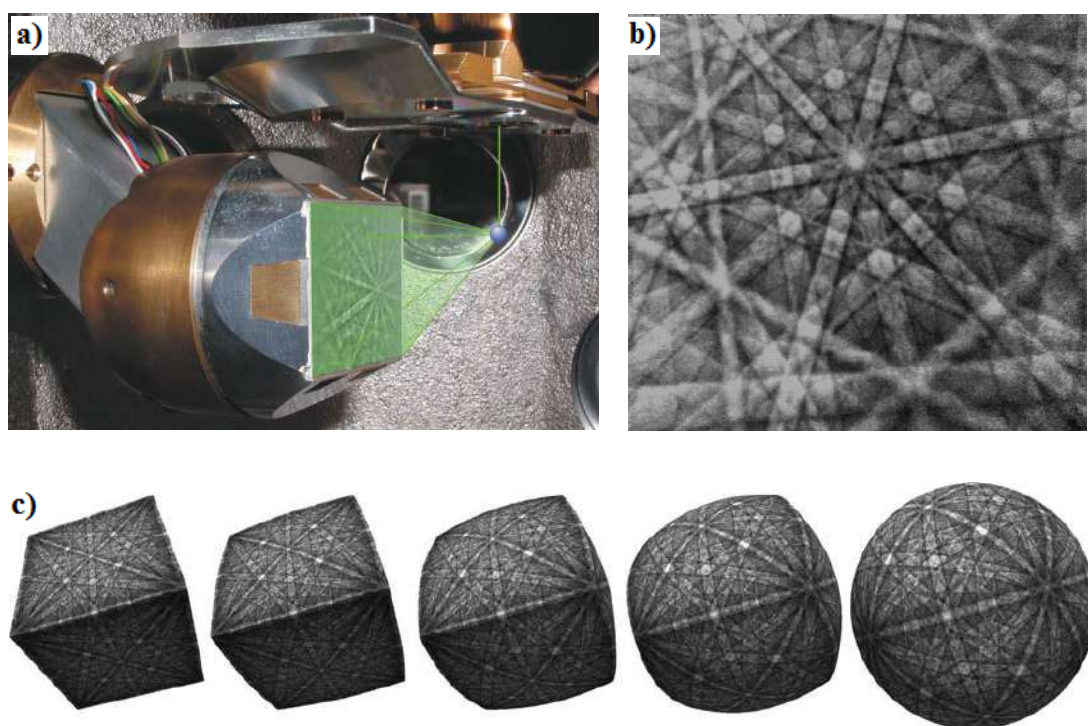


Figura 2. 20. (a) Detector EBSD, (b) Padrões de Kikuchi do cadmiun em 20keV, adquiridos com uma câmara de vídeo análoga e (c) cubo inflado até tornar-se uma esfera (projeção estereográfica) representando os padrões de Kikuchi (SCHWARTZ *et al.*, 2009).

Os padrões de Kikuchi (padrões de difração) são formados pela interação de um feixe de elétrons com os átomos da superfície de alguma amostra cristalina (Fig.

2.20a), esta interação provoca que os elétrons sejam espalhados de uma forma inelástica e incoerente e quando o feixe de elétrons é reespalhado de uma forma coerente a lei de Bragg é satisfeita por um conjunto de planos (THOMAS, 1978). A intensidade das linhas de difração e a região entre elas são determinadas por considerações de fator de estrutura que, a causa da forte natureza dinâmica da difração, pode ser calculada usando a teoria dinâmica (DINGLEY, FIELD, 1997). Na Fig. 2.20(b) e (c) é mostrado um exemplo dos padrões de Kikuchi.

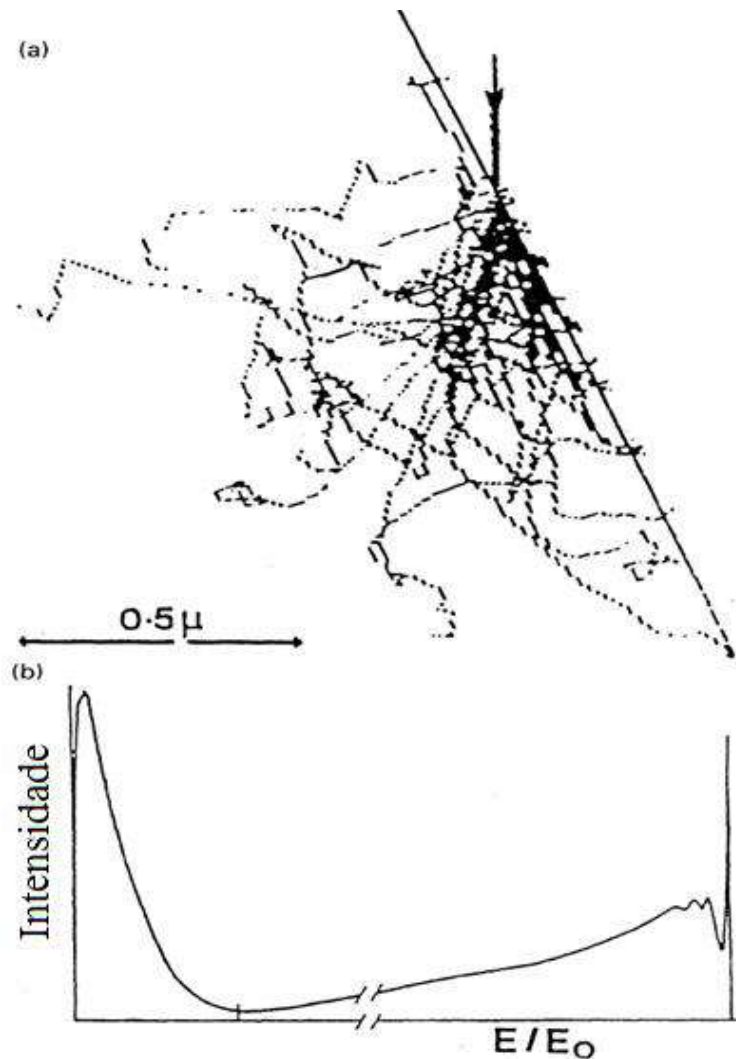


Figura 2. 21. a) Simulação de Monte Carlo dos elétrons espalhados abaixo da superfície de uma amostra de cobre (energia incidente de 20keV), b) Ilustração esquemática da distribuição da energia dos elétrons retroespalhados (DINGLEY; FIELD, 1997).

Uma simulação de Monte Carlo de uma fonte de elétrons divergente com uma rápida incidência é mostrada na Fig. 2.21a e um diagrama esquemático da distribuição da energia dos elétrons retroespalhados é mostrado na Figura 2.21b (DINGLEY; FIELD, 1997). Pode-se observar na Fig. 2.21(b) que a mais alta energia dos elétrons

espalhados está concentrada numa estreita faixa próxima do feixe incidente. Estes elétrons que incidem num conjunto de planos cristalinos e em um ângulo que satisfaz a equação de Bragg são difratados para formar as bandas de Kikuchi observadas no padrão (DINGLEY; FIELD, 1997). Há uma segunda faixa de baixa energia que é muito fraca como para cintilar a tela de fósforo e não é levada em conta para registrar padrões de Kikuchi.

Os padrões de Kikuchi gerados com um feixe de elétrons estacionário de elevada energia provem de uma profundidade de 50nm a partir capa superficial da amostra (CHEN *et al.*, 2012a).

Os padrões de Kikuchi (Fig. 2.22) consistem de um par de linhas paralelas em que cada par (conhecido como banda de Kikuchi, ou par de Kosel) apresenta uma distinta largura e corresponde a um distinto plano cristalográfico. **A**, **B**, **C** representam a interseção das bandas que correspondem aos **eixos de zona** (polo de Kikuchi) e os eixos de zona maiores são reconhecidos pela interseção de distintas bandas. Os padrões de Kikuchi essencialmente incluem todas as relações angulares num cristal (o ângulo interzonal e interplanar)  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  e assim é feita a identificação de cada uma das famílias dos planos (THOMAS, 1978; RANDLE, 2000).

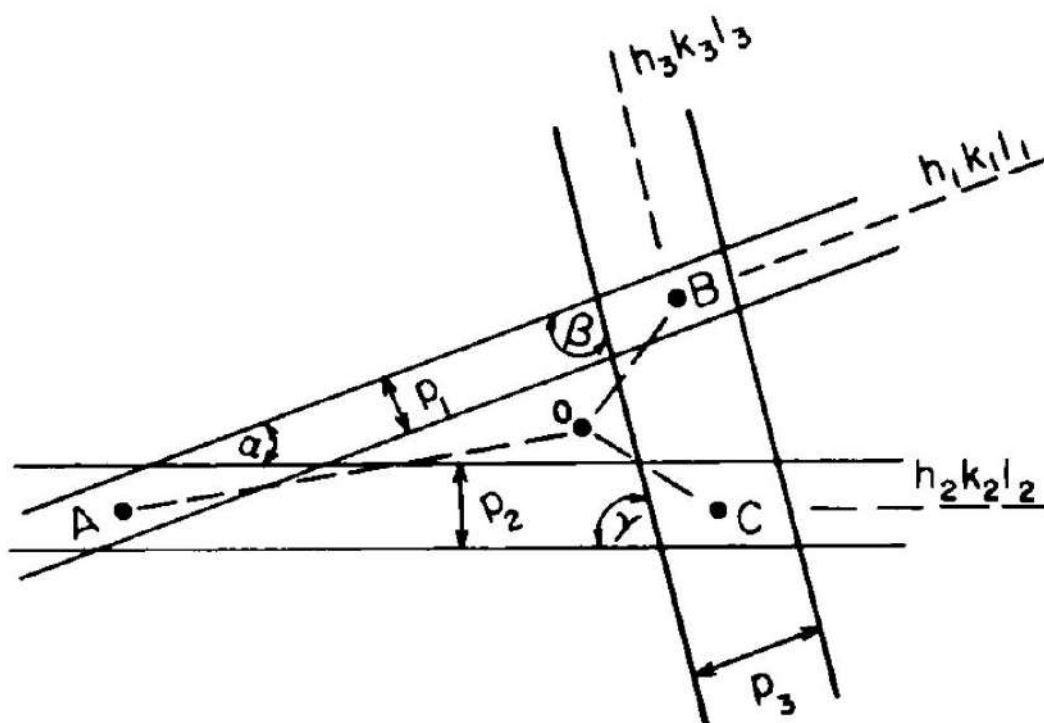


Figura 2. 22. Esboço representando a indexação de alguns padrões de Kikuchi (THOMAS, 1978).

A orientação do padrão é avaliada por indexação automática, i.e., identificação dos polos e bandas no padrão, calculando a relação entre esse e alguns eixos de

referência escolhidos (RANDLE, 2000). Os padrões de difração são a base principal da análise de EBSD (RANDLE, 2000). O arranjo geométrico das bandas indica a orientação cristalográfica da rede cristalina dentro do volume de difração (ASTM E2627, 2013).

Esferas, ou mais precisamente, superfícies esféricas, são importantes para a difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Padrões de elétrons retroespalhados (EPSPs), figuras de polo e eixos de misorientação são ideais para exibir na superfície de uma esfera. Mapas esféricos de Kikuchi (SKMs) são um meio simples para mostrar o padrão de difração completo dos padrões de elétrons retroespalhados. A maneira mais simples de visualizar a projeção de EBSPs em uma esfera é imaginar um cubo oco de borracha com seis gnomonicamente EBSPs projetados em suas faces; e depois para inflar o cubo até que seja esférico (SCHWARTZ *et al.*, 2009).. Este processo é mostrado na Fig. 2.20c.

#### **2.4.6 Mapa de Orientação Cristalina ou Microscopia por Orientação de Imagem (OIM)**

A microscopia por orientação de imagem (OIM) é um sistema completamente automatizado para fazer medições da orientação espacial baseado em uma análise automática de difração de elétrons retroespalhados para obter padrões de Kikuchi (WRIGHT, 1993). O sistema combina o movimento preciso do feixe de elétrons controlado por computador no MEV com a análise automática dos padrões de difração, para alcançar uma rápida medição da orientação da rede cristalina em pontos prescritos da microestrutura cristalina (WRIGHT, 1993; DINGLEY, FIELD, 1997). Em cada ponto, as coordenadas do ponto, a fase cristalina, a orientação e o fator de qualidade de imagem (IQ) são armazenados (DINGLEY, FIELD, 1997).

Resumidamente Adams (1993) menciona que a técnica OIM combina os aspectos de orientação cristalina da microestrutura com os aspectos morfológicos de uma maneira quantitativa e estatística totalmente confiável.

A técnica OIM fornece mapas dos grãos que não só descrevem a morfologia, como uma técnica tradicional faz, também descreve a medição absoluta das orientações da rede. Se a representação da orientação de cada ponto obtido (pixels) é desenhada, um mapa cristalográfico da microestrutura é obtido (RANDLE, 2000). A capacidade do sistema para identificar rapidamente orientações em locais específicos sobre uma amostra faz desta técnica uma ferramenta inigualável para combinar morfologia e orientação (WRIGHT, 1993). Esta técnica é bem adequada para a caracterização de relações de orientação em contornos de grão, coletando dados de

orientação específica espacial para estudos da estatística de contorno (WRIGHT, 2006b).

#### 2.4.6.1 Qualidade de Imagem (IQ siglas em inglês)

A qualidade de imagem (IQ) é uma descrição métrica da qualidade dos padrões de difração. Um mapa IQ é construído mapeando os valores IQ medidos para cada padrão de difração obtido na varredura do OIM a uma escala gris ou a cores. Mapas IQ são formados mapeando os valores IQ mínimos em preto e os valores máximos em branco e o resto em gris dimensionado linearmente entre esses extremos (WRIGHT *et al.*, 2006a).

Na Fig. 2.23 observamos um mapa OIM, cada hexágono representa um ponto onde os dados de difração foram registrados. A figura apresenta um contorno de grão (linha preta grossa) com ângulo de misorientação de  $15^\circ$ . Pode-se observar que o fator IQ diminui enquanto se afasta do contorno de grão. Já que o fator IQ é uma medida do contraste das bandas de Kikuchi em cada ponto e assim nos dá uma medida da deformação cristalina (DINGLEY, FIELD, 1997). Ou seja, perto dos contornos de grão aparentemente há uma pequena quantidade de deformação residual.

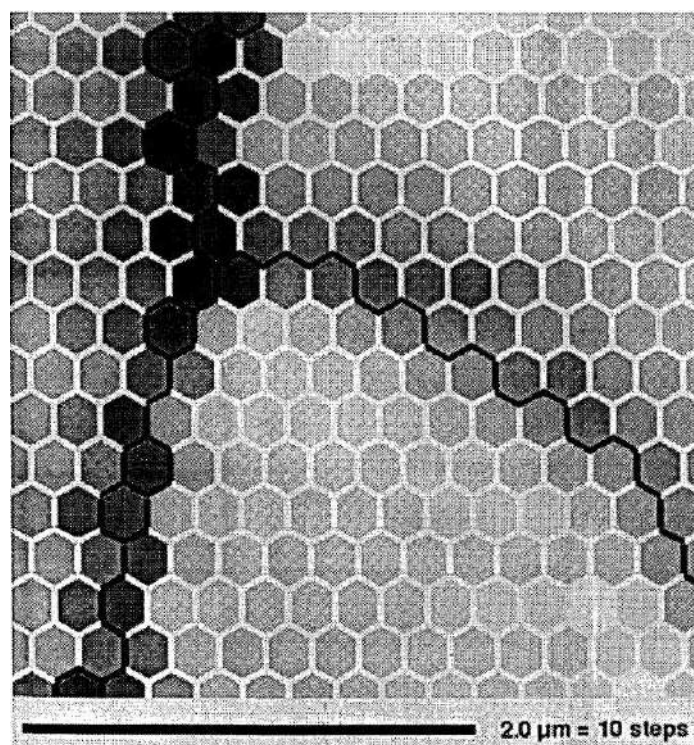


Figura 2. 23. Micrografia de orientação de imagem. Zonas escuras indicam baixo fator de qualidade de imagem (DINGLEY, FIELD, 1997).

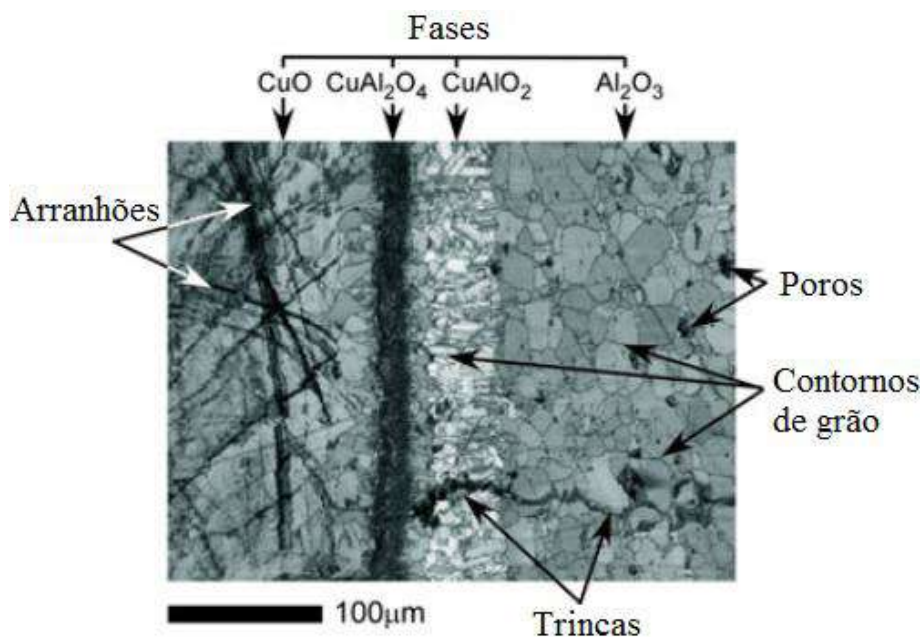


Figura 2. 24. Mapa IQ mostrando os fatores que o valor da qualidade da imagem (WRIGHT *et al.*, 2011).

A qualidade de imagem IQ não depende somente da deformação; outros fatores também afetam a qualidade de imagem, fatores como: contornos de grão, topologia da superfície, segundas fases, condições do feixe, preparação da amostra e ajustes da câmera, alguns estão representados na Fig. 2.24 (WRIGHT *et al.*, 2011). A perfeição da rede cristalina e os átomos presentes dentro do volume de difração também afetam o padrão de qualidade (WRIGHT *et al.*, 2006a).

#### 2.4.6.2 Orientação Cristalográfica

O conceito de orientação cristalina ou simplesmente orientação refere-se a como os planos atômicos, no volume do cristal, estão distribuídos em relação a um plano de referência (ENGLER, RANDLE, 2010). A maioria dos materiais policristalinos tendem a manter um padrão de orientação, começando pelos núcleos formados em pontos discretos do metal líquido e tomando posições características na rede cristalina. Com a adição de outros átomos a estes núcleos e preservando um arranjo determinado na estrutura cristalina, vem o crescimento. Adicionalmente, começando pela cristalização (nucleação e crescimento) a partir de uma fundição ou estado sólido amorfo e passando por algum processo termomecânico, podemos obter uma orientação preferencial, chamado textura.

#### 2.4.7 Textura em Materiais

O conceito de textura reside na anisotropia das propriedades do material, e por sua vez, esta propriedade está relacionada com a direção cristalográfica na qual é medida e muitas propriedades do material apresentam uma textura específica (ENGLER, RANDLE, 2010). A análise de mudança da textura em processos termomecânicos fornece valiosa informação acerca de mecanismos como deformação, recristalização e transformação de fase (ENGLER, RANDLE, 2010). A Fig. 2.25 apresenta um exemplo do módulo elástico de um cristal do ferro como uma função da orientação cristalina. Claramente, as propriedades elásticas diferem fortemente do conhecido módulo de compressão hidrostático de 210 GPa (linha tracejada), que é isotrópico, isto é, livre da influência da textura do material. Alguns exemplos de propriedades que dependem da textura média de um material são:

- Módulo de Young
- Módulo de Poisson
- Resistência
- Ductilidade
- Tenacidade
- Permeabilidade magnética
- Condutividade Elétrica
- Expansão Térmica (em materiais não cúbicos)
- 

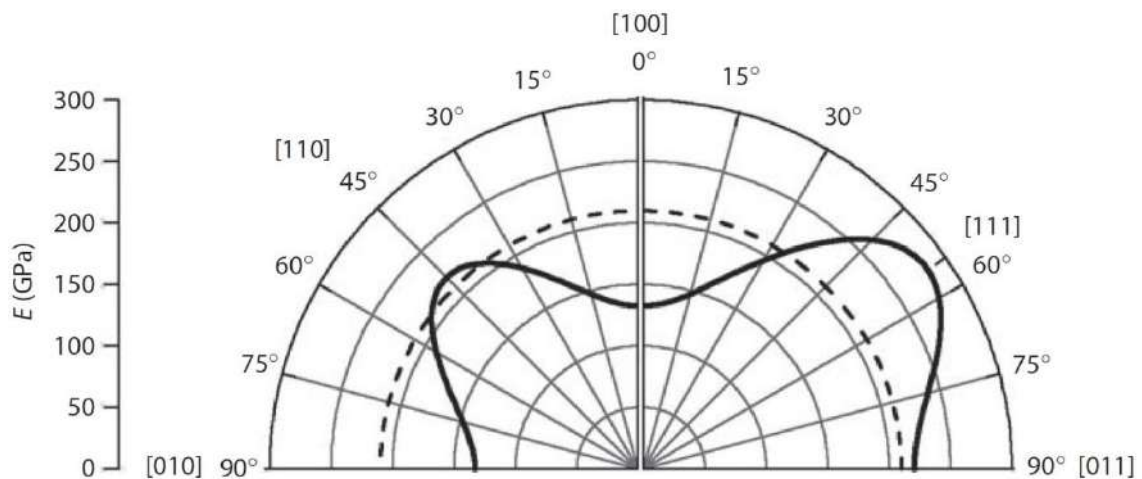


Figura 2. 25. Módulo elástico de um cristal como uma função da direção cristalina (ENGLER, RANDLE, 2010).



A textura está dividida em dois, a macrotextura que é complementada com a microtextura. A macrotextura é obtida com métodos de difração de raios-X e de nêutrons e a microtextura que é obtida com microscopia eletrônica de varredura e de transmissão. A investigação da microtextura tem crescido ultimamente, principalmente, por meio da aplicação de difração de elétrons retroespalhados, possibilitando assim, a medição automática a partir da orientação de coordenadas predeterminadas na microestrutura, o que é conhecido geralmente como mapeamento de orientação (ENGLER, RANDLE, 2010).

#### 2.4.7.1 Microtextura em Materiais

A difração por raios-X nos proporciona a média da textura (denominada macrotextura) de uma fração volumétrica (obtida a partir da intensidade de difração de planos particulares) de numerosos grãos individuais com uma particular orientação, mas não nos proporciona como cada grão está distribuído por todo o material (ENGLER, RANDLE, 2010). Uma estatística de orientação de uma população de grãos individuais, e que, geralmente, engloba a localização espacial dos grãos, ou seja, a topografia de orientação tem sido denominada microtextura que é a microestrutura relacionada com a textura (RANDLE, 2009).

#### 2.4.8 Caráter de Contorno

Como dito anteriormente a técnica de EBSD é capaz de medir a misorientação de contorno de grão. Um contorno é caracterizado por cinco graus de liberdade (PRIESTER, 2013) (graus de liberdade macroscópicos), três que proporcionam a misorientação entre as orientações cristalinas separadas pelo contorno (e.g., misorientação entre dois grãos vizinhos) e dois que definem a orientação do plano do contorno de grão com relação à referência da amostra (inclinação do contorno) (READ, SHOCKLEY, 1950; WRIGHT, 2006b; PATALA *et. al.*, 2012). Ainda esta descrição por cinco dimensões não é completa, quando ignora a curvatura que em algumas instâncias pode ser um parâmetro importante (WRIGHT, 2011).

Os cinco graus de liberdade macroscópicos são (PRIESTER, 2013):

- Um para o ângulo de rotação  $\theta$  entre os dois cristais,
- Dois para os eixos de rotação  $[uvw]$  definidos por seus cossenos diretores, e
- Dois para a orientação do plano do contorno de grão definido por sua normal  $n$ .



Finalmente, os cinco graus de liberdade macroscópicos constituem variáveis termodinâmicas que são suficientes para fornecer uma descrição termodinâmica completa do limite do grão.

#### 2.4.8.1 Misorientação de Contorno de Grão

Se orientações individuais são conhecidas, é possível calcular a diferença entre a orientação ou misorientação de grãos adjacentes e, portanto, fornecer informações sobre a distribuição da geometria de limite do grão, que é, por vezes, chamada mesotextura, isto é, a textura entre grãos (ENGLER, RANDLE, 2010).

A misorientação é a diferença de orientação cristalina entre dois cristais (PRIESTER, 2013). É bem conhecido que, a misorientação associada com o contorno de grão pode ser expressa em diferentes, porém, equivalentes formas. Por exemplo, no caso de um material com simetria cristalina cúbica apresenta 24 combinações entre ângulo e eixo de rotação, que equivalentemente se transformam de uma rede cristalina para outra (MAKENZIE, 1958; HUTCHINSON *et al.*, 1996). Para evitar confusão entre essas diferentes descrições é comum adotar um eixo e um ângulo, que apresentam o mínimo ângulo de rotação ( $\omega_{\min}$ ), algumas vezes denominado de desorientação (MACKENZIE, THOMSOM, 1957).

Uma vez que um contorno é detectado em um mapa de EBSD, a relação angular entre o cristal e o contorno é rapidamente calculada, devido a que a orientação do cristal é conhecida (HUMPHERYS, 2001b). Tipicamente, esta misorientação é descrita como o par eixo-ângulo de rotação (WRIGHT, 2006b). Esta relação também pode ser expressa em termos da Rotação da Matriz e o Vetor Rodrigues (PRIESTER, 2013). O vetor de Rodrigues é um vetor que está paralelo ao eixo de rotação e de comprimento funcionalmente dependente do ângulo de rotação (FRANK, 1988). O eixo de misorientação é o eixo de rotação necessário para rotacionar uma orientação dentro de outra e por definição apresenta a mesma orientação cristalográfica relativa a ambas as redes (PRIOR, 1999b; WRIGHT, 2006b). O método define o ângulo através do qual um dos cristais deve ser rodado em torno de um determinado eixo, de modo a trazê-lo em alinhamento com o outro cristal (HUMPHERYS, 2001a). Se as redes apresentam uma alta simetria haverá mais de um par eixo-ângulo equivalentes simetricamente que definem a misorientação (PRIOR, 1999b; WRIGHT, 2006b).

O EBSD permite medir a orientação total a escala submicrométrica e pode ser usado para medir magnitudes de misorientação e eixos de misorientação, associados com específicos contornos dentro de uma microestrutura (PRIOR, 1999b). Em geral, o

par eixo-ângulo com o mínimo ângulo de rotação é usado (WRIGHT, 2006). Deve-se levar em conta que quando o ângulo de rotação se aproxima a zero, o eixo não é bem definido (PRIOR, 1999b).

Muitos estudos de formação de textura de recristalização foram interpretados em termos de relação de misorientação especial entre os grãos deformados e recristalizados que conferem uma alta mobilidade na migração de contornos (HUTCHINSON *et al.*, 1996). Segundo Hutchinson há evidência experimental que mostra a mobilidade de contorno ser dependente da misorientação (HUTCHINSON *et al.*, 1996).

Contornos de grão podem ser caracterizados em termos da misorientação entre os grãos separados pelos contornos, orientação física do contorno com relação ao eixo da amostra; e comprimento e curvatura do contorno. Dados deste tipo, estatisticamente confiáveis, são extremamente necessários para um análise estatístico das interfaces e modelamento topológico da microestrutura (WRIGHT, 1993).

Por definição um grão apresenta uma simples orientação cristalina. Contudo, grãos em materiais deformados compreendem uma variedade de orientações da ordem de 10 graus ou mais, e que grãos recristalizados apresentam uma gradiente de orientações da ordem de 3 graus, desde um lado até seu centro (RANDLE, DEVIES, 1999). Um contorno de grão é identificado em um mapa pela mudança de orientação entre o limite de grão a grão (RANDLE, 2000). Além disso, foi observado que a misorientação apresenta uma tendência maior próximo aos contornos de grão (HOU *et al.*, 2011; LU *et al.*, 2011).

#### 2.4.8.2 Plano do Contorno

Os graus de liberdade que descrevem o plano do contorno não são facilmente obtidos. Um desses parâmetros é obtido a partir da direção do contorno no mapa, mas o outro parâmetro, que é a inclinação do contorno à superfície da amostra, não é diretamente obtido (HUMPHERYS, 2001a).

#### 2.4.8.3 Distribuição dos Ângulos de Contorno de Grão

A técnica EBSD é capaz de diferenciar os contornos de baixo ângulo ( $<15^\circ$ ), este limite pode variar ligeiramente de acordo com o material) e os contornos de alto ângulo ( $>15^\circ$ ). Na Fig. 2.26 observam-se contornos de baixo ângulo de cor cinza e contornos de alto ângulo de cor preta. Na Fig. 2.27 observa-se uma junta soldada com

contornos de grão de alto ângulo em cor preta e contornos especiais (twins) de cor amarela.

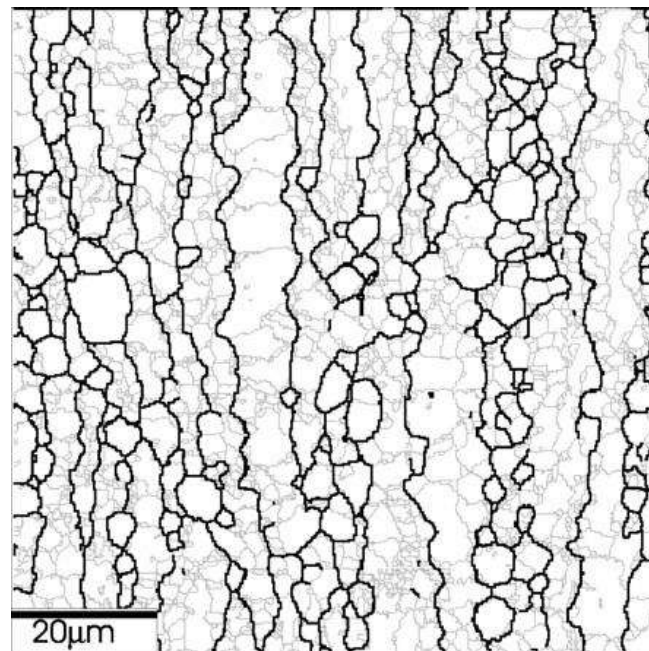


Figura 2. 26. Mapa de orientação mostrando em gris baixo ângulos e em preto alto ângulos (HUMPHERYS, 2001a).

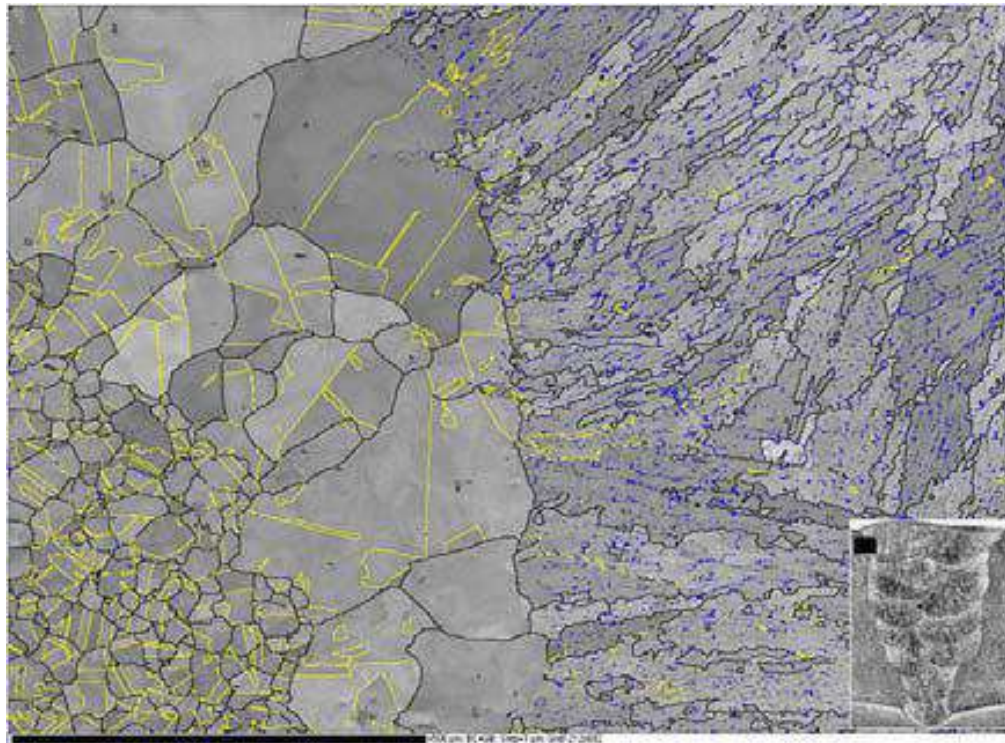


Figura 2. 27. Mapa de padrão de qualidade com contornos de grão de alto ângulo de cor preto e contornos especiais (twins) de cor amarela (SAUKKONEM, 2011).

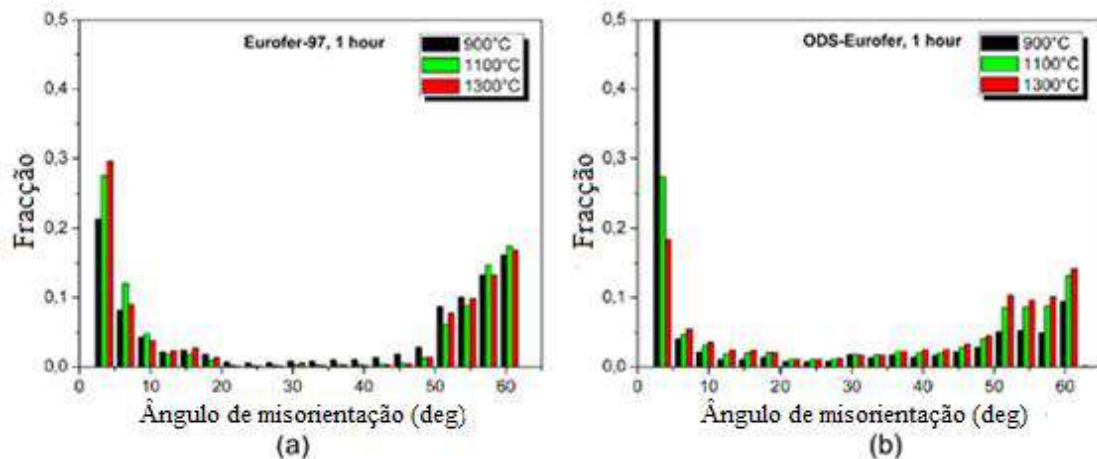


Figura 2. 28. Histogramas de misorientação de dois aços (a) Eurofer-97 e (b) ODS-Eurofer, austenitizados em 900, 1100 e 1300°C (ZILNYK, 2015).

A Fig. 2.28 mostra dois histogramas com a distribuição da misorientação de contorno de grão, algumas vezes chamada gráficas de Mackenzie (MAKENZIE, 1958). Os contornos conhecidos como subgrãos são contornos de grão de baixo ângulo, mas este termo é reservado para discordâncias de parede (edge dislocations wall: termo antigamente usado para contornos de grão de baixo ângulo) que se formam dentro dos grãos sob o efeito de um endurecimento por encruamento seguido de um tratamento térmico (PRIESTER, 2013).

#### 2.4.8.4 Contornos de Coincidência

Entre os contornos de grão de alto ângulo, os que correspondem a uma relação de coincidência são nomeados de contornos de rede em sítios de coincidência (coincidence site lattice CSL). Se eles são ligeiramente desviados a partir desta relação preferencial, são contornos de grãos quase coincidentes; o termo geral de contorno de grão é geralmente reservado para um contorno de grão longe de qualquer baixo índice de coincidência ( $\Sigma$ ). Este termo, amplamente utilizado, não implica uma periodicidade ou alguma energia de contorno de grão; na verdade, baseia-se apenas na noção de coincidência e não leva em conta o plano de contorno de grão (PRIESTER, 2013).

Em específicos pares de eixo/ângulo de misorientação grãos separados por contornos apresentam alguns sítios de rede em comum. Com a técnica EBSD é possível detectar e medir contornos que apresentam uma relação de orientação especial, tal como os CSL e se estes sítios de coincidência são elevados os contornos podem apresentar uma alta mobilidade (BRANDON *et. al.*, 1964). A reciprocidade da relação dos sítios atômicos que são comuns a sítios de rede/cristal é denotada por  $\Sigma$ ,

por exemplo, o contorno de macla (twins) com uma terceira parte dos sítios de rede comuns a ambos os cristais é denominado contorno  $\Sigma 3$  (HUMPHERYS, 2001a). Na Fig. 2.27 observa-se que contornos de macla estão representados pela cor amarela.

Brandon menciona que para determinar se um contorno pode ser classificado como contorno CSL um critério de permissível desviação a partir de coincidências deve ser usado (BRANDON, 1964). Brandon da uma equação (2.3) de misorientação permissível máxima ( $\Delta\theta$ ):

$$\Delta\theta = \theta_m \Sigma^{-1/2} \quad (2.4)$$

Onde  $\theta_m$  é o angulo de misorientação máxima para um baixo ângulo de contorno (15 graus na maioria das vezes), assim para uma rede real  $\Sigma=1$  e  $\Delta\theta = 15$ .

## 2.5 ANALISE DA DEFORMAÇÃO USANDO EBSD

A necessidade de saber o estado de tensões locais e deformações numa região do material é muito importante numa ampla faixa de aplicações. Nos materiais estruturais a deformação local se incrementa próxima às inclusões, os precipitados e os contornos de grão, e necessitam ser estudados se a deformação e o processo de falha precisam ser entendidos.

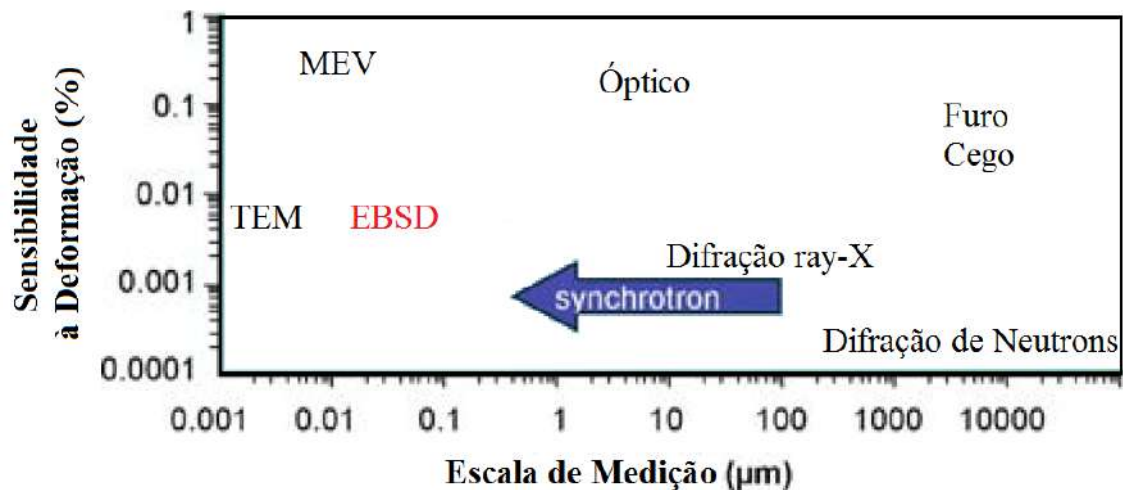


Figura 2. 29. Aproximação da escala em comprimento (resolução espacial) versus a sensibilidade à deformação alcançada pelas técnicas que analisam a deformação. Aquelas em direção esquerda combinam superior resolução espacial e superior sensibilidade à deformação (WILKINSON *et al.*, 2009).

A Fig. 2.29 mostra a escala aproximada em comprimento (resolução espacial) versus a sensibilidade à deformação alcançada por uma variedade de técnicas para

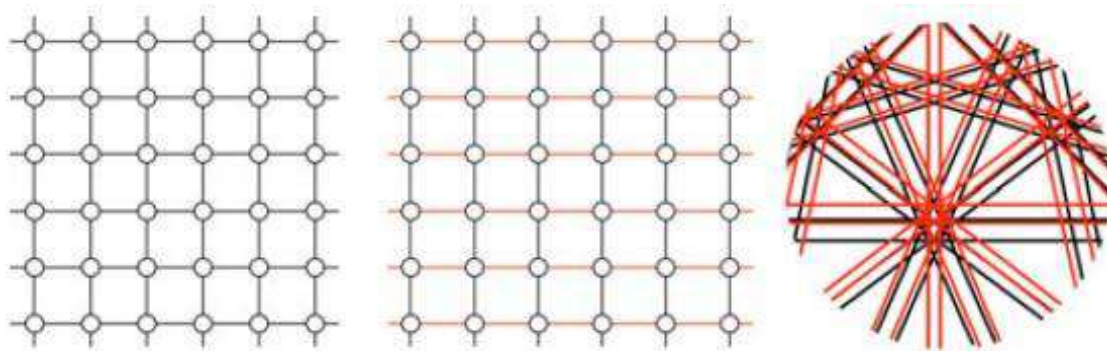


medir a deformação. Difração por raios-X é talvez a melhor técnica desenvolvida para a medição da deformação interna (BOWEN, TANNER, 1995). Parâmetros de rede e assim deformações da ordem de 1 parte de  $10^5$  podem ser determinadas, entretanto, a resolução espacial, na melhor das hipóteses, é da ordem de 100 microns (WILKINSON *et al.*, 2009). A técnica com EBSD-MEV pode determinar as deformações locais com uma atrativa combinação de uma elevada resolução espacial e uma boa sensibilidade à deformação.

Em estudos da deformação com EBSD é importante saber diferenciar entre deformação elástica e plástica. A deformação elástica e a deformação residual se manifestam de forma diferente quando se usa a técnica EBSD e os efeitos também são diferentes. A presença da deformação na rede cristalina produz efeitos que são observados nos padrões de difração do EBSD. A seguir se explica esses efeitos que produzem diferenças para a deformação elástica e plástica.

### 2.5.1 Deformação Elástica

A deformação elástica distorce a rede cristalina. Esta distorção provoca nos padrões uma mudança em alguns eixos de zona junto com mudanças na largura de algumas bandas de difração (WRIGHT *et al.*, 2011). Por exemplo, se a deformação é uniaxial e em uma direção principal da célula da rede, então a deformação produz uma mudança em um dos parâmetros da célula como se esquematiza na Fig. 2.30. Em um típico sistema de EBSD essas deformações elásticas são registradas em uma faixa de um ou dois pixels de mudança.



**Figura 2. 30.** Deformação da rede horizontalmente e esquema dos padrões sobrepostos (WRIGHT *et al.*, 2011).

## 2.5.2 Deformação Plástica

A difração de elétrons retroespalhados (EBSD) é sensível aos efeitos coletivos das discordâncias que se acumulam na rede durante a deformação (BREWER *et al.*, 2009) e, assim, a qualidade dos padrões de difração é degradada pela deformação plástica. A técnica EBSD pode ser usada para obter a deformação qualitativamente a partir de mapas que podem mostrar a variação da densidade de discordâncias relacionada com a microestrutura (SAUKKONEN T. *et al.* 2011).

Observando a Fig. 2.31 dois efeitos podem acontecer sobre os padrões de difração por causa das discordâncias. Primeiro, há regiões com vetor de Burgers líquido que não é zero através do qual há uma mudança da orientação cristalográfica ou curvatura da rede, essas discordâncias são chamadas de discordâncias geometricamente necessárias (“geometrically necessary” dislocations – GNDs). Arranjos com GNDs podem formar contornos de subgrãos. Segundo, no material há regiões com alguma densidade de discordâncias e vetor de Burgers líquido de zero, estas discordâncias são chamadas de discordâncias estatisticamente armazenadas (“statistically stored” dislocations – SSDs) as quais não provocam a rotação da rede.

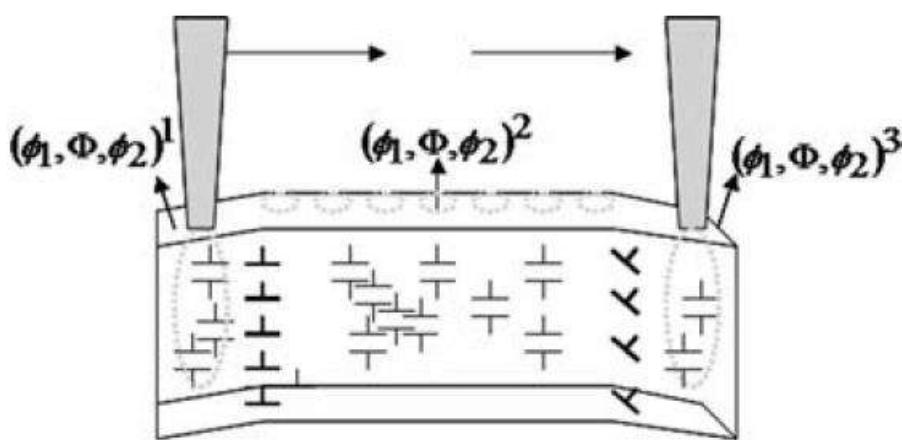


Figura 2. 31. Esquema das discordâncias e contorno de subgrão (BREWER *et al.*, 2009).

Se o volume de difração é obtido de uma região com alta densidade de discordâncias e com um vetor de Burgers líquido de zero (SSDs), então o padrão resultante será degradado devido à perturbação local dos planos de rede levando a uma incoerente dispersão. A Fig. 2.32 mostra SSDs (discordâncias opostas) alterando a rede cristalina. Quanto maior a densidade de discordâncias, maior será a degradação na qualidade padrão (WRIGHT, *et al.* 2011).

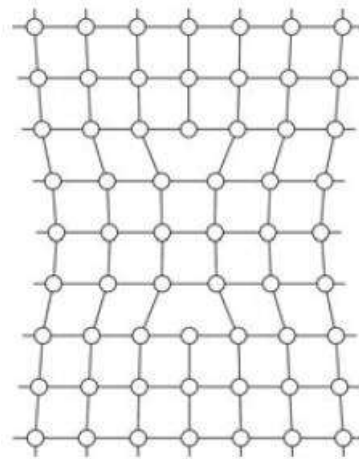


Figura 2. 32. SSDs alterando a rede cristalina devido a duas discordâncias opostas (WRIGHT, *et al.* 2011).

Se o volume de difração contém GNDs o padrão de qualidade é degradado devido à superposição dos padrões, obtidos por EBSD, de cada subgrão dentro do volume de difração como mostrado na Fig. 2.33. O grau de degradação é independente da quantidade de deformação dentro do volume de interação (WRIGHT, *et al.* 2011).

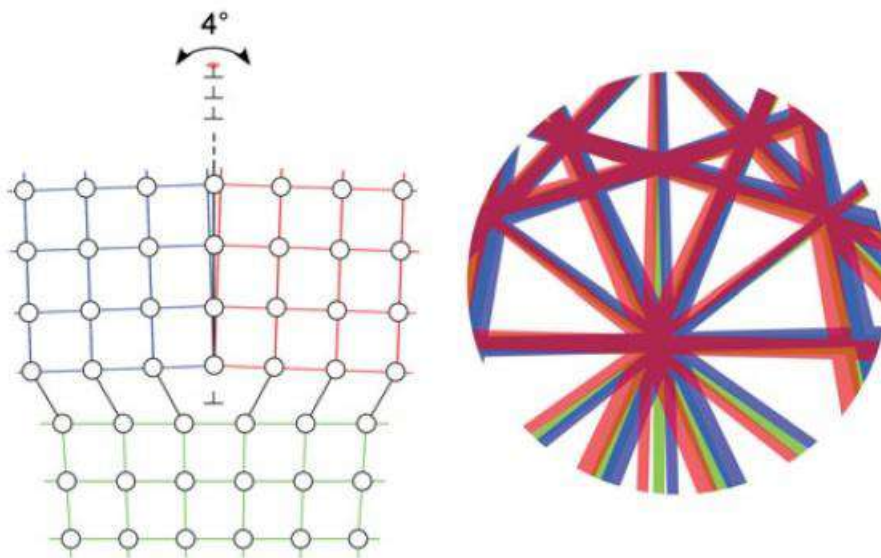


Figura 2. 33. GNDs afetando os padrões obtidos por EBSD (WRIGHT, *et al.* 2011).

É um tanto impreciso dizer que o EBSD mede a plasticidade, em vez disso, o EBSD mede os efeitos da plasticidade sobre a rede cristalina na forma de dobramento da rede (GNDs) e a imperfeição da rede (GNDs e SSDs). Uma importante conexão entre plasticidade e EBSD é o uso de contínuas descrições das discordâncias que descrevem a plasticidade do cristal (BREWER *et al.*, 2009).



NYE (1953) notou que a gradiente de deformação precisa da criação de uma rede de discordâncias para manter a continuidade geométrica do material em um estado deformado. O comportamento das discordâncias a uma escala microestrutural é simplesmente resumido como a habilidade da rede de discordâncias em suportar uma gradiente de deformação (BREWER *et al.*, 2009).

### 2.5.3 Método de Kernel Usado em EBSD

O EBSD-MEV tem sido usado para avaliar o dano acumulado em materiais, por meio da distribuição da deformação (SUBEDI *et al.*, 2015). Os parâmetros de misorientação como a misorientação média de Kernel (KAM) (BREWER, 2009), misorientação local (KAMAYA, 2009) e gradiente local (KAMAYA, 2011), podem ser calculados a partir de orientações médias e se correlacionam bem com o grau de dano por deformação plástica (DEMIR, 2009). Com o EBSD, a deformação inelástica (plástica) acumulada é calculada a partir de medições das mudanças na orientação cristalográfica local (misorientação). Essas rotações de rede são causadas pela acumulação de GNDs que acomodam a deformação plástica (UNNIKRISHNAN, 2016).

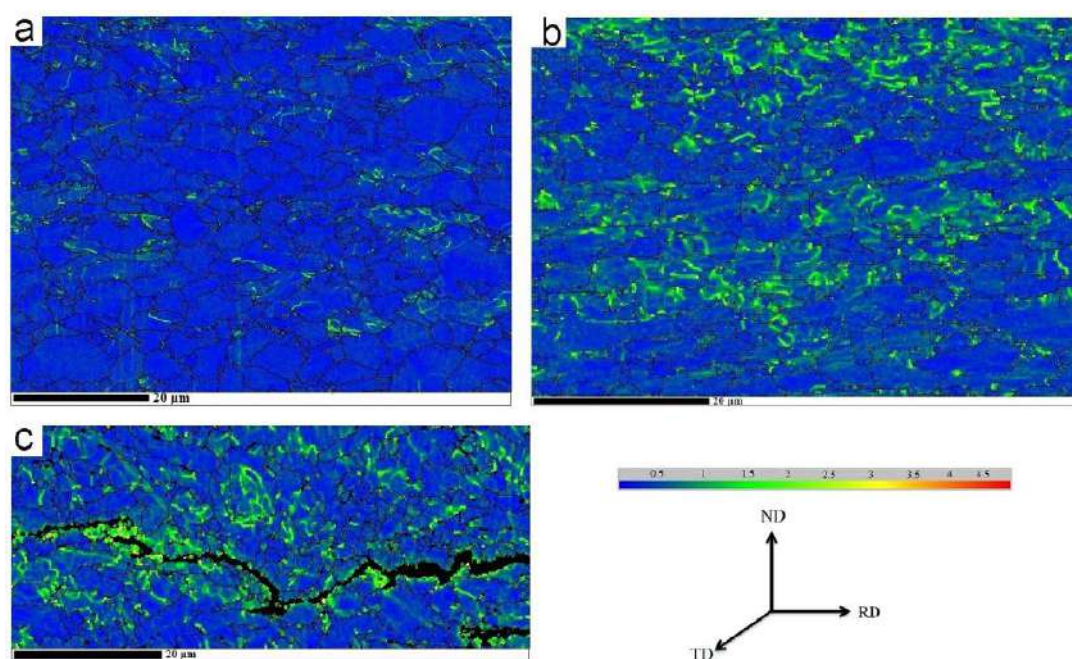


Figura 2. 34. Mapas de Kernel para (a)X60ss, (b)X60 e (c) Mostra HIC X60 testada (MOHTADI-BONAB, 2015).

Varias medidas de orientação com EBSD podem ser mostradas na forma de mapas de Kernel (KAM) mostrando o grau de deformação plástica (JIN *et al.*, 2013). O KAM é uma forma de mapas de misorientação que calcula a média aritmética da

misorientação escalar entre grupos de pixels, ou kernels, sendo bidimensional e pode ser estendida além de pixels adjacentes, por exemplo, a vizinhos mais próximos (BREWER, 2009). Usando medidas de orientação cristalina mostra-se que a misorientação local de contorno incrementa com uma deformação plástica aplicada (KAMAYA, 2012). A Fig. 2.34 mostra os mapas de Kernel para duas amostras como recebidas X60ss e X60, (a) e (b) respectivamente, e uma testada X60 (c).

Danos macroscópicos podem aparentar ser uniformes, porem sua distribuição espacial não é homogênea numa escala microscópica (KAMAYA, 2012). A anisotropia de deformação, propriedades dos grãos cristalinos e a natureza aleatória da orientação cristalina em materiais policristalinos causam a não homogeneidade (MUSIENKO, 2007).

#### 2.5.4 Misorientação Média do Grão (GAM)

A misorientação local fornece uma indicação da distribuição da deformação no material. O GAM calcula a média aritmética da misorientação entre pixels adjacentes em um conjunto de N pixels sobre M grãos (Brewer et al., 2009), que se interpreta como a misorientação média entre cada par de pontos vizinhos dentro do grão (Wright, 1999). Isso significa que cada medição contida dentro de um grão é assignado ao mesmo valor de misorientação local, porem os valores variam de grão para grão (Wright et al. 2011). Este tipo de medição é influenciado pelo tamanho de passo, quando o tamanho de passo diminui a misorientação entre pontos vizinhos diminuirá também (Wright et al. 2011). Um exemplo de um mapa da GAM é mostrado na Fig. 2.35.

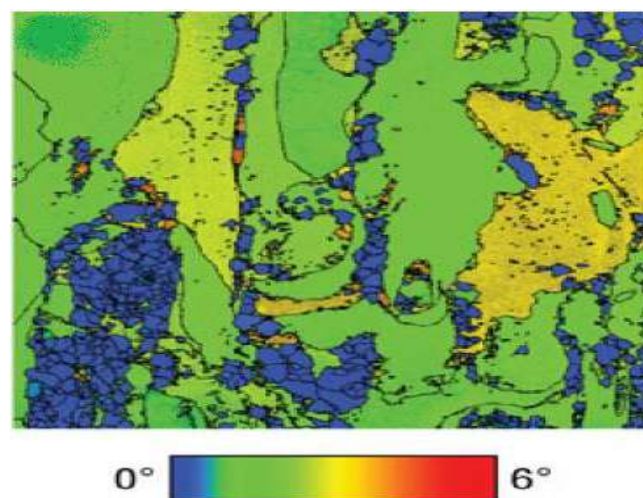


Figura 2. 35. Mapa de misorientação média do grão (GAM). Os grãos são delineados com contornos pretos e foram construídos assumindo um ângulo de 5 graus de tolerância.

## 2.6 REGIÕES IMPORTANTES DA ZONA AFETADA PELO CALOR (ZAC)

### 2.6.1 ZAC de Grão Grosseiro

A ZAC de grão grosseiro compreende a região do metal de base mais próxima da zona de ligação (linha de fusão) e que foi submetida a temperaturas máximas entre 1100 °C e a temperatura solidus, como mostra a Fig. 2.36. Nesta região a microestrutura austenítica sofre um grande crescimento de grão. Este crescimento depende do tipo de aço e da energia de soldagem. Os processos de maior energia resultarão em granulação mais grosseira (MARQUES *et. al.*, 2005).

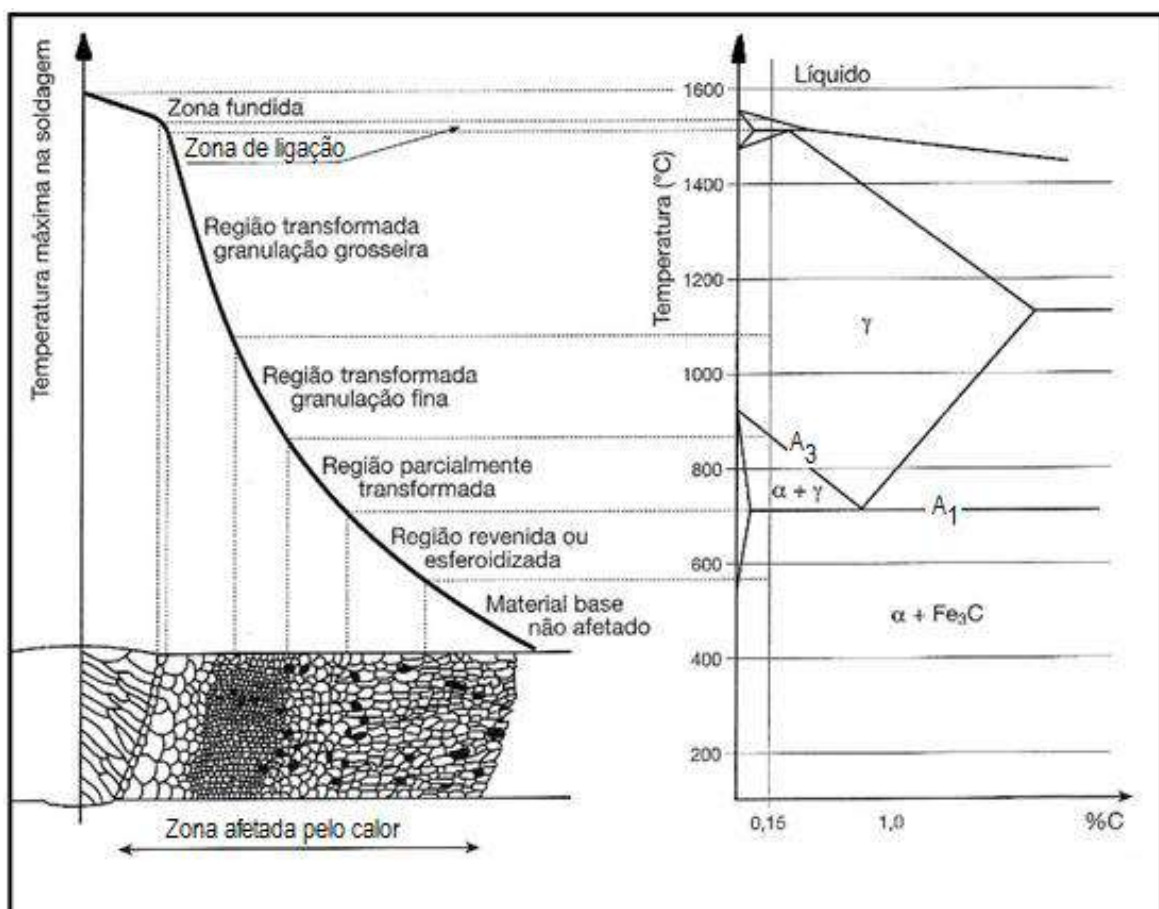


Figura 2. 36. (a) Representação da distribuição da temperatura máxima atingida na soldagem em função da distância ao eixo de solda, (b) Diagrama de fases Fe-C com a indicação das temperaturas máximas de soldagem e seu efeito sobre a microestrutura (COLPAERT, 2008a).

Temperaturas pico desta ordem alcançam o grão austenítico grosseiro e que devido à baixa densidade de contornos de grão, impedem a extensa transformação para ferrita durante o resfriamento. Microestruturas formadas em grãos grosseiros são

mais complexas que as que são formadas em regiões de grão fino ou material de base como ferrita poligonal, ferrita widmanstatten, bainita e martensita. Além disso, fases enriquecidas com carbono (microconstituintes) que estão associadas com as fases mencionadas anteriormente podem transformar para perlita, perlita degenerada, carbonetos ou martensita-austenita retida (MA) (HARRISON, FARRAR, 1989).

Velocidades de resfriamento elevadas dão como resultado, dependendo se o aço tem elevado conteúdo de carbono e elementos de liga, uma microestrutura com grande quantidade de martensita nesta região da ZAC. Por estes motivos, e pela segregação de impurezas e elementos fragilizantes para o contorno de grão da austenita anterior, esta região é a mais problemática da ZAC, porque pode apresentar problemas de tenacidade e é um lugar preferencial para a formação de trincas (MARQUES *et. al.*, 2005).

Para um dado material, espessura e tipo de junta, condições de resfriamento e, em consequência, a microestrutura desta região, poderão ser controladas pela seleção adequada das condições de soldagem, particularmente a energia de soldagem e a temperatura de preaquecimento da junta (MARQUES *et. al.*, 2005).

A máxima dureza na ZAC do cordão é observada nesta zona imediata à zona de ligação; já que, nesta zona, é onde se atinge a máxima temperatura e a máxima velocidade de resfriamento. Esses fatores provocam um aumento do tamanho de grão devido à difusão e a dissolução completa dos carbonetos e outras partículas, o que aumenta a temperabilidade da matriz.

### **2.6.2 ZAC de Grão Fino**

Esta região da junta aquecida é formada a temperaturas perto da linha  $A_{C3}$  (e.g. de 850 até próximo de 1100 °C), como se observa na Fig. 2.36. No aquecimento quando a ferrita transforma em austenita não há muito tempo para que a austenita cresça muito e com ajuda dos carbonitretos que não são totalmente dissolvidos o tamanho de grão permanece muito pequeno, (EASTERLING, 1992). Após o processo de soldagem, esta região se caracteriza por ter uma estrutura fina de ferrita-perlita e em alguns casos bainita, (HARRISON, FARRAR, 1989; MARQUES *et. al.*, 2005) devido à grande densidade de contornos de grão uma grande quantidade de ferrita é nucleada e a austenita que permanece retida se concentra no centro do grão e apresenta muito carbono transformando-se em perlita.

### **2.6.3 ZAC da Região Intercrítica ou Parcialmente Transformada**

Nesta região a temperatura varia entre a linha  $A_1$  (temperatura eutetóide) e a linha  $A_3$  como se observa na Fig. 2.36, sendo caracterizada pela transformação da microestrutura original do metal de base. Nesta faixa de temperaturas, a perlita do metal de base é rapidamente austenizada e, portanto, a austenita é enriquecida com C e Mn (EASTERLING, 1992). Devido à diferença de solubilidade do carbono na ferrita e na austenita, a austenita fica enriquecida em carbono, aumentando ainda mais a temperabilidade. Dependendo da velocidade de resfriamento, a austenita pode se decompor em perlita, bainita superior, austenita retida e martensita maclada ou autotemperda, isto é, em martensita de alto carbono (twinned). Esta zona da ZAC pode apresentar as piores propriedades em comparação às propriedades do aço (Brandi, 1995), mesmo com o refino de grão que ocorre também nesta região. Particularmente na soldagem multipasse, podem se formar constituintes de elevada dureza e baixa tenacidade (MARQUES *et. al.*, 2005). A temperatura mínima desta região ( $A_1$ ) geralmente define a fronteira entre a ZAC e o metal base.

### **2.6.4 ZAC da Região de Carbonetos Esferoidizados**

Esta região apresenta temperaturas máximas menores que a linha  $A_1$  (temperatura eutetóide - 723 °C), com uma mudança microestrutural quase que imperceptível, dependendo da composição química, dos parâmetros de soldagem e da velocidade de resfriamento, além dos eventuais reaquecimentos. Nesta região as lamelas de cementita da perlita se degradam em partículas esferoidais de  $Fe_3C$ . A aglomeração de partículas de cementita esferoidizada nos contornos de grão e contornos de triple união, realça a função dos contornos de grão como canais de alta difusividade do carbono em baixas temperaturas (EASTERLING, 1992). A resistência mecânica pode diminuir ainda que não seja comprovável, já que, ocorre numa faixa estreita da ZAC (BRANDI, 1995).

### **2.6.5 Zona de Material Base não “Modificada”**

Esta é uma zona com temperaturas máximas de 650 °C e mudanças na morfologia parecem não ocorrer. Contudo o efeito combinado do aquecimento e as tensões residuais podem causar envelhecimento por deformação dinâmica. Este fenômeno é associado ao movimento das discordâncias em espiral sobre as impurezas intersticiais como C e N. Em resfriamento as discordâncias são travadas



fortemente deixando a estrutura mais frágil. O problema é intensificado em soldas multipasse (EASTERLING, 1992).

### 2.6.6 Efeitos de Vários Passes de Solda na ZAC

Na soldagem multipasse a situação é mais complexa que a soldagem de um único passe, devido à transformação parcial da microestrutura na ZAC inicial causada pelo passe subsequente, de forma que cada cordão de solda é tratado termicamente pelo cordão subsequente, tendo como resultado uma ampla gama de microestruturas, as quais dependem da distância na que se encontra aquela região até a zona fundida.

A sequência de deposição dos passes é importante, uma vez que o ciclo térmico de um passe subsequente pode ajudar a refinar o grão grosseiro de um passe anterior. Quando um passe é aplicado ao metal de base há uma região ao lado da zona de fusão onde se alcança a temperatura suficiente para propiciar o crescimento de grão austenítico. A deposição ideal dos passes posteriores é aquela em que se atinge a reaustenitização da região de grão grosseiro a temperaturas máximas inferiores às temperaturas dos passes anteriores.

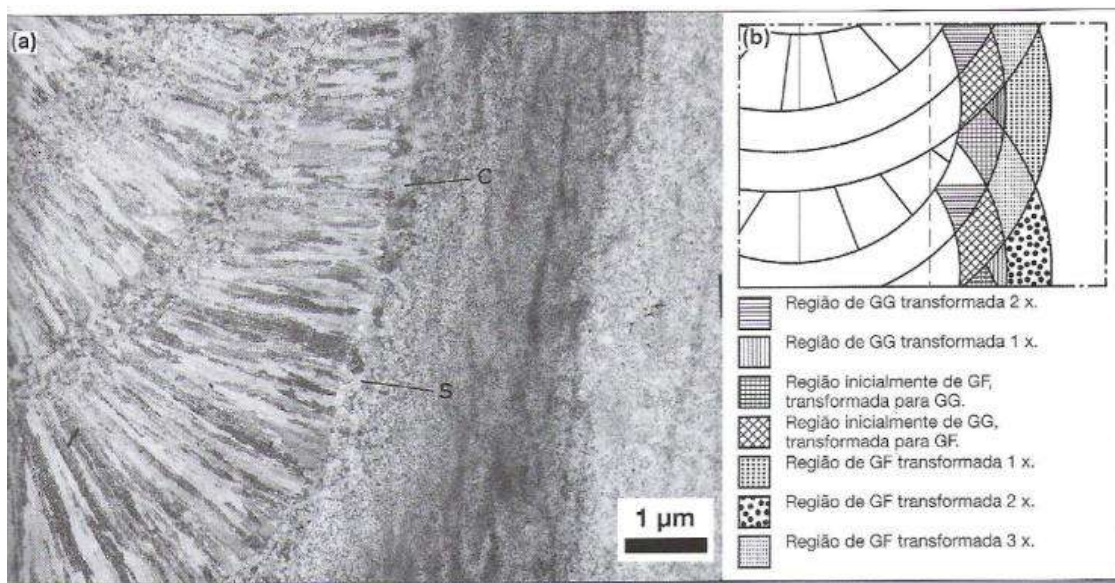


Figura 2. 37. (a) Detalhe da linha de fusão e região termicamente afetada da solda com arame tubular. Estão indicadas, junto à linha de fusão, no material base, duas regiões: (s) região sem segregação no material base (c) com segregação. (b) Esquema indicando as zonas de grãos grosseiros (GG) de um passe que são refinadas para granulação austenítica fina (GF) pelos passes subsequentes (COLPAERT, 2008).

Passes subsequentes podem refinar a microestrutura, melhorar a tenacidade e aliviar as tensões residuais, ou o contrario pode acontecer. A seguir explicaremos alguns detalhes de como afeta um passe posterior à zona fundida e à ZAC:

a) A zona fundida pode apresentar grande densidade de discordâncias, ser pouco ligado e consistir de vários produtos de transformação (segundo o ingresso de energia). Durante o aquecimento há pouca possibilidade de impedir o crescimento do grão devido à ausência de carbonitreto que foram diluídos, mas não haverá esse crescimento se o ingresso de energia é baixo (EASTERLING, 1992).

b) A ZAC pode apresentar uma mistura de zonas de diferentes temperaturas que apresenta diferentes propriedades mecânicas. Nas soldas com vários passes poucas zonas de grão grosseiro são formadas, porem essas poucas zonas são prejudiciais para as soldas e apresentam diferentes tipos de microestruturas.

A Fig. 2.37 mostra uma soldagem multipasse (COLPAERT, 2008) realizada com arame tubular auto-protégido (SAT-NG) em aço 20MnMoNi55. A Fig. 2.37(a) mostra um cordão de solda com três passes. Na figura 2.37(b) é apresentado um esquema das regiões da ZAC de uma soldagem multipasse, com grãos grosseiros (GG) e com grãos refinados (GF), transformadas diversas vezes conforme a posição relativa entre os cordões.

## 2.7 CICLOS TÉRMICOS

### 2.7.1 Transferência de Calor na Soldagem

O calor é a principal fonte de energia nos processos de soldagem, sendo necessário supri-lo à poça de fusão em intensidade suficiente, de modo a garantir a execução de uma junta soldada de boa qualidade nos processos de soldagem por fusão. Por outro lado, pode representar fonte potencial de problemas devido à sua influência direta nas transformações de fase e fenômenos mecânicos (tensões residuais e distorções) que ocorrem na junta soldada. Esses efeitos são consequências dos ciclos térmicos e das temperaturas a que a junta soldada é submetida.

#### 2.7.1.1 História Térmica

A história térmica representa as mudanças de microestrutura que ocorrem em um processo de soldagem. Para estabelecer essas alterações é preciso conhecer os

ciclos térmicos de soldagem em cada ponto próximo à solda, e a repartição térmica (GRANJON, 1991).

O ciclo térmico de soldagem é definido pela variação da temperatura ( $\theta$ ) que ocorre em função do tempo ( $t$ ) em uma dada posição no metal de base (GRANJON, 1991). A temperatura máxima e a velocidade de resfriamento estão relacionadas com a microestrutura nos pontos de interesse e, portanto, nas propriedades finais do material soldado (BRANDI, 1995).

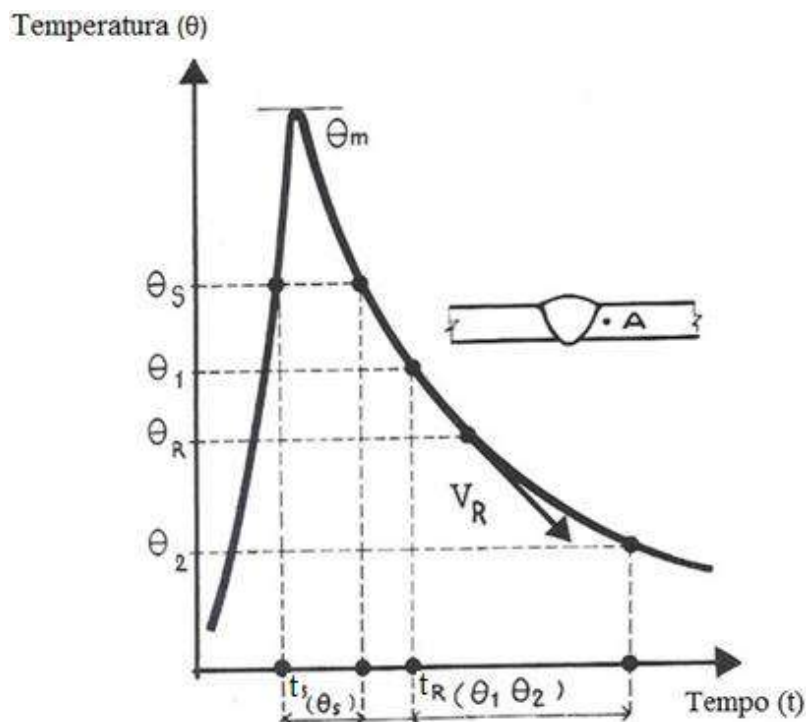


Figura 2. 38. Ciclo térmico de soldagem em um ponto da junta soldada (GRANJON, 1991).

A curva  $\theta=f(t)$ , desenhada para um ponto (A) perto do cordão de solda, como se observa na Fig. 2.38, mostra todas as informações necessárias do ciclo térmico. Na figura,  $\theta_m$  representa a máxima temperatura alcançada;  $\theta_s$  é a temperatura crítica em um tempo  $t_s$  e  $V_R$  é a velocidade de resfriamento a uma temperatura  $\theta_R$  em um tempo  $t_{R(\theta_1 \text{ a } \theta_2)}$  (GRANJON, 1991). Geralmente, para os aços carbono e aços baixa e média liga, as temperaturas  $\theta_1$  e  $\theta_2$  são 800 e 500°C, definindo o  $t_R$  como a  $\Delta t_{8-5}$ .

A repartição térmica mostra a extensão da região do metal base que teve sua microestrutura modificada pelo(s) cordão(ões) de solda. A curva que representa a repartição térmica  $\theta=f(x)$ , apresentada na Fig. 2.39, mostra a variação da temperatura máxima ( $\theta$ ) alcançada em cada ponto em função da distância a partir da zona de ligação ( $x$ ). Para definir a extensão da zona afetada pelo calor para os aços carbono



basta encontrar a distância entre a região que atingiu uma temperatura máxima igual à temperatura solidus e a temperatura  $A_{C1}$  na ZAC (GRANJON, 1991).

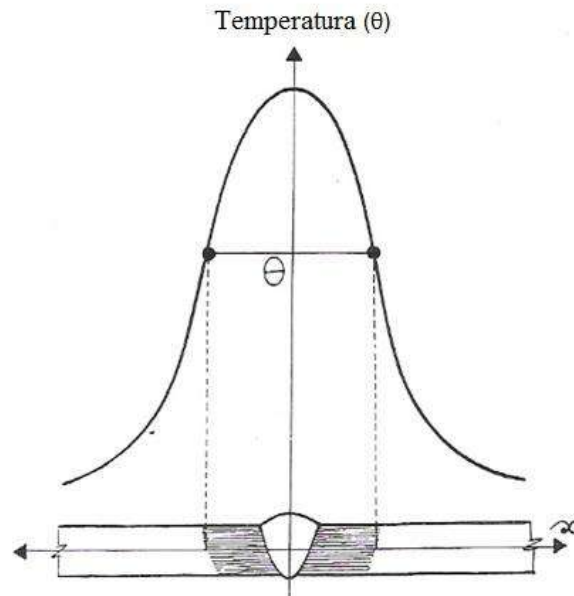


Figura 2. 39. Repartição térmica representando a ZAC de uma junta soldada (GRANJON, 1991).

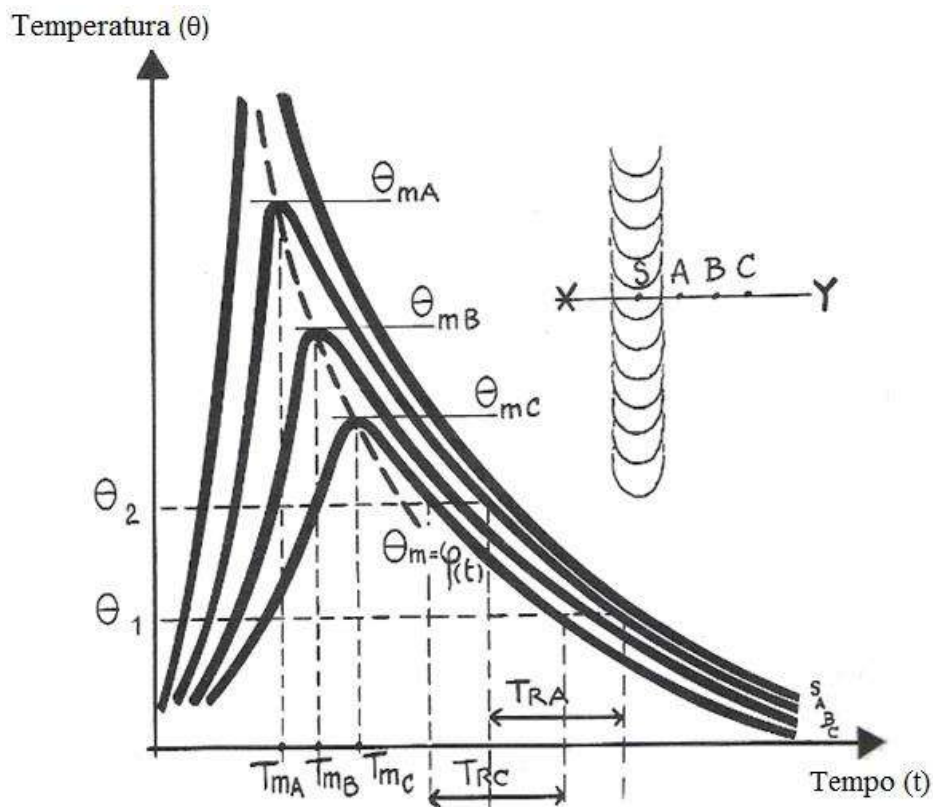


Figura 2. 40. Ciclos térmicos para distâncias perpendiculares à linha de centro do cordão de solda (GRANJON, 1991).

Na Fig. 2.40 podem-se observar os ciclos térmicos para diferentes distâncias perpendiculares à linha de centro do cordão de solda. As temperaturas máximas alcançadas  $\theta_{mA}$ ,  $\theta_{mB}$ ,  $\theta_{mC}$  de cada ciclo térmico diminuem com o aumento da distância, enquanto os tempos  $t_{mA}$ ,  $t_{mB}$ ,  $t_{mC}$  aumentam. Estes valores são funções do material, geometria de junta, do processo e do procedimento de soldagem que é usado. O conjunto de temperaturas máximas resulta na curva  $\theta_m = \varphi(t)$ , representada pela linha tracejada que une as temperaturas máximas alcançadas. Isto significa que, dependendo da distância, existem regiões que estão resfriando (próximas à zona de ligação) e outras que ainda estão no aquecimento (pontos mais afastados da zona de ligação). Para a distribuição de ciclos térmicos, a velocidade de resfriamento é menor para distâncias maiores da zona de ligação (GRANJON, 1991).

Teoricamente, caso não haja alteração de nenhuma das condições durante a soldagem, pode-se dizer que existe uma única repartição térmica e infinitos ciclos térmicos durante a soldagem em regime pseudo-estacionário.

#### 2.7.1.2 Ciclos Térmicos de Uma Solda Multipasse

Em condições reais a maioria dos cordões de solda não é feita com um único passe, as soldas são normalmente feitas com vários passes. A Fig. 2.41 mostra, esquematicamente, para uma soldagem multipasse de uma junta em V, feita em três passes e sem preaquecimento, os ciclos térmicos no ponto A, que teve sua microestrutura afetada pelos três passes, isto é, a temperatura máxima dos três passes foi maior que a temperatura  $A_1$  (Fig. 2.36).

O primeiro passe tem como resultado uma temperatura máxima  $\theta_{mI}$ , seguido de um resfriamento, caracterizado por uma velocidade  $V_I$  na temperatura  $\theta_V$ . O resfriamento continuará até a temperatura inicial se o segundo passe é feito depois de um tempo adequado. Isso geralmente não ocorre, e o segundo passe é aplicado antes que a temperatura no ponto A tenha retornado à temperatura inicial  $\theta_0$ ; isto é,  $\theta_1 > \theta_0$ . Quando o ciclo térmico produzido pelo segundo passe começa, ele é caracterizado por uma máxima temperatura  $\theta_{mII}$  e velocidade de resfriamento  $V_{II}$  à temperatura  $\theta_V$ . Este ciclo térmico difere do primeiro ( $\theta_{mII} < \theta_{mI}$ ) devido a maior distância do ponto A em relação ao segundo passe. A velocidade de resfriamento  $V_{II}$  é menor que  $V_I$  pela mesma razão e especialmente a causa de que o ciclo térmico do segundo passe é influenciado por um efeito similar ao de pré-aquecimento, já que o ciclo térmico começa a uma temperatura inicial  $\theta_1 > \theta_0$ . O mesmo se aplica ao terceiro passe, já que, pela mesma razão e arranjo descrito, a temperatura máxima  $\theta_{mIII}$  e velocidade de resfriamento  $V_{III}$  são respectivamente menores que  $\theta_{mII}$  e  $V_{II}$ .

Aqui também pode se observar que as velocidades de resfriamento diminuem do primeiro para o último passe, visto que os passes subsequentes ao primeiro são feitos a temperaturas iniciais mais elevadas, produzindo um efeito similar ao aumento da temperatura de pré-aquecimento. A redução da velocidade de resfriamento também está associada ao tempo de resfriamento, que é maior para temperaturas máximas menores.

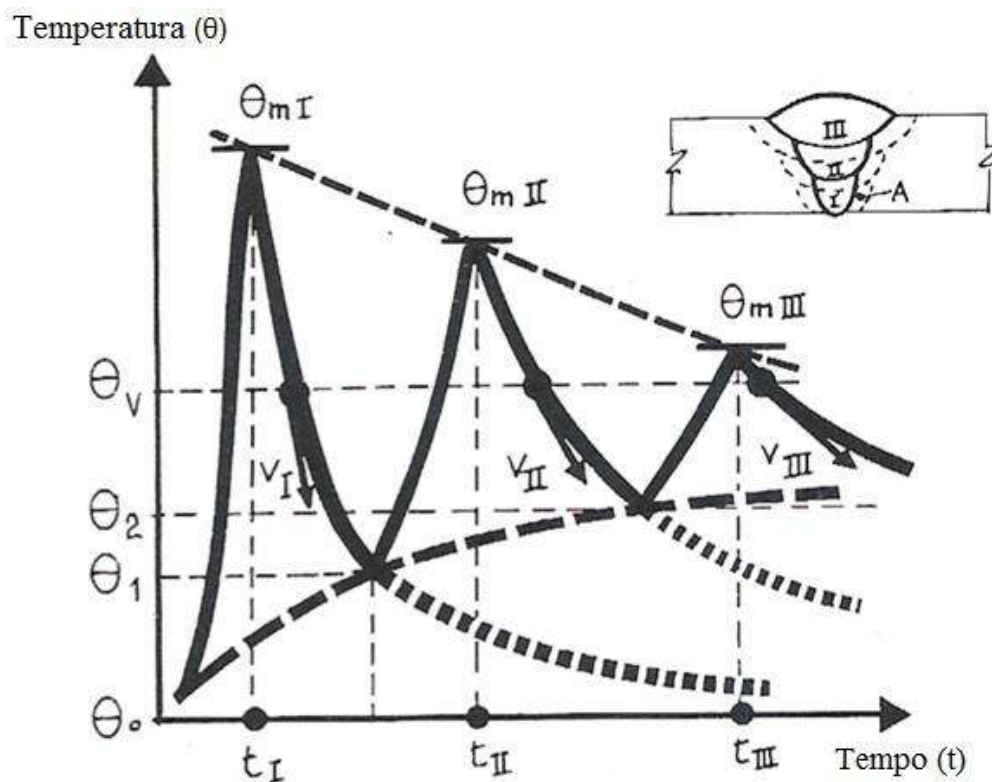


Figura 2. 41. Ciclos térmicos de uma solda multipasse feitos em um ponto da ZAC perto da raiz e sem pré-aquecimento (GRANJON, H, 1991).

Os ciclos térmicos multipasse dependem de certos fatores como: temperatura inicial, número de passes, condição em que eles são aplicados, tempo entre passes e a relação entre a posição da solda e o ponto no qual a variação de temperatura será analisada (GRANJON, 1991).

## 2.8 TENSÕES RESIDUAIS DE SOLDAGEM

### 2.8.1 Tensões Residuais

Tensões residuais ou tensões internas são tensões que existem em um corpo se todas as cargas externas são removidas (KOU, 2003). As tensões residuais de

soldagem podem aumentar se uma região for aquecida ou resfriada de forma diferente de outra região. Assim, diferenças na orientação ou composição apresentam diferentes respostas a mudanças de temperatura (HOSFORD, 2005).

### **2.8.2 Tensões Provocadas por Soldagem**

A natureza das tensões residuais de estruturas soldadas é discutida em termos de sua magnitude, direção, distribuição espacial, e variabilidade (LEGGATT, 2008). Tensões residuais são afetadas por distintos fatores como: propriedades do material, fabricação do material, geometria estrutural, procedimento de fabricação, procedimento de soldagem, tratamento térmico pós-soldagem e condições de serviço (LEGGATT, 2008).

As tensões residuais que existem em uma estrutura, provocadas por mudanças de temperatura não uniformes, como aquelas decorrentes da soldagem, são comumente chamadas de tensões térmicas (MASUBUCHI, 1980; ZINN, SCHOLTES 2002). A intensidade da temperatura aumenta segundo a fonte de soldagem e ao redor do cordão de solda (ZINN, SCHOLTES 2002). O calor subministrado por um arco de soldagem produz complexos ciclos térmicos na solda, que provocam mudanças na microestrutura da zona afetada pelo calor (ZAC) e na zona fundida (ZF) (MASUBUCHI, 1980). As tensões térmicas transientes e o movimento do metal fundido provocam a criação de tensões e distorções no produto final (MASUBUCHI, 1980).

Nas soldas, limites de escoamento em compressão (quando o material é aquecido) e em tensão (quando o material é resfriado) podem ser alcançados na zona fundida (ZF) e no material adjacente a esta zona (ZAC). Por isso, deformações plásticas heterogêneas podem gerar-se em estruturas soldadas. Assim, tensões de tração localizam-se na junta soldada e tensões de compressão no material de base, longe da junta soldada.

### **2.8.3 Magnitude das Tensões Residuais**

As tensões residuais trazem como consequência deformações elásticas e plásticas não homogêneas, em escala macroscópica ou microscópica. WHITHERS e BHADESHIA (2001a, 2001b) caracterizaram as tensões residuais pela escala onde elas se equilibram que podem ser a grandes distâncias (tipo I) ou pequenas distâncias (tipo II e III).

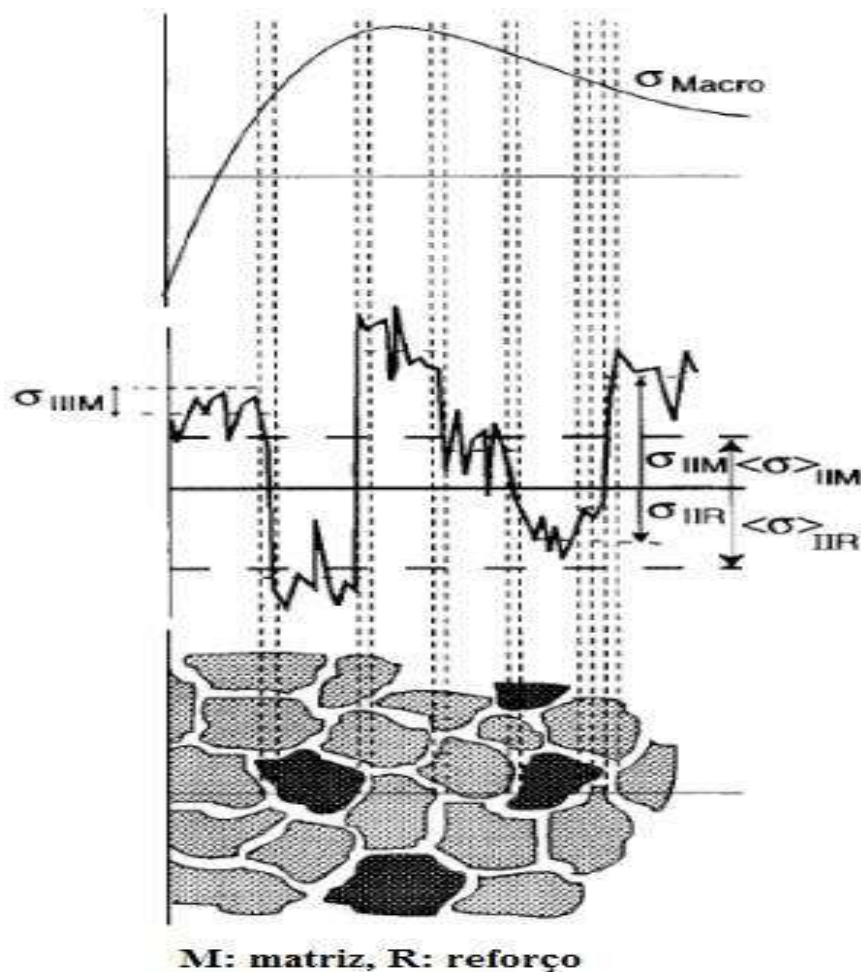


Figura 2. 42. Tensões residuais categorizadas segundo a escala de comprimento : tipo I ( $\sigma_I$ ) representa uma fração considerável do componente (macro tensão); tipo II ( $\sigma_{II}$ ) representa a fração comparável às dimensões do grão e tipo III ( $\sigma_{III}$ ) é menor que o tamanho do diâmetro do grão (microtensões) (WHITHERS, BHADSHIA 2001b).

Tensões do tipo I são as tensões a escala macroscópica (macro tensões), por exemplo, aquelas causadas pela deformação plástica de uma barra dobrada havendo um desajuste das deformações (eigenstrain) entre distintas regiões do material (Fig. 2.42). Tensões residuais do tipo II, em escalas menores, são encontradas a nível intergranular, como nos materiais policristalinos. Nestes casos o desajuste das deformações abrange escalas microscópicas ou submicroscópicas. Tensões do tipo II, por exemplo, existe em materiais policristalinos, já que, as propriedades elásticas e térmicas dos grãos vizinhos estão orientadas de forma diferente (Fig. 2.42). Tensões à escala do grão, mais significantes, ocorrem quando a microestrutura contém distintas fases ou uma transformação de fase acontece. Por último, a tensão do tipo III se dá a uma escala atômica, tipicamente inclui tensões devido à coerência nas interfaces ou deslocamento do campo de tensões (Fig. 2.42). Como exemplo, um material que

apresenta duas fases, as tensões macroscópicas chegam a ser contínuas, porém as de tipo II e III não.

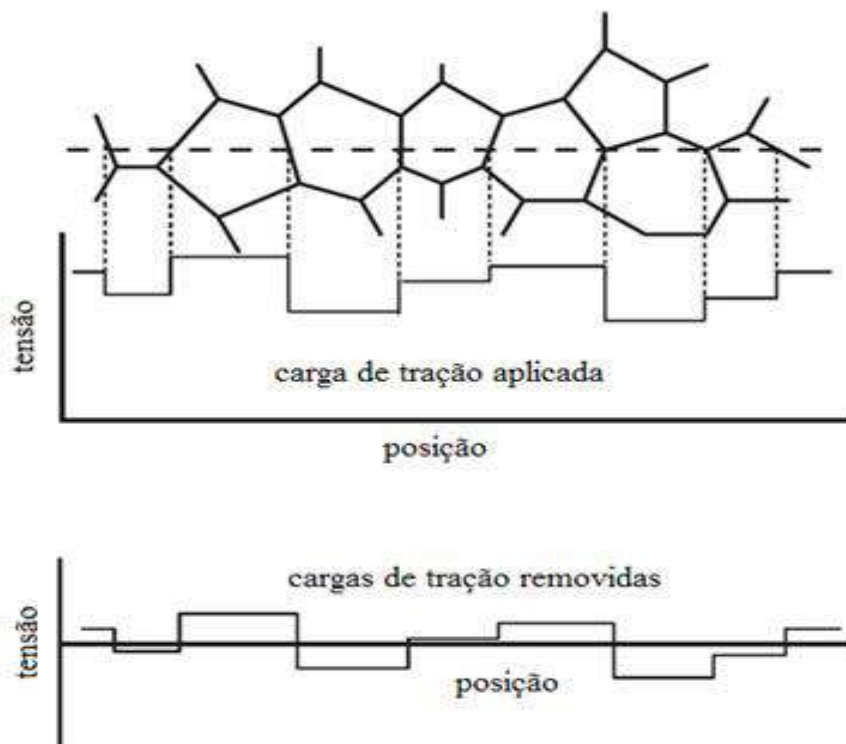


Figura 2. 43. Grãos sob compressão e sob tensão depois de aplicada uma carga (HOSFORD, 2005).

As tensões a uma escala microscópica podem variar dentro de um grão devido ao empilhamento de discordâncias próximas a precipitados ou outros obstáculos. Em materiais policristalinos as tensões podem variar de grão para grão ou do centro para fora do grão. Quando se aplica uma tensão, grãos favoravelmente orientados para o escorregamento deformarão com tensões inferiores às dos outros grãos que não estão favoravelmente orientados. Aqueles grãos que deformaram com tensões menores estarão sob compressão residual e os grãos que deformaram com tensões maiores estarão sob tensão residual (Fig. 2.43) (HOSFORD, 2005).

#### 2.8.4 Evolução das Tensões Residuais de Soldagem ao Passar o Tempo

O equipamento portátil RAYSTRESS (Fig. 2.44), que utiliza o método de dupla exposição por difração de raios-X (ESTEFEN et. al., 2010; GUROVA et. al. 2015), vem sendo utilizado na medição das tensões residuais desde os anos 90 (GUROVA et. al., 1997; TEODOSIO et. al. 1997; MONIN et. al., 2000). Este equipamento foi usado para medir as tensões residuais em distintas áreas do mercado como a naval,

automobilística, hidroelétrica, construção civil, aeronáutica, etc. (MONINE et. al. 2001a, 2001b; GUROVA et. al., 2006; JUNIOR et. al., 2010, ESTEFEN et. al., 2013a); áreas de pesquisa (TORRES, VOORWALT, 2002; CATELLO et. al. 2008, GUROVA et. al. 2012a), soldas de reparo (VIEIRA et. al., 2008, ESTEFEN et. al., 2013b) e para distintos materiais utilizados na indústria.

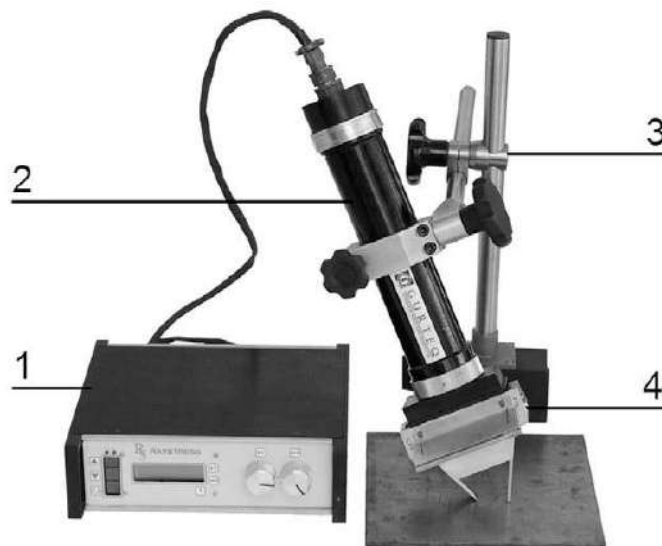


Figura 2. 44. Equipamento portátil RAYSTRESS (GUROVA, LEONTIEV, 2009).

#### Componentes do RAYSTRESS:

1. Unidade de controle com fonte de alta tensão, que permite monitoramento e o ajuste do nível de potência de alimentação do tubo de raios-X;
2. Fonte de alta tensão e tubo de raios-X. Uma das qualidades do equipamento é que o tubo de raios-X é acoplado à fonte de alta tensão. A tensão e a corrente de trabalho da fonte de raios-X é de 25 kV e 1,5 mA, respectivamente. O tubo de raios-X possui dois anodos de cromo com resfriamento ao ar, e produz dois feixes convergentes de raios-X para realizar a técnica de duas exposições de medição de tensões por raios-X. O ângulo de convergência dos feixes de raios-X é de 50°;
3. Suporte magnético para segurar o equipamento à superfície a ser analisada e para ajustar este na posição de exposição,
4. O colimador com cassete para filme de raios-X.

O esquema de medição das tensões utilizando o equipamento RAYSTRESS esta representada na Fig. 2.45. Duas janelas no cassete permitem captar partes das

linhas difratadas no intervalo angular de  $2\theta$  de  $148^\circ$  a  $164^\circ$ . A amostra tem angulo de inclinação de  $12^\circ$  que corresponde à medição no aço utilizando como radiação de Cr- $K_\alpha$  e plano de difração {211} com  $\theta_{211}=78^\circ$ . A precisão da medição do valor absoluto da tensão por equipamento utilizado é de  $\pm 10\text{Mpa}$ . Com este método é possível obter os valores absolutos da tensão.

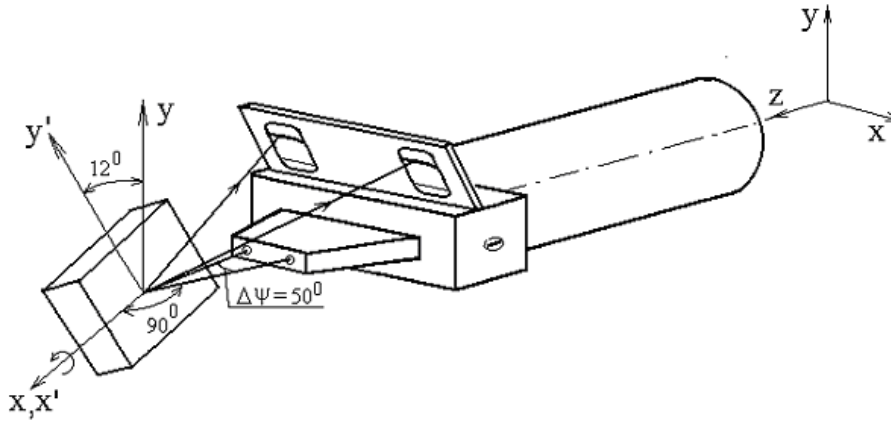


Figura 2. 45. Esquema de medição de tensões com o equipamento portátil RAYSTRESS.

Os princípios da tensometria por raios-X se baseiam, por um lado, na teoria de difração de raios-X para materiais cristalinos, e por outro na mecânica dos materiais e, em particular, na teoria da elasticidade do corpo sólido. Os valores das tensões são definidos a partir da deformação da estrutura cristalina causada pela ação destas tensões. As deformações são medidas em sua vez, conforme lei de Bragg:  $2d \sin \theta = \lambda$ , através do deslocamento da linha de difração. Os princípios de técnica de dupla exposição, usada para medição de tensões utilizando o equipamento portátil descrito acima, baseiam-se em determinação de duas componentes de deformação:  $\varepsilon_{\varphi, \psi_1}$  e  $\varepsilon_{\varphi, \psi_2}$ . Se a deformação é determinada através da formula:

$$\varepsilon_{\varphi, \psi} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{\varphi} \cdot \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (2.5)$$

então a diferença entre duas componentes da deformação é:

$$\varepsilon_{\varphi, \psi_2} - \varepsilon_{\varphi, \psi_1} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_{\varphi} (\sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi_1) \quad (2.6)$$



onde  $E$  e  $\nu$  são constantes elásticas do material,  $\psi$  e  $\varphi$  são os ângulos polar e azimutal,  $\sigma_\varphi$  - componente medida da tensão,  $\sigma_1$  e  $\sigma_2$  são tensões principais. Da equação (2.6), a componente  $\sigma_\varphi$  é igual a:

$$\sigma_\varphi = \frac{E}{1+\nu} \frac{\varepsilon_{\varphi,\psi_2} - \varepsilon_{\varphi,\psi_1}}{\sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi_1} \quad (2.7)$$

Derivando a lei de Bragg:

$$\varepsilon_{\varphi,\psi} = \frac{d_{\varphi,\psi} - d_0}{d_0} = -\text{ctg } \theta_0 (\theta_{\varphi,\psi} - \theta_0) \quad (2.8)$$

onde  $d_{\varphi,\psi}$ ,  $d_0$  e  $\theta_{\varphi,\psi}$ ,  $\theta_0$  são distâncias interplanares e os ângulos de difração para materiais com e sem tensão respectivamente. Usando as formulas (2.7) e (2.8), temos:

$$\sigma_\varphi = -\frac{E}{1+\nu} \frac{\text{ctg } \theta_0 (\theta_{\varphi,\psi_2} - \theta_{\varphi,\psi_1})}{\sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi_1} \quad (2.9)$$

Desta maneira, para determinar qualquer componente da tensão é necessário medir os ângulos de difração correspondentes às reflexões dos planos cristalinos com normais caracterizadas por ângulos  $\psi_1$  e  $\psi_2$ .

Além do equipamento RAYSTRESS também se utiliza o equipamento portátil Magnético, que emprega o efeito inverso de magnetostrição. O equipamento Magnético, observado na Fig. 2.46, é utilizado para o mapeamento em tempo real do estado das tensões. Este procedimento permite localizar os pontos críticos de concentração das tensões segundo o critério de escoamento de Tresca-Guest (Vieira et. al., 2008, Estefen et. al., 2013b). A combinação destes dois métodos, com princípios físicos diferentes, representa uma nova técnica de medição das tensões residuais (GUROVA; LEONTIEV, 2009).

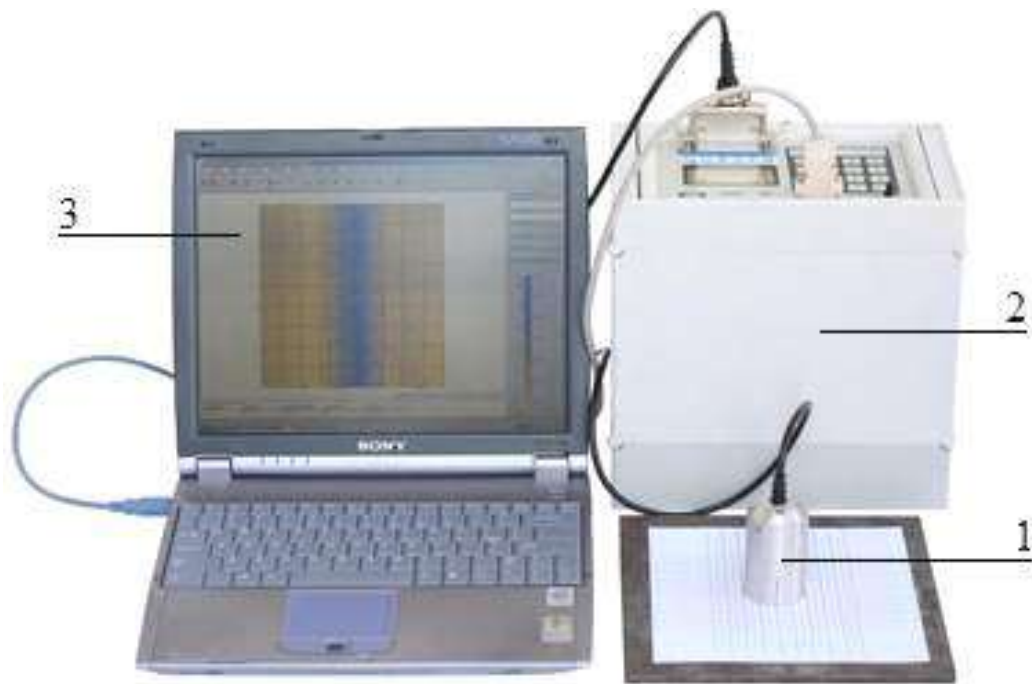


Figura 2. 46. Equipamento Magnético para avaliação do estado das tensões mecânicas (GUROVA; LEONTIEV, 2009).

#### Componentes do equipamento Magnético

1. Sensor de tipo MAS (diâmetro 20mm)
2. Unidade de controle
3. Computador portátil para visualização dos resultados em tempo real.

Nos últimos anos as tensões residuais de soldagem foram estudadas utilizando o equipamento RAYSTRESS. Nestas pesquisas se observou a redistribuição das tensões residuais da zona fundida (ZF), da ZAC, e do MB próximo à junta soldada (ESTEFEN et. al., 2010). Nas Fig. 2.47 e 2.48 podemos observar a redistribuição das tensões residuais com restrições e quando estas restrições são retiradas parcial e totalmente dos corpos de prova.

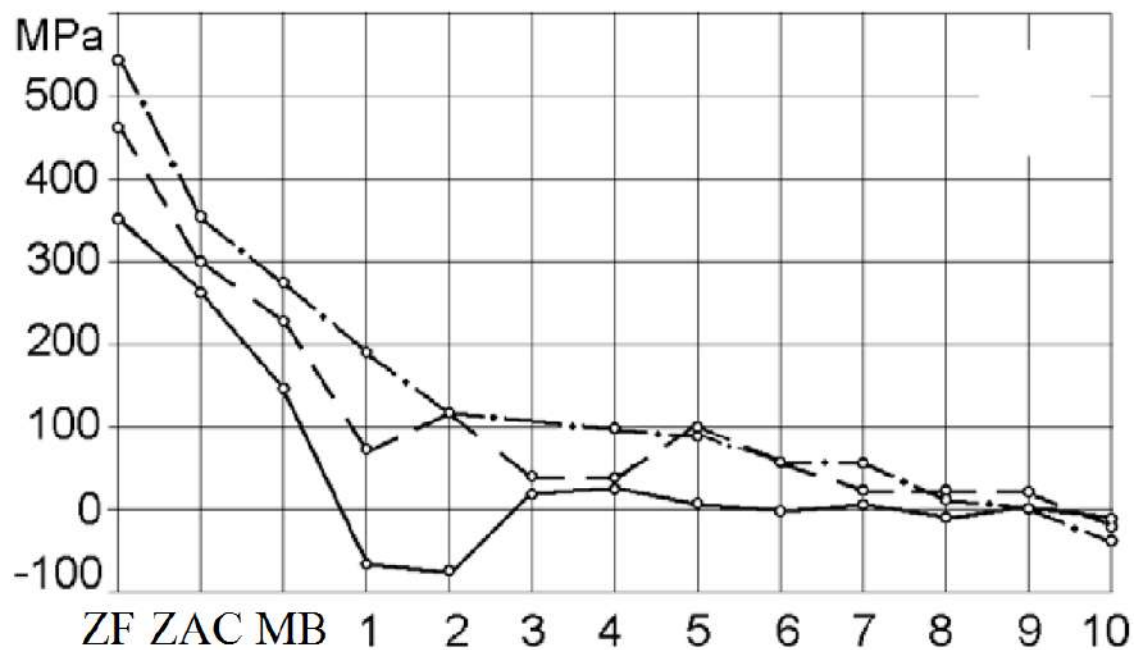


Figura 2. 47. Tensão residual longitudinal para soldagem com um eletrodo: todas as restrições removidas (linha contínua) restrições internas removidas (linhas de traços) e todas as restrições sem remover (linha de traço e ponto) (ESTEFEN et. al., 2010).

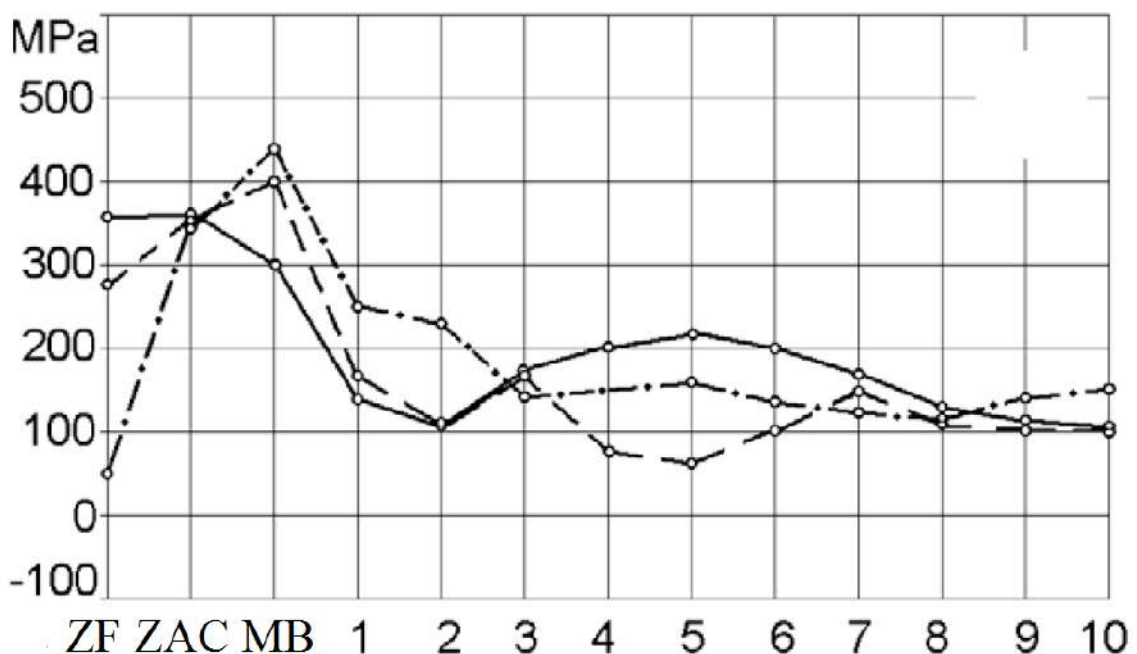


Figura 2. 48. Tensão residual longitudinal para soldagem com dois eletrodos: todas as restrições removidas (linha contínua) restrições internas removidas (linhas de traços) e todas as restrições sem remover (linha de traço e ponto) (ESTEFEN et. al., 2010).

Nota-se na Fig. 2.49 que as tensões residuais, da solda realizada com dois eletrodos, apresentam maior valor que a solda com um eletrodo, para a tensão longitudinal (A) e a tensão transversal (B).

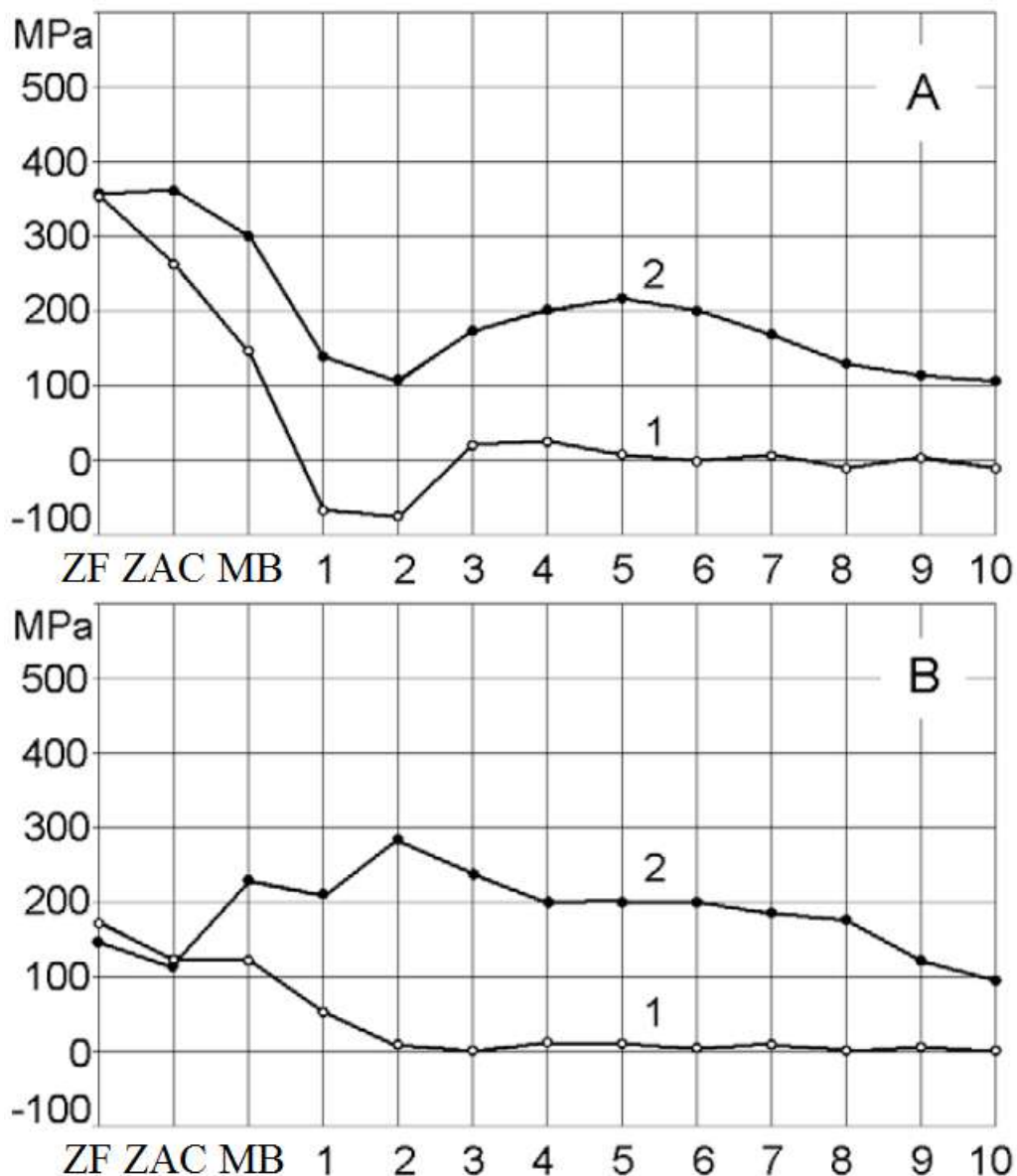


Figura 2. 49. Distribuição final das tensões residuais, linha1: eletrodo único, linha 2: eletrodo duplo. (A) tensão longitudinal e (B) tensão transversal (ESTEFEN et. al., 2010).

Depois de haver sido utilizada esta nova técnica na medição das tensões residuais de soldagem (equipamento Magnético + RAYSTRESS), um novo efeito sobre o comportamento das tensões residuais foi observado (GUROVA et. al., 2011; ESTEFEN et. al., 2011, 2012). Os resultados mostraram um efeito contínuo de redistribuição das tensões residuais durante duas semanas depois do processo de

soldagem ter acabado (ESTEFEN et. al., 2011, 2012, GUROVA et. al., 2012b). Esta redistribuição das tensões é caracterizada pela diminuição e uniformidade dos valores da tensão cisalhante máxima e diminuição de seu fator de concentração (ESTEFEN et. al., 2012). Como se observa na Fig. 2.50 as tensões residuais longitudinais ( $\sigma_L$ ) diminuem durante duas semanas após a soldagem e um efeito similar é observado para as tensões residuais transversais ( $\sigma_T$ ) (Fig. 2.51).

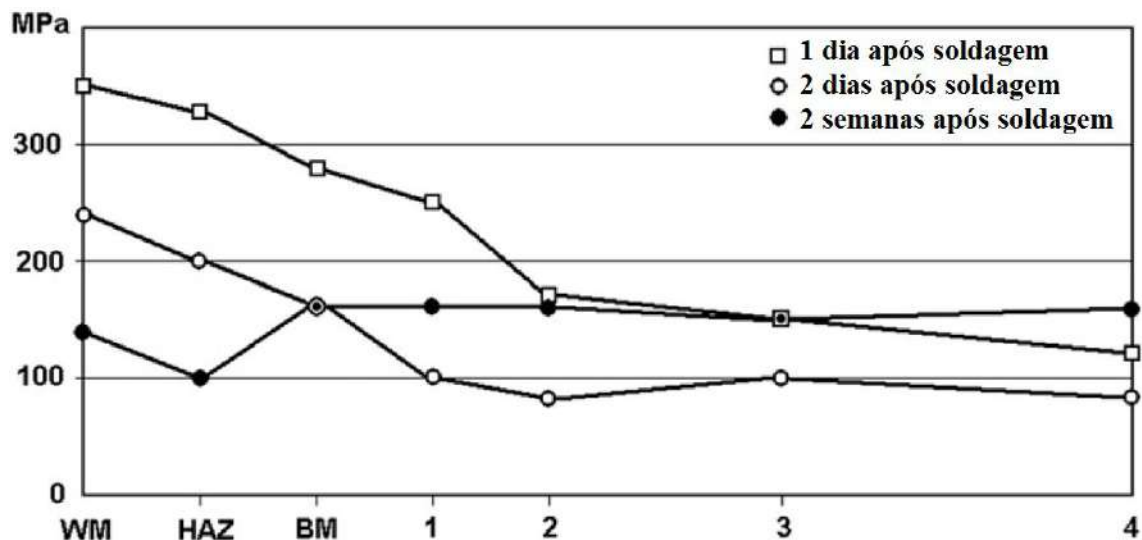


Figura 2. 50. Valores absolutos das tensões longitudinais residuais de soldagem (ESTEFEN et. al., 2012).

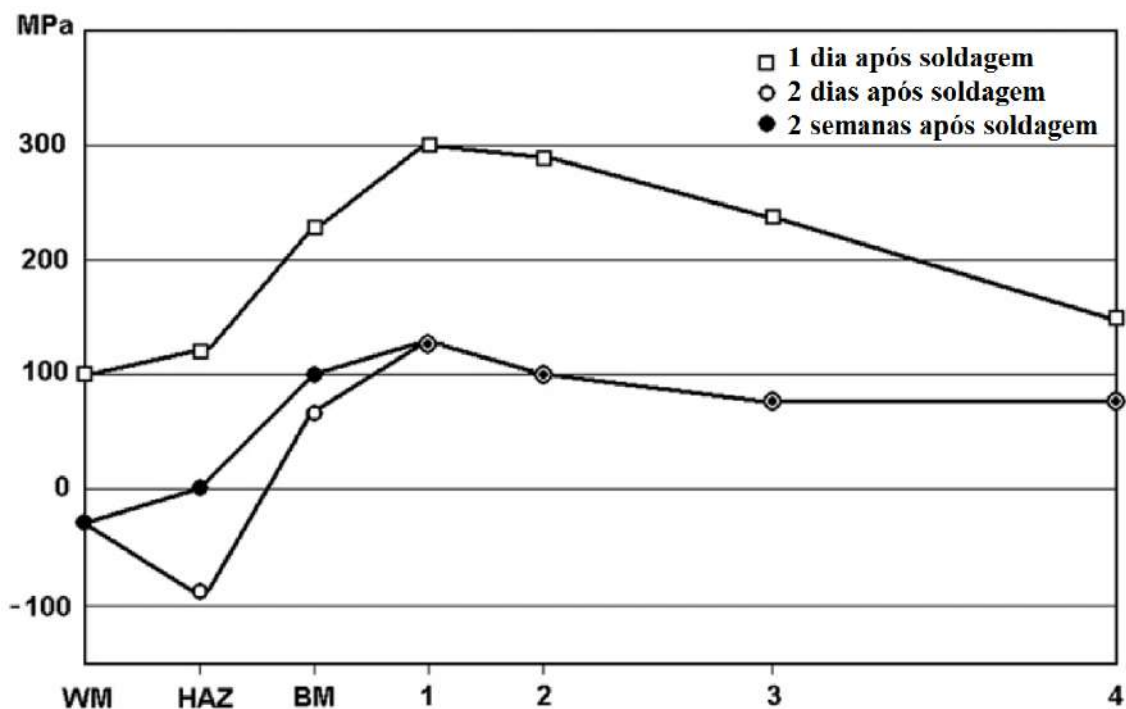


Figura 2. 51. Valores absolutos das tensões transversais residuais de soldagem (ESTEFEN et. al., 2012).

Um quadro mais completo da evolução das tensões residuais de soldagem apresenta uma distribuição dos valores da tensão cisalhante máxima  $\tau_{max}$ . A  $\tau_{max}$  é calculada como a metade do modulo da diferença dos valores das tensões  $\sigma_L$  e  $\sigma_T$  e o valor desta tensão cisalhante máxima é utilizado diretamente no critério de escoamento de Tresca-Guest. A Fig. 2.52 mostra a diminuição das tensões residuais para dois dias e para duas semanas depois do termino do processo de soldagem. Segundo o critério de Tresca-Guest, o estado das tensões em duas semanas pode ser considerado menos critico que em dois dias. Assim podemos interpretar a redistribuição das tensões residuais de soldagem como um processo de relaxação das tensões residuais de soldagem (ESTEFEN et. al., 2012).

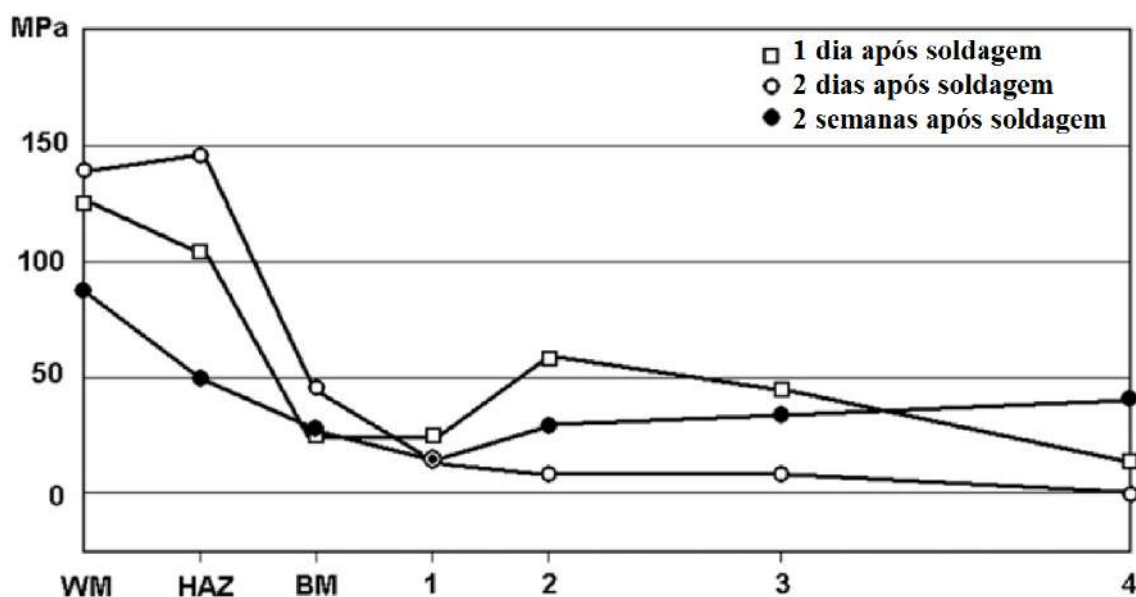


Figura 2. 52. Valores absolutos das tensões cisalhantes máximas de soldagem (ESTEFEN et. al., 2012).

Utilizando o equipamento magnético (Fig. 2.46) observa-se o mesmo comportamento com relação à concentração das tensões cisalhantes máximas (ESTEFEN et. al., 2011). Na Fig. 2.53, as tensões foram mudando desde o primeiro dia após a soldagem até uma semana após a soldagem, a linha vermelha representa a posição do cordão de solda. O valor máximo da concentração da tensão para chapa em dois dias (9.5) é maior do que para a chapa com restrições impostas (6.5) e para a chapa em duas semanas (7.0). O método magnético representa um valor médio na profundidade até 3mm sob a superfície, enquanto os resultados das medições por método de raios-X representam os valores superficiais absolutos das tensões. Por estas razoes, os resultados de mapeamento foram utilizados somente para compara entre si a evolucao das tensões para cada das chapas analisadas.



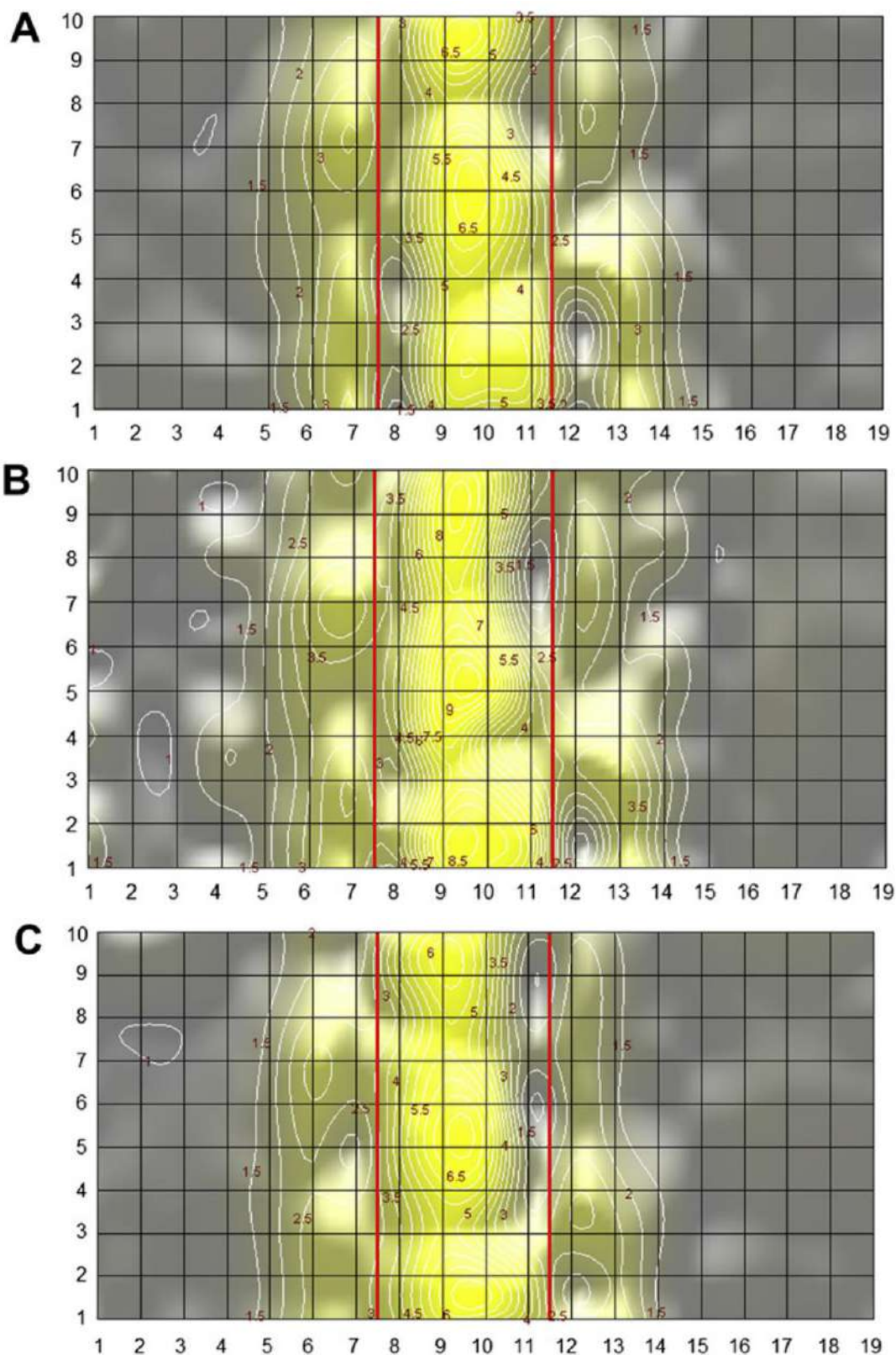


Figura 2. 53. Mapas da concentração cisalhante máxima. (A) um dia após a soldagem com restrições impostas, (B) dois dias após a soldagem e (C) duas semanas após a soldagem. Linhas vermelhas marcam a posição do cordão de solda (ESTEFEN et. al., 2012).

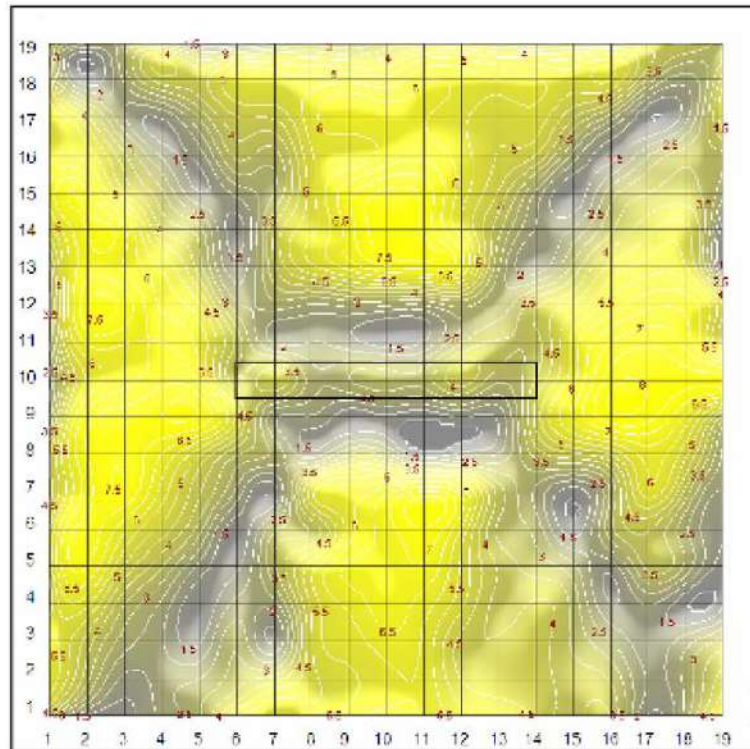


Figura 2. 54. Mapa de distribuição do fator de concentração da tensão cisalhante máxima. Medição no primeiro dia depois da solda (ESTEFEN et. al., 2013b).

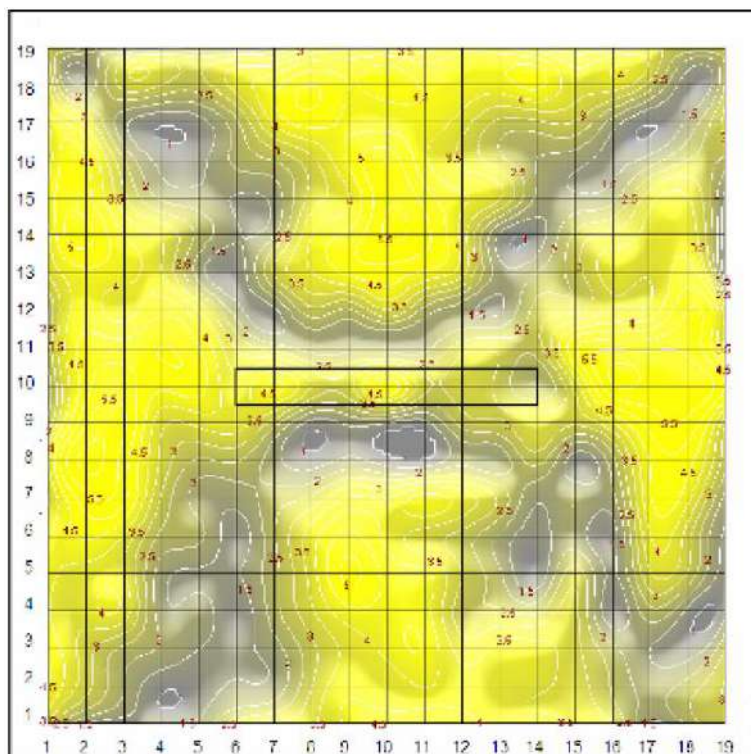


Figura 2. 55. Mapa de distribuição do fator de concentração da tensão cisalhante máxima. Medição duas semanas depois da solda (ESTEFEN et. al., 2013b).



Uma avaliação do estado das tensões residuais em soldas de reparo, para construção naval, também foi realizada com esta nova técnica, que utiliza os dois equipamentos para estudo das tensões. Neste caso, como nos primeiros estudos, se observou uma diminuição dos valores da distribuição do fator da concentração da tensão cisalhante máxima, desde o primeiro dia (Fig. 2.54) até uma semana depois (Fig. 2.55) da medição.

Nas Fig. 2.56 e 2.57 são apresentados os valores absolutos na forma de tensão cisalhante máxima. Na Fig. 2.56 são apresentados os valores da tensão perpendicular ao cordão de solda e, representam uma distribuição uniforme da tensão cisalhante máxima. Os valores da tensão em duas semanas depois da solda diminuíram em comparação com as tensões logo após da solda.

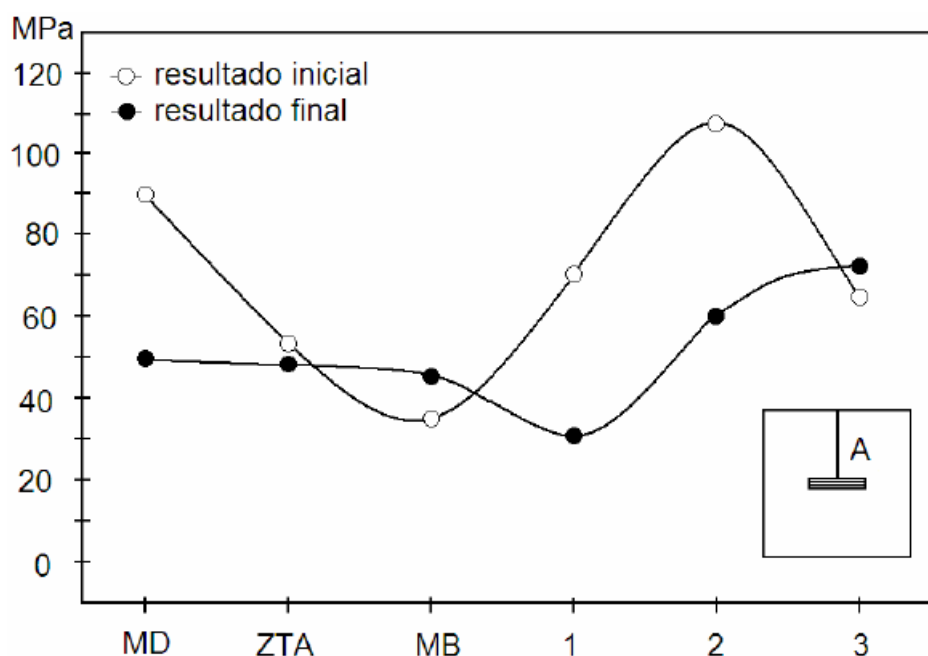


Figura 2. 56. Valores inicial e final da tensão cisalhante máxima, na direção perpendicular ao cordão de solda (ESTEFEN et. al., 2013b).

Na Fig. 2.57 apresentam se os resultados da tensão cisalhante máxima, medidos na direção paralela ao cordão de solda, estes resultados apresentam uma mudança na posição dos valores máximos e mínimos da concentração da tensão, com uma diminuição dos valores absolutos da tensão cisalhante máxima acompanhada de um deslocamento nos valores da tensão máximo e mínimo na direção de solda.

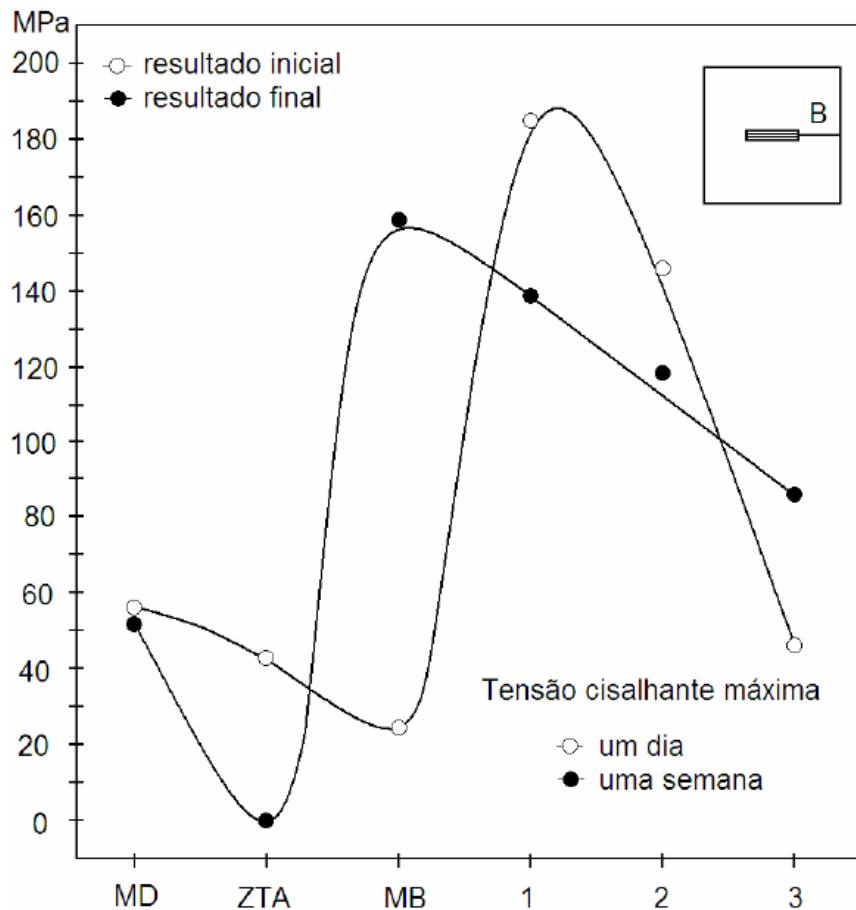


Figura 2. 57. Valores inicial e final da tensão cisalhante máxima, na direção paralela e continua ao cordão de solda (ESTEFEN et. al., 2013b).

Uma pesquisa da evolução e decaimento da tensão efetiva (de Von Mises), com o tempo, numa região perto da junta soldada, foi realizada (ESTEFEN et. al., 2013c). Medições pelo método de raios-X foram realizados a partir do dia seguinte da soldagem, quando foram removidas as restrições de soldagem com intervalo de 24 horas e, até alcançar os 30 dias, ver Fig. 2.58..

A partir dos três valores absolutos das tensões  $\sigma_L$ ,  $\sigma_t$  e  $\sigma_{45}$  medidos pelo método de difração de raios-X, foram calculados valores das tensões principais e, posteriormente, valor da tensão cisalhante máxima na junta soldada e material próximo a esta. Os valores são apresentados na Fig. 2.58.

Observa-se uma variação considerável nos valores da tensão cisalhante máxima nos pontos do metal depositado, na área termicamente afetada e nos pontos de metal base próximos ao cordão de solda. Nos pontos 2, 3 e 4 a variação está presente também, porém com magnitude menor. Esta variação não é monótona e sim possui características de oscilação. Somente nos pontos de metal depositado e ZTA

os valores finais da tensão cisalhante máxima ficaram próximos aos valores iniciais. Uma maior variação é observada nos pontos do metal base e é bem significativa no ponto próximo ao cordão de solda (ESTEFEN et. al., 2013c).

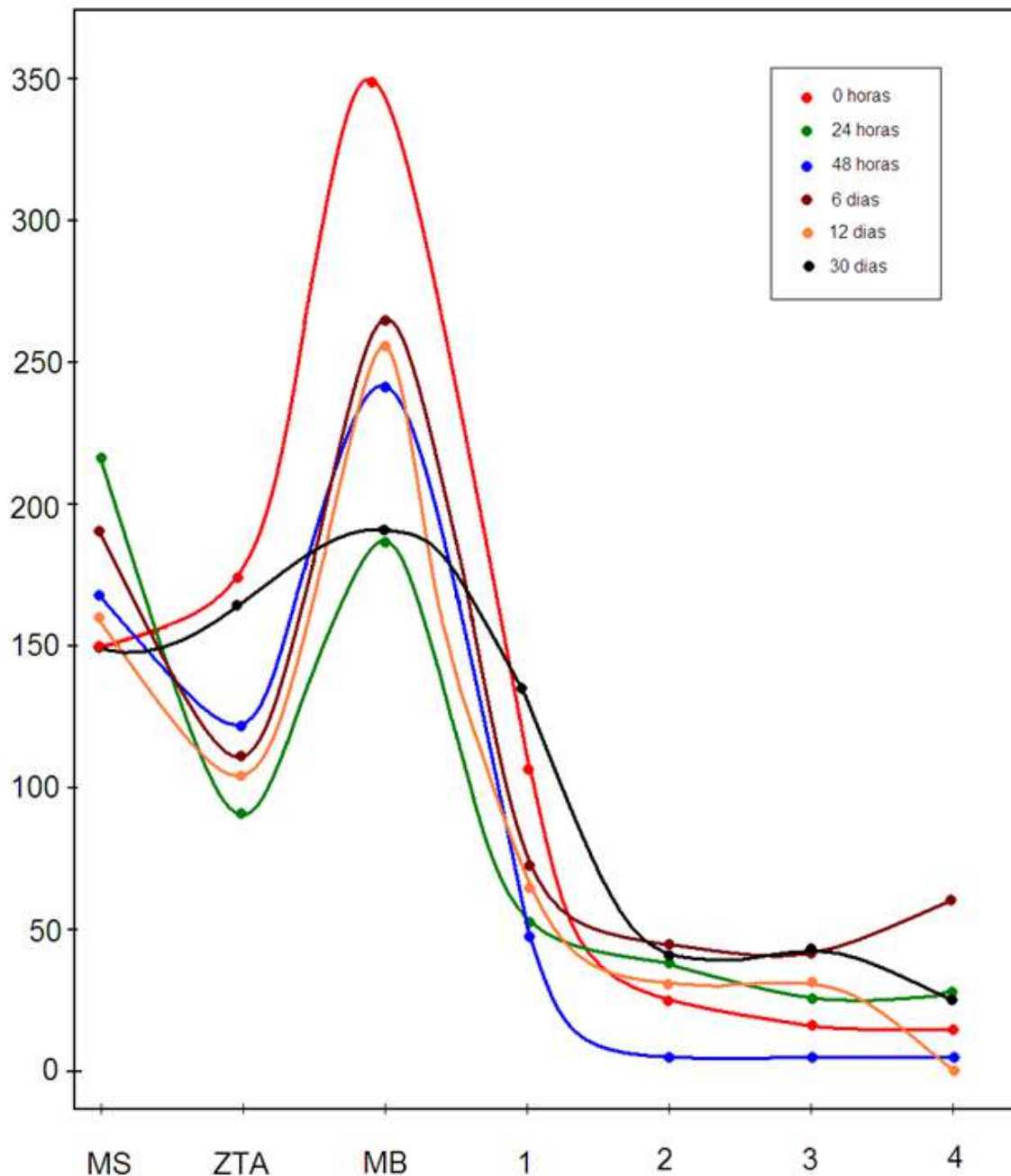


Figura 2. 58. Variação nos valores da tensão cisalhante máxima, em Mpa, observada durante primeiros 30 dias após remoção das restrições de soldagem (0 horas). (ESTEFEN et. al., 2013c)

Dos resultados mostrados neste capítulo podemos concluir que as tensões residuais de soldagem evoluem através do tempo depois de terminado o processo de soldagem. Devido ao fenômeno observado, onde as tensões residuais de soldagem

evoluem através do tempo, é necessário indicar o período de tempo entre a execução da operação de soldagem e a realização das medições. E por ultimo, a observação do efeito de redistribuição das tensões de soldagem após o término do processo de soldagem pode contribuir significativamente para o entendimento dos processos relacionados às tensões residuais de soldagem; ajudar no ajuste dos modelos computacionais e na interpretação dos dados de simulação numérica das tensões de soldagem (ESTEFEN et. al., 2013a).

## 2.9 SIMULAÇÃO FÍSICA E TERMOMECAÂNICA

A simulação física para o processamento de materiais envolve a reprodução exata dos processos térmicos e mecânicos, no laboratório, a que o material é submetido na fabricação ou uso final. Uma pequena amostra do material real é usada na simulação. O material segue o mesmo perfil térmico e mecânico que seria no processo de fabricação de escala completa ou uso final do material. Dependendo da capacidade da máquina a executar a simulação, os resultados podem ser extremamente úteis. Quando a simulação é precisa, os resultados podem ser facilmente transferidos do laboratório para o processo de produção de tamanho completo.

A máquina mais conhecida da DSI para simulação física é o sistema Gleeble® (Fig. 2.59). Estas máquinas têm tipicamente um sistema de aquecimento de alta velocidade, um sistema servo hidráulico e um computador controle e sistema de aquisição de dados. As amostras do material são aquecidas e mecanicamente trabalhadas enquanto vários parâmetros de desempenho de interesse são medidos e registados para análise. Após a simulação ou o teste ser feito, a microestrutura do material também pode ser examinada.

Os sistemas Gleeble oferecem ampla capacidade para caracterizar novos materiais: curvas de tensão/deformação, resistência a várias temperaturas, ductilidade, sensibilidade à taxa de deformação em função da temperatura, soldabilidade, susceptibilidade à fissura, transformações de fase, etc. A simulação física de processos de soldagem também pode ser realizada. Na soldadura e junção, o sistema de aquecimento de resistência única do sistema Gleeble permite controle preciso de entrada de energia. Quando os materiais a serem unidos são caros ou disponíveis em quantidade limitada, os pesquisadores podem simular zonas afetadas pelo calor em quantidades limitadas de material.



Figura 2. 59. Equipamento Gleeble®3800 para simulação física e termomecânica

Em nosso trabalho, a simulação com equipamento Gleeble®3800 foi utilizada para evitar a alteração das tensões residuais no momento de obter peças que possam ser introduzidas dentro da câmara de vácuo do microscópio eletrônico de varredura, já que, as tensões residuais de peças de soldas reais, de grande tamanho, podem ser alteradas quando se realizam cortes para obter seções de menor tamanho. Microestruturas de zonas afetadas pelo calor (ZAC) obtidas por simulação nos proporcionam microestruturas iguais às obtidas por soldas reais. Este tipo de microestruturas simuladas com equipamento Gleeble®3800 foram estudadas por muitos anos e pesquisadores afirmam que os estudos realizados com estas microestruturas ajudam a resolver muitas incógnitas que não poderiam ser resolvidas com ZACs de soldas reais, devido a que, as ZACs reais são muito pequenas para ser obtidas e analisadas, como por exemplo, realizar ensaios mecânicos de cada região específica.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO AÇO

A composição química do aço ASTM DH36 foi obtida com o método de espectrometria de emissão óptica. Para a análise se usou um espectrômetro Foundry Master Pro da Oxford Instruments. Usinou-se um corpo de prova com 30mm de diâmetro x 20mm de altura. Foram feitas seis análises, e a média dos resultados para cada elemento contido no aço é apresentada na Tabela 3.1.

Tabela 3. 1. Composição química do aço ASTM DH36 obtida por espectrometria de emissão óptica.

Elemento	Wt%
Fe	97,9
C	0,141
Mn	1,49
Si	0,179
Cr	0,0220
Cu	0,0106
Al	0,0393
Nb	0,0322
Ti	<0,0005
V	0,0429
Ni	0,0071
P	0,0224
S	0,0102
N	0,0071
W	0,0064
Sn	0,0022
B	0,0002
Zr	0,0052
As	0,0034
Mo	<0,0005
Se	0,0016
Sb	0,0269

### 3.2 ORGANOGRAMA DA PARTE EXPERIMENTAL DA TESE

Criou-se este item com a intenção de guiar ao leitor sobre como foi realizada a sequencia da parte experimental para observar a misorientação e as tensões residuais dos corpos de prova simulados (Fig. 3.1). A realização dos corpos de prova de solda real foi trivial começando pela solda de chapas com dimensões de 1200 x 500 x 19 mm com processo MIG, corte dos CP com dimensões 10x10x71mm, lixamento e polimento, observação com EBSD-MEV e micrografias com microscópio óptico e MEV.

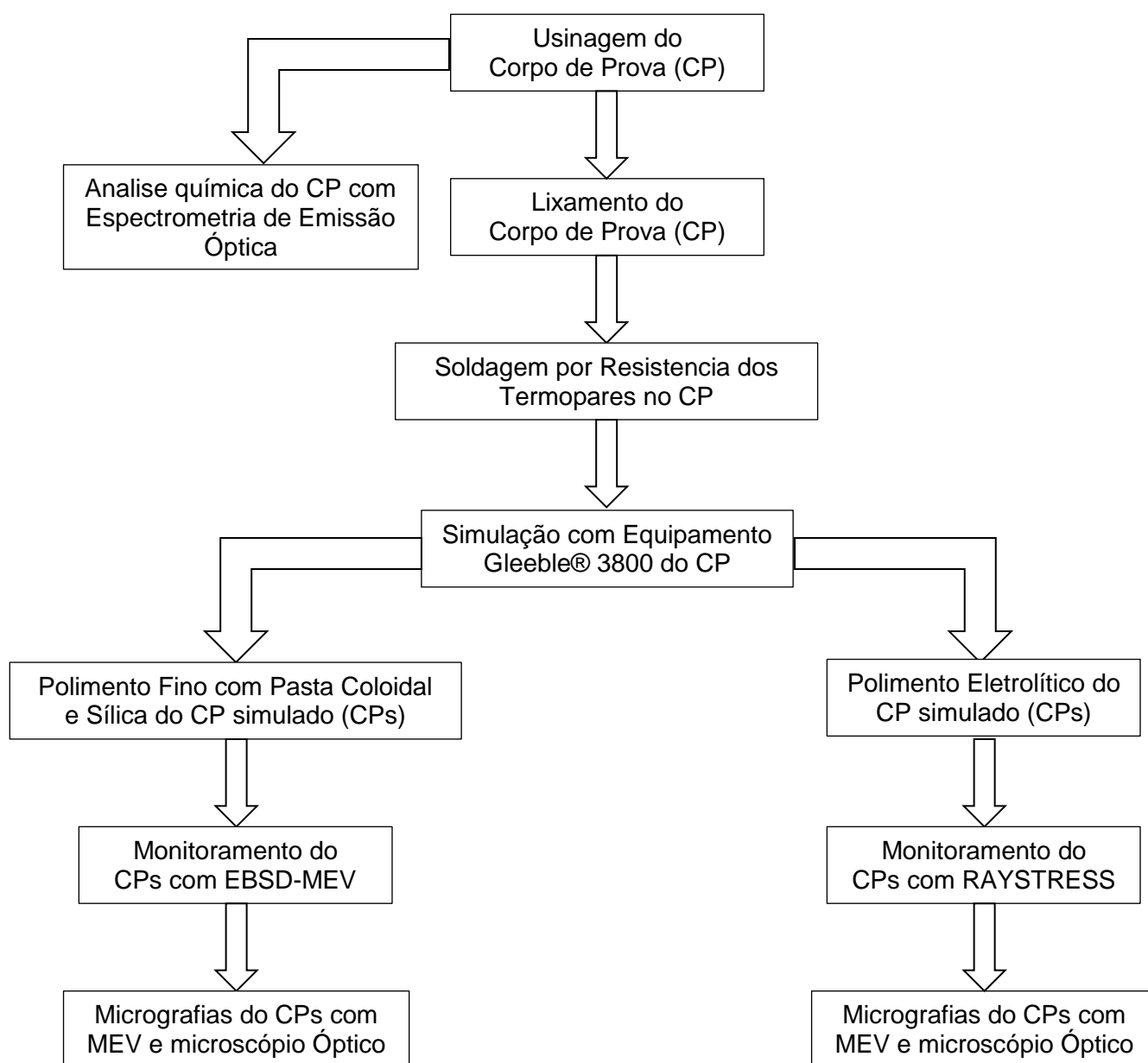


Figura 3. 1. Organograma da sequência de monitoramento da misorientação e das tensões residuais de corpos de prova simulados.

### 3.3 SIMULAÇÃO COM O EQUIPAMENTO GLEEBLE® 3800

Para a simulação com o equipamento Gleeble® 3800 foram usados corpos de prova de 10x10x71mm, como mostrado na Fig. 3.2. Este corpo de prova padrão para o equipamento Gleeble® 3800 simula os ciclos térmicos máximos na chapa do aço ASTM DH36. O corpo de prova simulará a zona afetada pelo calor (ZAC) de uma soldagem multipasse, com dois ciclos térmicos às temperaturas máximas de 1350-800°C apresentadas na Fig. 3.3.

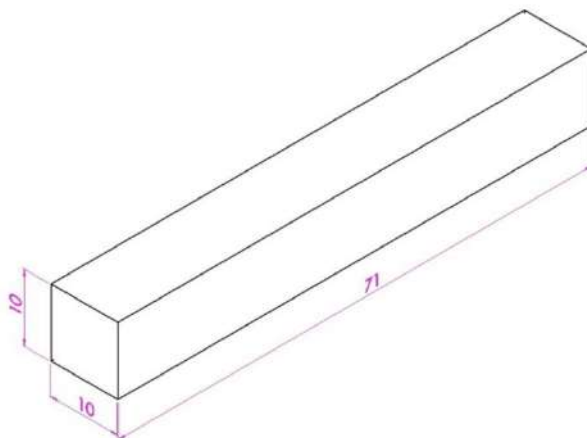


Figura 3. 2. Dimensões do corpo de prova utilizado na simulação com equipamento Gleeble® 3800.

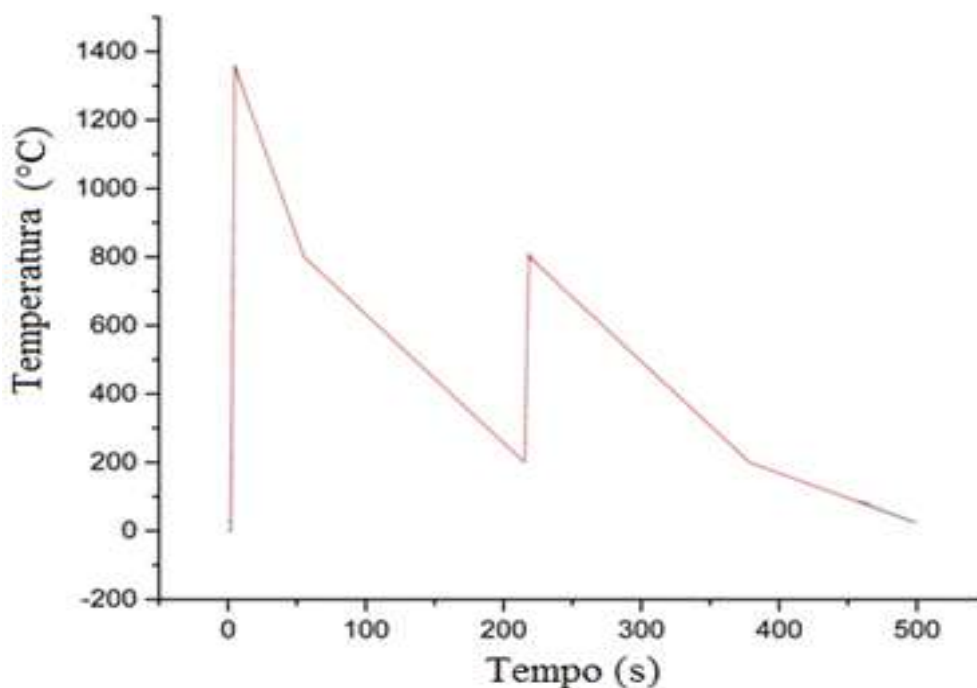


Figura 3. 3. Temperaturas máximas de dois ciclos térmicos, de uma solda multipasse, 1300-800 °C realizado pelo equipamento Gleeble® 3800.



Os ciclos térmicos ensaiados foram escolhidos a partir de duas regiões características da evolução térmica dos aços ferríticos na ZAC. A primeira zona escolhida é a região de grão grosseiro (ZAC-GG) a uma temperatura de 1350°C. O aumento do tamanho do grão se deve a que a temperatura desta região encontra-se muito acima da linha A<sub>3</sub>, onde ocorre uma transformação totalmente austenítica. A segunda região pertence à zona intercrítica (ZAC-IC) que alcança a transformação parcial da ferrita em austenita, a uma temperatura de 800 °C, por baixo da linha A<sub>3</sub>.

Os parâmetros usados nos ciclos térmicos da Fig. 3.3 são descritos a seguir. O primeiro ciclo térmico começou em temperatura ambiente e alcançou os 1350°C a uma taxa de 450°C/s, a temperatura de 1350°C foi mantida durante 0,35s e resfriada até 800°C a uma taxa de 27,5°C/s, seguidamente resfriada até 200°C a uma taxa de 3,75°C/s. O segundo ciclo térmico começou a uma temperatura inicial de 200°C e aquecido até 800°C (parcialmente austenitizado) a uma taxa de 266°C/s e mantido a uma temperatura de 800°C durante 0,35s para logo ser resfriado novamente até 200°C a uma taxa de 3,75°C/s e deixado resfriar livremente.

Foram calculadas as temperaturas Ac1 e Ac3 para saber onde fica a região intercrítica do referido aço. A temperatura Ac1 (i.e. a temperatura eutetoide), e a temperatura Ac3 (que é a temperatura de equilíbrio) são calculadas com as equações obtidas por ANDREWS (1965) e com os wt% dos elementos obtidos com espectrometria de emissão ótica (Tab. 3.1).

Equações:

$$Ac1 = 723 - 10.7Mn - 16.9Ni + 29.1Si + 16.9Cr + 290As + 6.38W \quad (3.1)$$

$$Ac3 = 910 - 203C^{0.5} - 15.2Ni + 44.7Si + 104V + 31.5Mo + 13.1W \quad (3.2)$$

As equações (3.1) e (3.2) são usadas para aços de alta resistência e baixa liga com wt% de carbono menor que o 0.6%. Os valores calculados com as equações (3.1) e (3.2) são 713,690 e 846,452 respectivamente.

A zona intercrítica do aço DH36 também foi calculada com o programa Thermocalc®, para corroborar a Ac1 e a Ac3 obtidas com as formulas de Andrews K. W. (1965). Thermocalc® versão 1 com base de dados TCFE. Na Fig. 3.4 podemos ver que a Ac1 = 695°C e a Ac3 = 830°C aproximadamente. Observando os resultados da Ac1 e a Ac3, calculados com os dois métodos, chegamos à conclusão que a temperatura de 800°C está dentro da temperatura intercrítica de nosso aço. O Thermocalc® utiliza a composição química do aço (Tab. 3.1) para levantar diagramas de fases multicomponentes por meio de cálculos termodinâmicos.

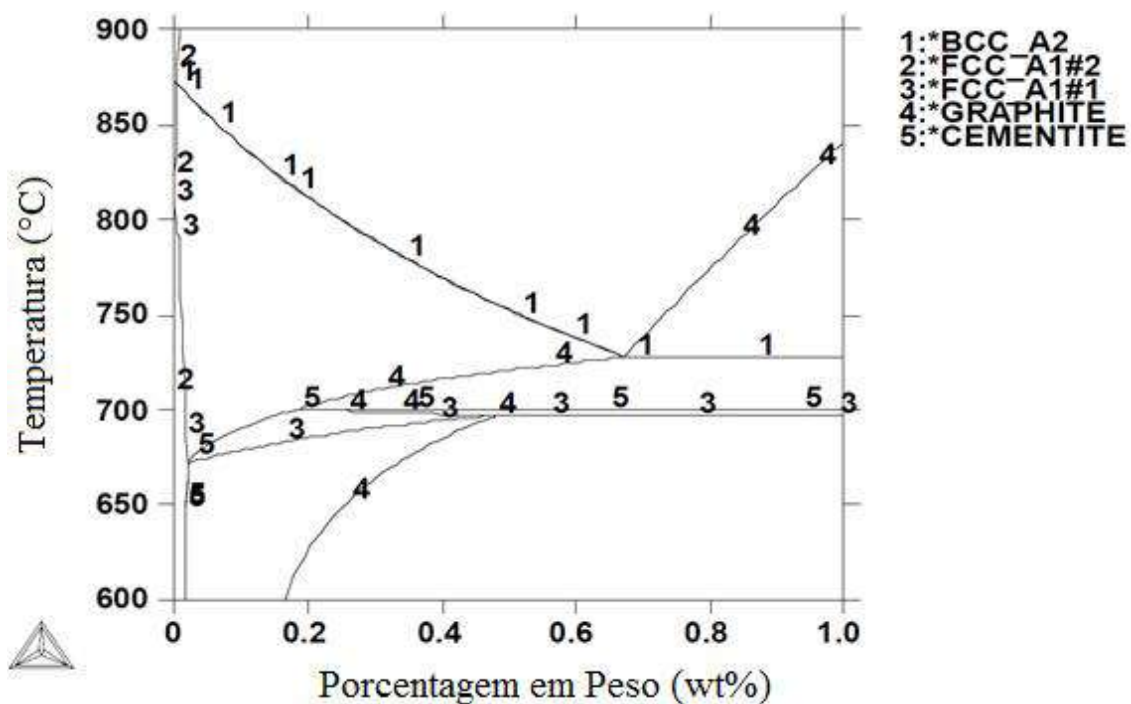


Figura 3. 4. Zona Intercrítica do aço DH36 calculada com Thermocalc®.

Antes de dar começo à simulação do corpo de prova, com o equipamento Gleeble® 3800, realizou-se um desbaste numa das faces da amostra com lixas de diferente granulometria, até alcançar uma lixa com granulação 1000, isto com o intuito de evitar colocar ou aliviar as tensões residuais que são geradas pela simulação dos ciclos térmicos. As lixas de grosseira granulometria como a lixa de 180 podem deixar distorção residual na superfície da amostra, o que afetaria nossa análise com a técnica EBSD-MEV, já que, os metais são susceptíveis a dano na forma de microdeformações devido ao polimento mecânico. A quantidade de microdeformações presentes na superfície da amostra parece ser o fator dominante que afeta os resultados do EBSD se os parâmetros e geometria estiverem corretos (WYNICK; BOEHLERT, 2005). Esta deformação perturbará a rede cristalográfica e resultará em bandas de difração difusas e perda de intensidade e contraste dentro dos padrões (NOWELL et al., 2005). A estrutura das discordâncias pode ser influenciada pelo processo de lixamento e certamente tende a relaxar na superfície livre (BREWER et al., 2009).

O monitoramento e aquisição dos ciclos térmicos foram realizados e simulados em um equipamento Gleeble® 3800, no ITS solda SENAI (Fig. 3.5). Foi empregado um termopar tipo R, que resiste a temperaturas de até 1450°C e é feito de 87% de Platina (Pt) +13% de Rodio (Rh), com um diâmetro de 0,254 mm (WANG, 1990). O

termopar tipo R foi soldado na região central dos corpos de prova por resistência elétrica, este tipo de soldagem não modifica a microestrutura do material pelas baixas temperaturas de junção. O termopar tem o objetivo de controlar os ciclos térmicos desejados a serem aplicados ao corpo de prova.



Figura 3. 5. Equipamento Gleeble® 3800.

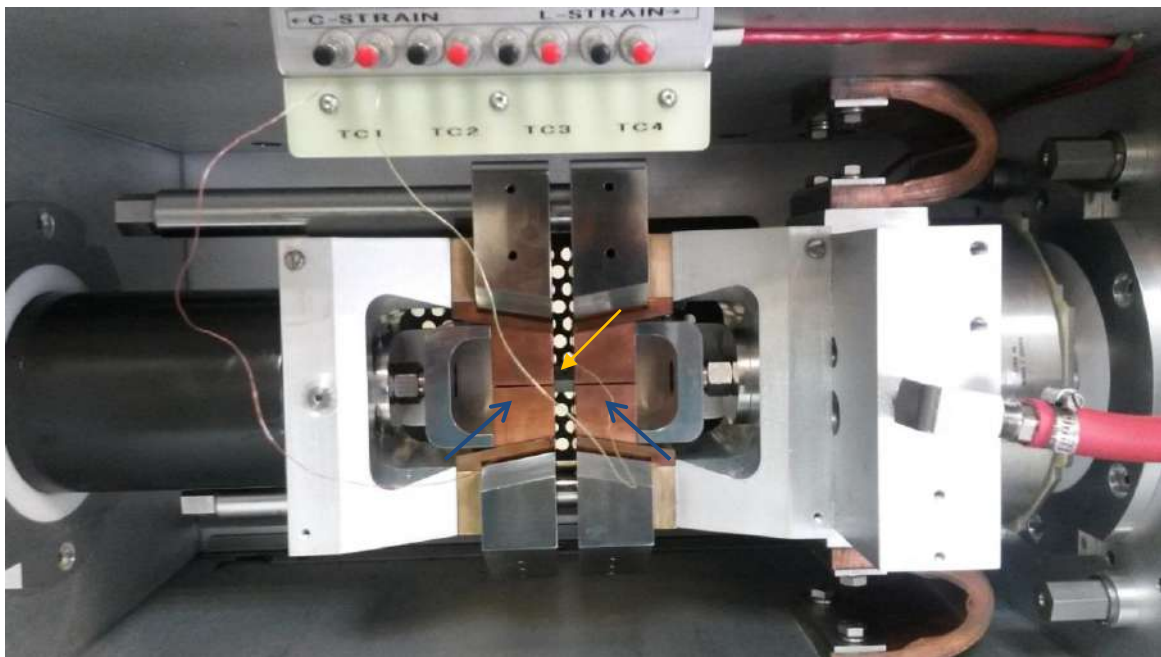


Figura 3. 6. Corpo de prova colocado entre as garras do equipamento Gleeble® 3800.

As garras (setas de cor azul escuro) do equipamento Gleeble® 3800 que prendem o corpo de prova (seta de cor preta) por seus lados, foram configuradas para não ter movimento e manter o corpo de prova restringido nos seus lados, como se observa na Fig. 3.6. A Fig. 3.6 mostra a câmara de vácuo e no seu interior encontra-se o corpo de prova, os termopares e as garras que seguram fixamente o corpo de prova. A câmara do equipamento Gleeble® 3800 é de alto vácuo alcançando os  $10^{-5}$  torr.

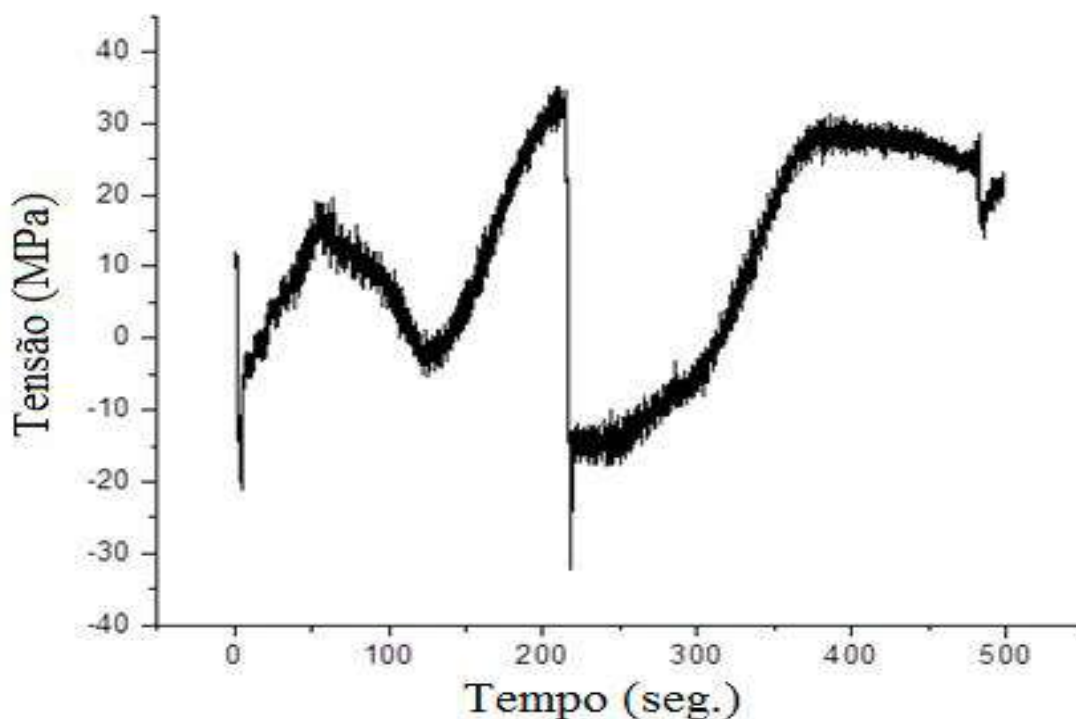


Figura 3. 7. Gráfico da tensão vs tempo obtida da simulação do corpo de prova com o equipamento Gleeble® 3800.

A Fig. 3.7 mostra a tensão vs o tempo da restrição do corpo de prova que simula uma solda real de chapas de grande tamanho (com material ao redor da junta soldada), onde o material experimenta compressão quando atinge elevadas temperaturas e logo tensão durante o resfriamento.

### 3.4 ANÁLISE COM A TÉCNICA DE DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETRO- ESPALHADOS ACOPLADA AO MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA (MEV-EBSD)

O corpo de prova que passou pela simulação com o equipamento Gleeble® 3800, teve um polimento final numa das faces com uma lixa de granulometria 1000 e um polimento fino com pasta de diamante de 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ , e suspensão de sílica de

0,25  $\mu\text{m}$  antes de ser colocada na câmara de vácuo do MEV. O corpo de prova preparado foi analisado com a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD siglas em inglês) que é acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) que se encontra no ITS solda SENAI (Fig. 3.8 e 3.9).



Figura 3. 8. Microscópio eletrônico de varredura (MEV).



Figura 3. 9. Imagem do corpo de prova inclinada dentro da câmara de vácuo do microscópio eletrônico de varredura (MEV).

O corpo de prova foi colocado no microscópio eletrônico de varredura, FEI Quanta 450 que utiliza um filamento de Tungstênio, com uma inclinação de 70 graus. Esta inclinação tem como finalidade que o feixe de elétrons aumente sua proporção de difração e saia da superfície preparada em direção à tela de fosforo (ENGLER, 2010).



A amostra foi mantida dentro da câmara durante uma semana, realizando-se análises diárias na mesma área selecionada, sem movimentar a amostra, para garantir que os resultados fossem obtidos na mesma área e sem nenhuma interferência. O EBSD utilizado para nossa análise é um produto da Bruker que apresenta o software CrystAlign que é parte do pacote de microanálise Quantax e, por tanto, parte do software Espirit que envolve o Quantax EDS e O Quantax CrystAlign. Na tabela 3.2 foram enumerados os dados das análises com EBSD.

Tabela 3. 2. Dados das análises com EBSD realizadas

Área observada (total map size) ( $\mu\text{m}^2$ )	73,62x63,55 = 4678
Resolução total do mapa (pixel)	1024x884 = 905216
Tamanho de passo (step size)	0,72 - 096 ( $\mu\text{m}$ )
Taxa de indexação (mín - máx)	94.6 - 97.9%
Numero de bandas indexadas req.	5
Tempo da análise	1:47:77h; 40fps (quadros/segundo)
Tempo de exposição	7ms
Tensão	20 – 25 (kV)
Resolução do EBSP	160x120
Distancia de trabalho	13,6 – 17,1 (mm)

### 3.5 MEDIÇÃO DAS TENSÕES RESIDUAIS COM EQUIPAMENTO RAYSTRESS

Dois corpos de prova padrão de 10x10x71mm, como mostrado na Fig. 3.10, foram utilizados para monitoramento da redistribuição das tensões residuais. As tensões residuais foram medidas, na parte superior das amostras, através do método de difração de raios-X, utilizando para cada corpo de prova um equipamento portátil RAYSTRESS (Fig. 2.44).

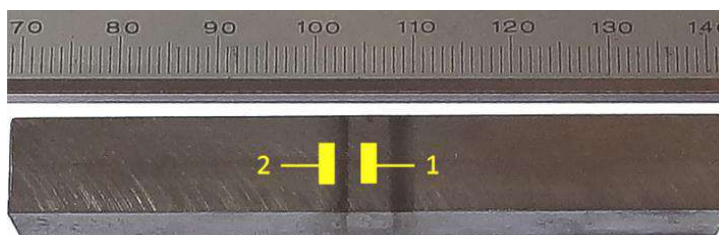


Figura 3. 10. Localização das áreas de medição dos valores absolutos da tensão residual na amostra simulada: 1 - região intercrítica reauecida, 2 - área próxima à região intercrítica reauecida. Distância entre as áreas - 5mm.

Cada amostra e cada equipamento foram mantidos na mesma posição de medição durante todo o período de monitoramento, a temperatura ambiente. Para a primeira amostra, as medições foram realizadas na área localizada no centro da mesma, o que corresponde à região intercrítica reauecida (posição 1) e a uma posição de 5 mm desde o centro (posição 2), Fig. 3.10. As medições começaram duas horas após o termino da simulação com o equipamento Gleeble® 3800, para poder registrar o mais pronto possível toda a evolução das tensões residuais, e continuaram a cada 24 horas durante três semanas.

### 3.6 ANÁLISE DA MICROESTRUTURA COM MICROSCOPIA ÓPTICA

A microestrutura dos corpos de prova de solda real e ZAC simulada foram observadas com um microscópio óptico Olympus GX51 (Fig. 3.11). As microestruturas das amostras simuladas foram observadas após o termino das análises feitas com a técnica MEV-EBSD.



Figura 3. 11. Microscópio óptico.

### 3.7 PROCESSO DE SOLDAGEM UTILIZADO PARA AS SOLDAS REAIS

Os corpos de prova de soldas reais foram obtidos usando chapas ASTM DH36, com dimensões de 1200 x 500 x 19 mm e chanfro com ângulo 20°. Estas chapas foram unidas ao longo do seu lado de comprimento maior com solda de topo, utilizando soldagem com arame tubular E71T-1 de diâmetro 1.2mm. Foram realizados

sete passes de solda, com corrente 180A (CC+), voltagem 28,2V, com velocidade de alimentação de arame de 6,1m/min, utilizando argônio com gás de proteção, com vazão 13L/min. Os dados da velocidade de soldagem se encontram em Tab. 3.3. Durante o procedimento de soldagem as chapas foram posicionadas numa mesa de gabarito e fixadas ao longo do perímetro. As restrições impostas durante soldagem foram retiradas no dia seguinte da soldagem.

Tabela 3. 3. Velocidade de soldagem.

<b>Velocidade de Soldagem (cm/min)</b>							
<b>Camada/ Cordão</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>	<b>Acabamento</b>	
						<b>F</b>	<b>G</b>
<b>1</b>	20,0	18,5	14,5	16,5	21,9	37,4	44,0
<b>2</b>	21,5	28,0	17,3	16,4	20,5	19,4	46,9
<b>3</b>	21,0	21,0	16,0	14,8	17,1	28,9	36,4
<b>4</b>			14,7	14,5	20,8	51,4	32,6
<b>5</b>				11,5	22,8	33,3	38,7
<b>6</b>				12,0	17,0		45,8
<b>7</b>					17,5		51,6
<b>8</b>					18,0		45,4
<b>9</b>							38,5



## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 REDISTRIBUIÇÃO DAS TENSÕES RESIDUAIS DE SOLDAGEM AO PASSAR O TEMPO

A Fig. 4.1 mostra as tensões residuais medidas na superfície das amostras simuladas durante 3 semanas de monitoramento, nas posições 1 e 2 da Fig. 4.8. O sinal negativo "-" indica que se registraram tensões de compressão. A direção de medição foi realizada na direção longitudinal em relação ao comprimento da amostra.

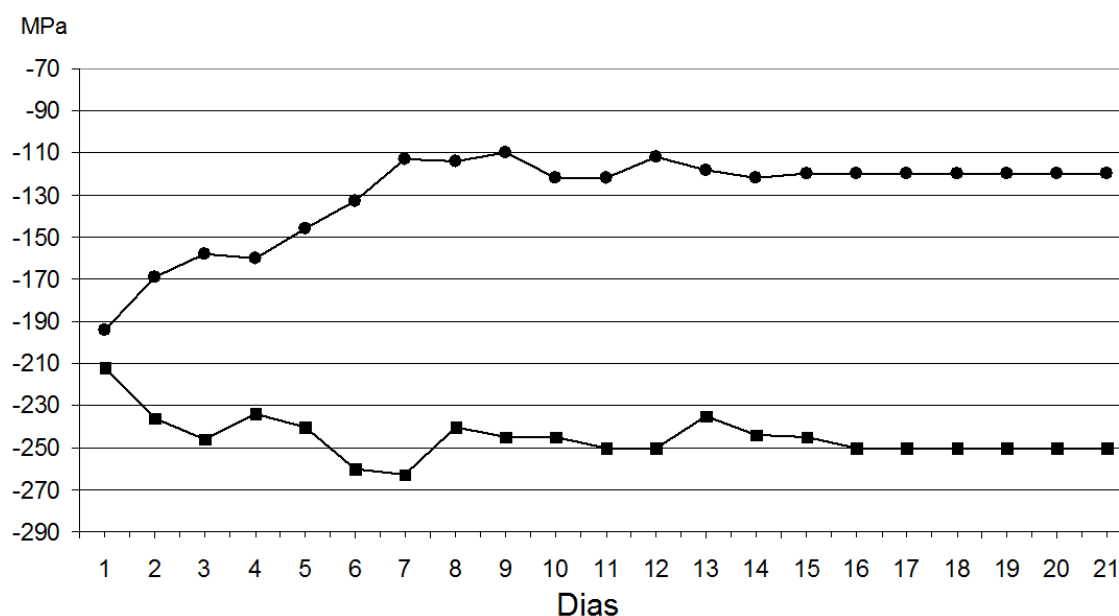


Figura 4. 1. Variação dos valores absolutos das tensões residuais de soldagem com o tempo. Direção da medição longitudinal em relação à amostra. O gráfico com ● indica medições na área 1 e o gráfico com ■ indica medições na área 2.

Observa-se diminuição dos valores da tensão de compressão na área de medição 1 acompanhada pelo crescimento dos valores das tensões de compressão na área de medição 2. A variação das tensões residuais não foi uniforme e sofreu oscilações ao passar o tempo. A diferença inicial entre os valores nas áreas 1 e 2 é de 20 MPa e a diferença final é de 130 MPa. A estabilização no processo de redistribuição das tensões acontece a partir da segunda semana de medição. Este período de duas semanas normalmente é observado nas medições realizadas nos corpos soldados reais (ESTEFEN *et al.*, 2012; GUROVA *et al.*, 2015).

## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DO AÇO DH36

### 4.2.1 Microscopia Óptica.

A continuação apresenta-se a microestrutura do material base (MB), a zona afetada pelo calor de grão fino e grão grosso de uma solda real, ZAC<sub>R</sub>-GF e ZAC<sub>R</sub>-GG respectivamente, a zona fundida (ZF) e a microestrutura da zona afetada pelo calor simulada com dois passes (ZAC<sub>S</sub>-GG-IC).

Na Fig. 4.2(a) e (b) podemos ver os grãos ferríticos poligonais (cor cinza claro) e o bandeamento (cor escuro) que é provocado durante o processo termomecânico para a conformação da chapa. Além disso, partículas de perlita pequenas estão dispersas na matriz ferrítica (Fig. 4.2(b)). A microestrutura dos aços para navios é conformada por ferrita e grãos de perlita (HAYAT, UZUN, 2011).

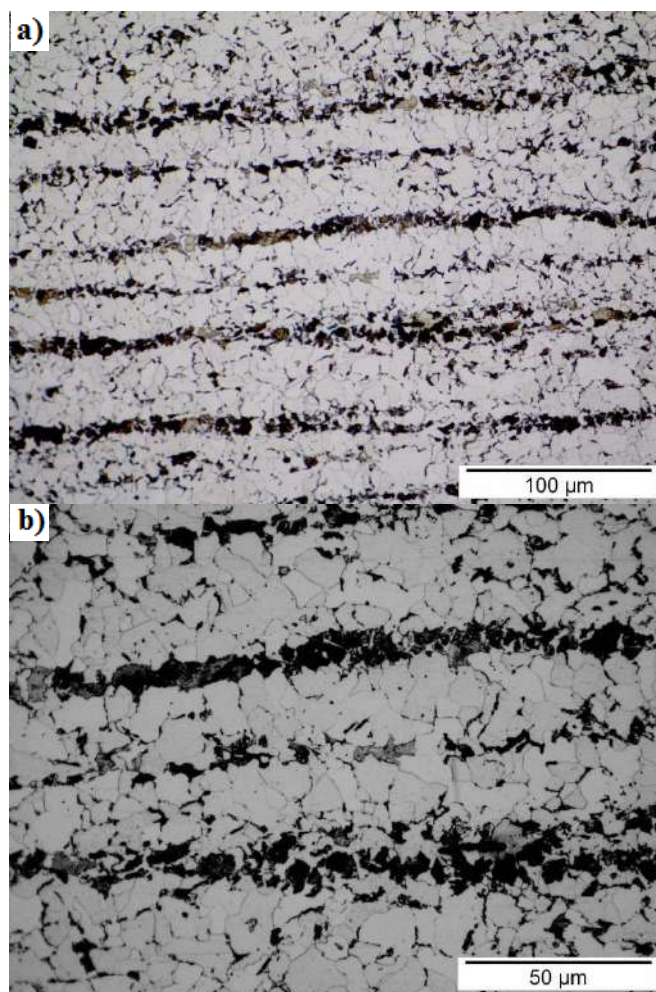


Figura 4. 2. Microestrutura do material base (MB) do aço ASTM DH36 (a) 500X e (b) 1000X. Ataque nital ao 3%.

Este bandeamento é em sua maioria composto de perlita, que esta formada por constituintes e outros microconstituintes, como a bainita e a martensita, que não podem ser enxergados com claridade por microscopia óptica. Microestrutura bandeada é observada devido a duas razões: a segregação causada por 1,85% de Mn e a competição entre recuperação e recristalização (PERANIO *et al.*, 2010).

O processo termomecânico gera uma reorganização da perlita na matriz ferrítica, na forma de bandas contínuas e colineares ao plano de laminado, que são visíveis na espessura da chapa (GEFFROY *et al.*, 2011). Nos aços para construção naval o processo de laminado pode introduzir falhas anisotrópicas, que são diferentes na direção de laminado ou transversal a esta (TYLER-STREET, LUYTEN, 2009). A ductilidade depende marcadamente da orientação do sistema de tensões com relação à direção de laminado (HANCOCK, MACKENZIE, 1976).

Diferentes regiões do aço apresentam diferentes composições químicas, e consequentemente, diferentes comportamentos na transformação da austenita, devido à segregação dos elementos substitucionais. Se o aço é resfriado lentamente a difusão do carbono ocorrerá, assim este elemento é rejeitado pela ferrita (baixa solubilidade do carbono na ferrita) e permanece nas regiões austeníticas. Quando estas regiões se transformam contêm suficiente carbono como para formar diferentes constituintes, do que seria a estrutura média de um aço. Se, entretanto, há um resfriamento o suficientemente rápido o carbono não terá tempo de segregar durante a decomposição da austenita e a única evidencia de segregação é a diferença de temperabilidade entre as zonas mais e menos segregadas (COLPAERT, 2008).

Uma granulometria fina é observada na Fig. 4.3, própria de uma zona afetada pelo calor de grão fino ( $ZAC_R$ -GF). Podemos observar a ferrita poligonal, de cor clara, com granulometria muito fina acompanhada de zonas escuras, distribuída na matriz ferrítica, que podem ser microestruturas como a perlita, a cementita, a bainita e a austenita retida acompanhada de martensita. A  $ZAC_R$ -GF consiste de ferrita refinada e bainita, junto com microfases secundárias (TSAY *et al.*, 1999). Modificação da quantidade ou distribuição das fases na matriz podem alterar as propriedades mecânicas do aço (KOCATEPE *et al.*, 2006). Microestruturas de granulometria fina melhoram as propriedades mecânicas como fratura e resistência mecânica. Comparando a Fig. 4.2 e 4.3 o tamanho do grão da  $ZAC_R$ -GF é menor que o tamanho de grão do MB.

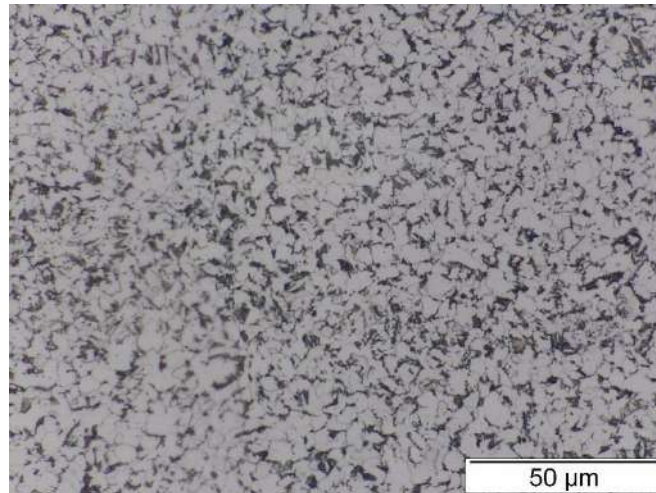


Figura 4. 3. Zona afeta pelo calor de grão fino ( $ZAC_R$ -GF) de uma solda real realizada no aço ASTM DH36 com aumento de 1000X. Ataque nital ao 3%.

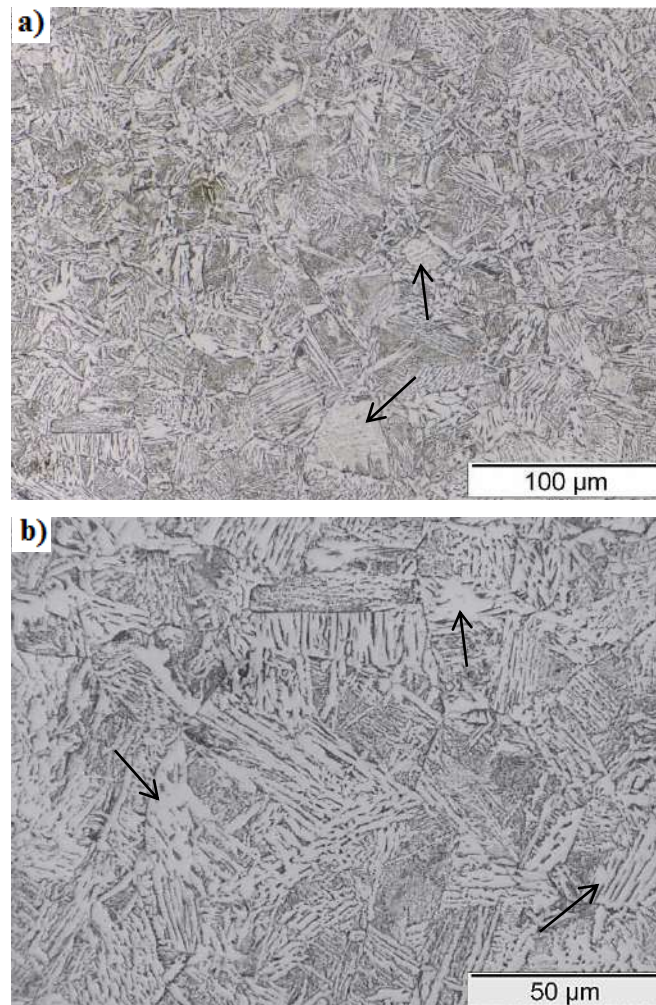


Figura 4. 4. Zona afeta pelo calor de grão grosseiro ( $ZAC_R$ -GG) de uma solda real realizada no aço ASTM DH36, (a) 500X e (b) 1000X. Ataque nital ao 3%.

Na Fig. 4.4 se observa a zona afetada pelo calor de grão grosseiro ( $ZAC_R$ -GG) apresentando microestruturas como a ferrita, e a bainita crescendo a partir dos contornos de grão austeníticos iniciais. Observações microestruturais indicam que a  $ZAC_R$ -GG foi composta principalmente de bainita inferior com algo de bainita superior e aparentemente a austenita de grão grosseiro transformou em ferrita de Widmanstätten e microfases (TSAY *et al.*, 1999), como a MA retida ou segundas fases. Também se pode ver a ferrita de grande tamanho dentro do grão grosseiro.

Comparando a Fig. 4.3 com a Fig. 4.4(b), ambas com 1000X, podemos notar a grande diferença nos tamanhos dos grãos, devido a que a  $ZAC_R$ -GF teve temperaturas pico próximas à linha  $A_3$  e a  $ZAC_R$ -GG alcança temperaturas muito superiores à linha  $A_3$  (Fig. 2.36). A  $ZAC_R$ -GG é a que apresenta baixas propriedades mecânicas como a tenacidade e a resistência à fratura. Esta baixa tenacidade é ocasionada devido às ferritas de grande tamanho poligonal e em forma de ripas (setas pretas), e que estão dentro dos grãos, são locais preferenciais para o caminho das trincas, sem algum outro constituinte que possa evitar este avanço (SANCHEZ, 2011). A zona afetada pelo calor é endurecida depois da soldagem, principalmente na região próxima à linha de fusão que apresenta grãos grosseiros.

Em uma  $ZAC_R$ -GG Tsay e colaboradores (1999) observaram microestruturas como a bainita inferior com carbonetos entre as ripas e bainita superior com austenita retida. Para uma  $ZAC_R$ -GF eles notaram bainita junto com algumas microfases entre as ripas. Quando a solubilidade do carbono na ferrita é excedida, a cementita começa a aparecer na estrutura do aço. Aços para conformação, de baixo teor de carbono, normalmente apresentam a cementita distribuída ao longo do produto como uma segunda fase dispersa (COLPAERT, 2008).

A zona fundida (ZF) apresentada na Fig. 4.5 ilustra muitos tipos de microestruturas típicas de esta zona, a qual é muito complexa, devido à variedade de fases e microconstituintes. Na Fig. 4.5(a) observamos principalmente ferrita de contorno de grão (BF), ferrita acicular (AF) e ferrita Widmanstätten (WF). Além disso, observamos ferrita poligonal intragranular (PF), ferrita com segunda fase não alinhada (SF). Na Fig. 4.5(b) com maior aumento podemos observar a BF, a AF e a SF. A BF e a SF são muito maiores que a AF. Na Fig. 4.5(c) observamos com maior clareza, a uns 1000X, a ferrita acicular apresentando uma orientação desordenada das ripas de ferrita. Também se observa pontos escuros que são carbonetos ou carbonitretos, que servem como pontos de nucleação para a ferrita acicular. A ZF de um aço EH36 foi composta de ferrita de contorno de grão, ferrita Widmanstätten e ferrita acicular com algumas microfases (TSAY *et al.*, 1999).



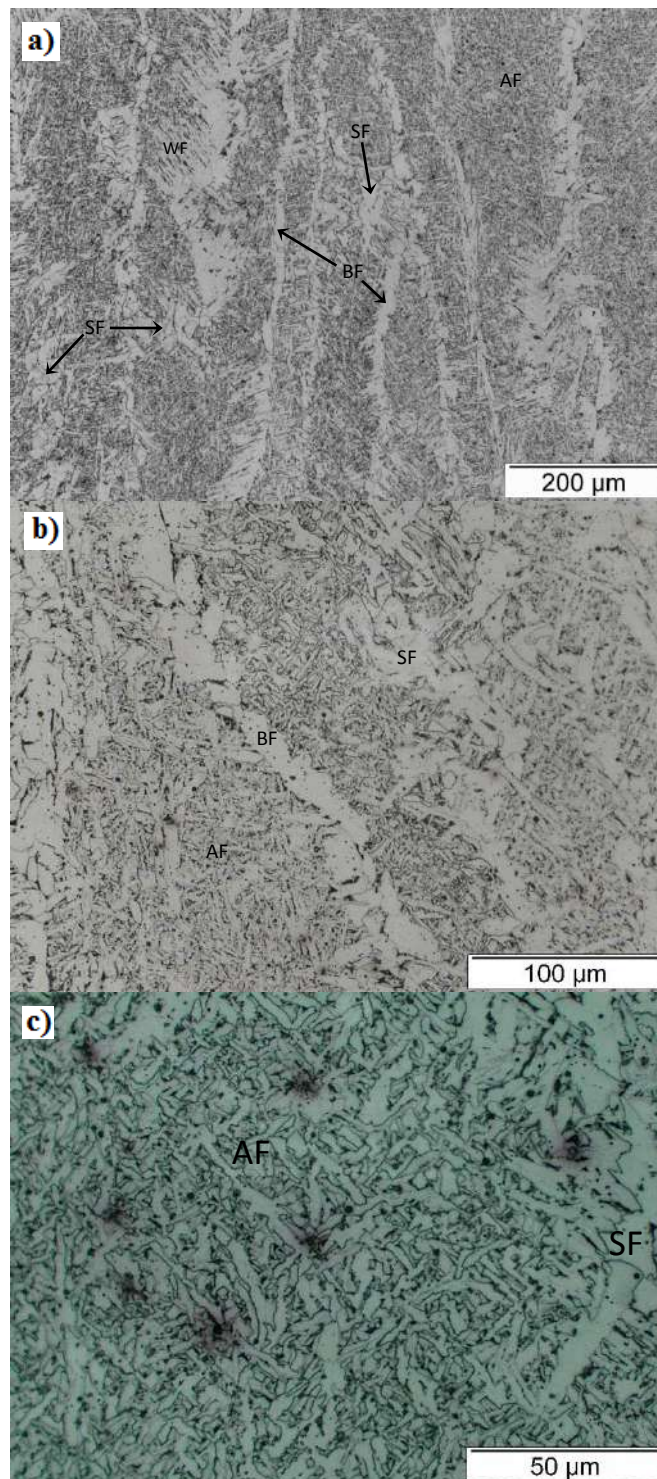


Figura 4. 5. Zona fundida (ZF) de uma solda real realizada no aço DH36, (a) 200X, (b) 500X e (c) 1000X. Ataque nital ao 3%.

A microestrutura da zona afetada pelo calor simulada com dois passes, a temperaturas máximas de 1350 e 800°C, está representada pela Fig. 4.6(d). Esta zona é conhecida como, zona afetada pelo calor de grão grosseiro reauecida até uma temperatura intercrítica ( $ZAC_S$ -GG-IC), a temperatura intercrítica é uma região com

duas fases ( $\alpha+\gamma$ ). Na ZAC<sub>S</sub>-GG-IC podemos observar que o tamanho de grão pertence a uma região de grão grosseiro, igual que a Fig. 4.4(a), que é a microestrutura de uma ZAC<sub>R</sub>-GG de uma solda real, ambas a 500X. Na Fig. 4.6(d) não se observa com clareza a microestrutura bainítica como na Fig. 4.4(a), já que tem sido modificada pela temperatura de reaquecimento a 800°C. Observam-se sim as ferritas de grande tamanho dentro dos grãos grosseiros.

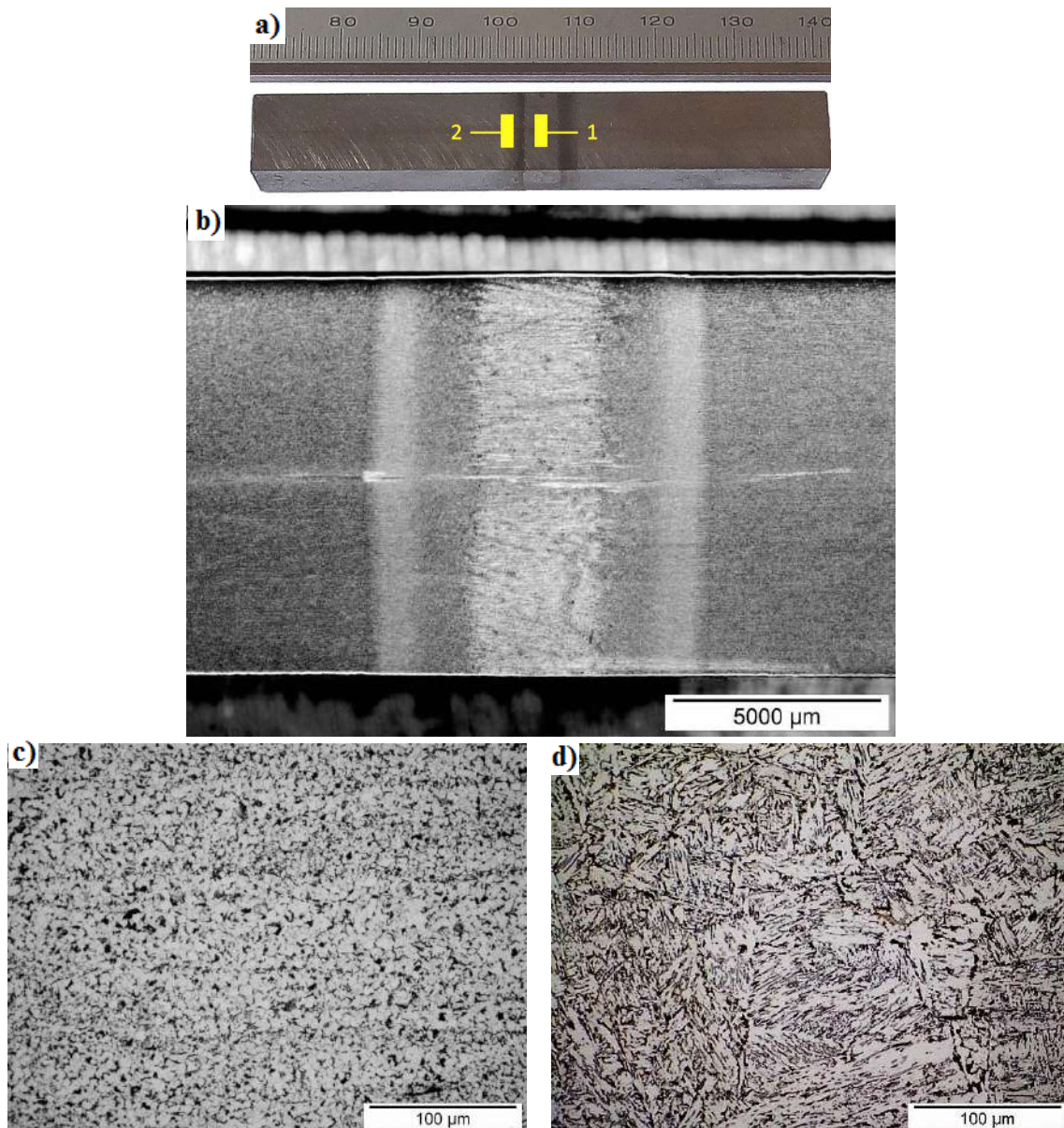


Figura 4. 6. Zona afetada pelo calor simulada com equipamento Gleeble®, (a) corpo de prova da zona afetada pelo calor simulada (ZAC<sub>S</sub>) com dois passes, (b) macrografia da região simulada (ZAC<sub>S</sub>), (c) zona 2: região de grão fino sem reaquecimento (ZAC<sub>S</sub>-GF) e (d) zona 1: região de grão grosseiro reaquecida intercriticamente (ZAC<sub>S</sub>-GG-IC). Ataque nital ao 3%.

Comparando a Fig. 4.6(d) com a Fig. 4.4(b) nota-se que microconstituintes de uma cor escura estão distribuídos em toda a matriz, já na Fig. 4.6(d) os contornos de grão austenítico inicial não são observados com tanta claridade como na Fig. 4.4(d). Estes microconstituintes de cor escuro, MA retida e segundas fases, estão localizados aparentemente nas bordas do grão austenítico inicial e alguns microconstituintes de cor escura de menor tamanho estão dentro dos grãos e entre as ripas de cor cinza clara.

Na soldagem multipasse, a microestrutura da ZAC<sub>R</sub>-GG formada em um ciclo térmico inicial será refinada por um passe posterior se esta passa a linha A<sub>C3</sub> (Fig. 2.36). Se a temperatura de reaquecimento está abaixo da linha A<sub>C1</sub>, esta zona será só temperada. Porém se a temperatura máxima de reaquecimento se encontra entre a A<sub>C3</sub> e a A<sub>C1</sub>, a austenita reformada se descompõe em ferrita, ferrita widmanstatten, bainita e eventualmente microfases que consistem de martensita e austenita retida (BADHESHIA *et al.*, 1985). HUTCHINSON *et al.* (2015) obtiveram para um aço, simulado como o nosso, grandes grãos de ferrita poligonal delineando os contornos de grão austeníticos, microestrutura acicular com finas partículas de cementita distribuídas entre as ripas e microestruturas bainíticas.

A fração de volume da martensita varia com o incremento da temperatura de tratamento térmico intercrítico. Incremento da temperatura intercrítica leva a um incremento da fração de volume da austenita, que transformará em martensita (HAYAT; UZUN, 2011). Além disso, o limite de escoamento e a resistência última à tração incrementam com o incremento da temperatura crítica e as taxas de resfriamento (HUSEYIN *et al.*, 2010).

## **4.2.2 Microestrutura com EBSD e MEV**

### **4.2.2.1 Microestrutura com EBSD e MEV do Material Base (MB)**

As figuras de polo inverso (IPF siglas em inglês) são usadas para mostrar as orientações cristalográficas como um mapa. Uma análise quantitativa microestrutural é obtido na forma de um mapa de orientação (HUMPHREYS, 2004b). Usando grupos de Laue, que dependem de padrões coloridos, os mapas IPF realizam a ligação entre um sistema de coordenadas macroscópico de referência (eixos da amostra ou do MEV) e o sistema de coordenadas cristalográfico (vectores de rede como <111>, <100>, etc.) (Quantax CrystalAlign, 2012). Em outras palavras, um pixel no mapa IPF (Fig. 4.7) será colorido baseando-se na informação de orientação que este apresenta quando



comparado a um eixo de referência macroscópico e usando um padrão de cores específico.

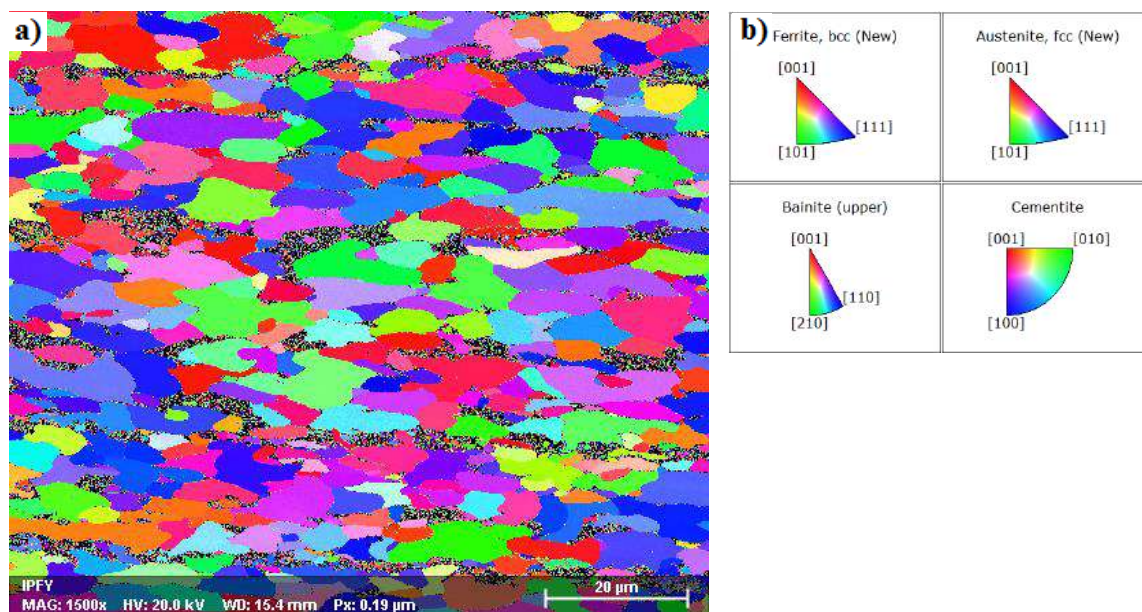


Figura 4. 7. Figuras de Polo Inverso (IPF) do material de base (MB) DH36: (a) IPF normal ao eixo Y, (b) triângulos estereográficos que representam o padrão de cores segundo a orientação cristalográfica das fases. EBSD com magnitude de 1500X.

Na Fig. 4.7 apresenta-se uma figura de polo inverso, que nos dá a relação angular entre os planos e as direções da rede (CULLITY, STOCK, 2001). Na Fig. 4.7(b) observam-se as direções cristalográficas que a ferrita, a austenita, a bainita e a cementita apresentam e são observadas em padrões de cores na Fig. 4.7(a). Cabe ressaltar que o mapa da Fig. 4.7(a) mostra principalmente as direções cristalográficas da matriz ferrítica, já que, as outras fases apresentam um tamanho muito reduzido e não se pode observar claramente sua textura no mapa IPF.

A Fig. 4.8(a) mostra o mapa de fases (MP siglas em Inglês) e na Fig. 4.8(b) observa-se o mapa de padrão de qualidade (QP siglas em inglês). Estes mapas são obtidos com a técnica de elétrons retroespalhados (EBSD) e mostram a microestrutura do material base (MB) do aço ASTM DH36 sem nenhum tratamento térmico.

Podemos observar nos mapas da Fig. 4.7(a), 4.8(a) e (b) a presença do bandejamento dentro da matriz ferrítica. Na Fig. 4.8(a) a ferrita poligonal apresenta-se de cor azul e o bandejamento composto de austenita (amarelo), bainita (vermelho), cementita (verde) e microestruturas não indexadas (preto). Na Fig. 4.8(b) o bandejamento mostra-se de cor preto parecido com a micrografia da Fig. 4.2 obtida com microscopia óptica.

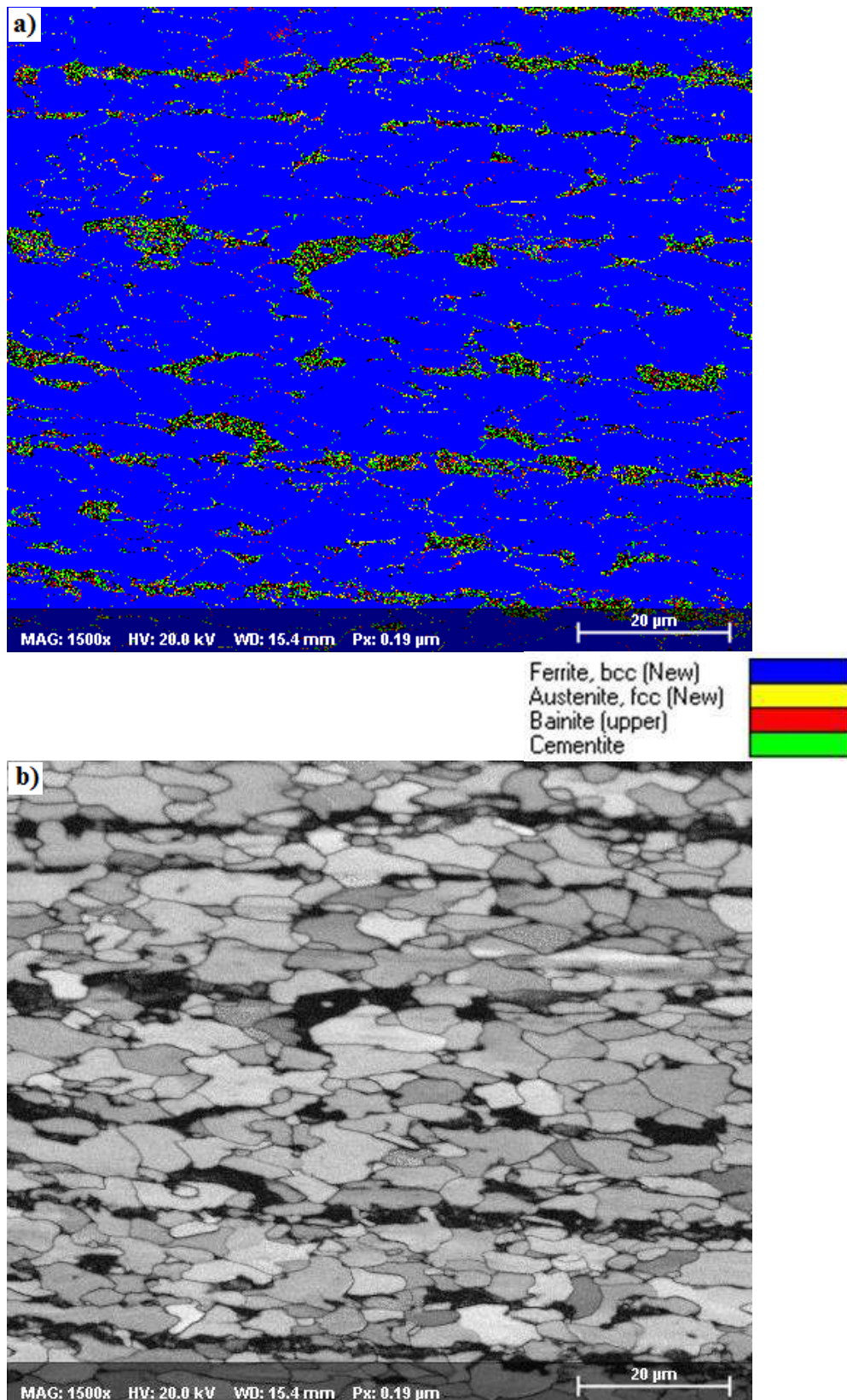


Figura 4. 8. EBSD do material base (MB) do aço DH36 sem tratamento térmico: (a) Mapa de fases e (b) Mapa de padrão de qualidade. EBSD com magnitude de 1500X.

Nas figuras obtidas com MEV, Fig. 4.9(a) e (b), podemos observar a ferrita de cor gris claro e o bandeamento, composta de perlita, de uma cor branca. O contrário é obtido com microscopia óptica (Fig. 4.2), onde a ferrita apresenta uma cor clara e a perlita uma cor escura. Na Fig. 4.9(b) podemos notar a perlita, em maiores aumentos, composta de ripas paralelas de cementita e ferrita, este paralelismo é devido a que existem orientações cristalográficas que apresentam baixas energias interfaciais entre os planos da cementita e da ferrita (DA COSTA E SILVA, MEI, 2006). Então as microestruturas de cor branca, da Fig. 5.9(b), são caracterizadas como cementita, bainita e austenita segundo a Fig. 4.8(a).

Além da perlita, podemos observar também outro constituinte, de cor branca, que se encontra nos contornos de grão, que provavelmente seja a cementita e/ou a austenita retida, segundo o mapa de fases da Fig. 4.8(a). Esta austenita provavelmente é a austenita que está ao lado da martensita, estas duas fases juntas formam o microconstituente MA. Segundo o trabalho de MOEINIFAR (2011) o diâmetro médio dos microconstituintes MA, em seu maior tamanho, está na média de  $0.93\mu\text{m}$ . Este constituinte MA pode apresentar morfologias em forma de bastões finos (stringer) ou poligonais. O microconstituente MA em forma de bastões é localizado principalmente nos contornos das ripas (lath) de outras fases ou contornos de grão e poucas vezes dentro dos grãos (SANCHEZ, 2011). Também se podem observar blocos de MA, distribuídos na matriz ferrítica, junto ao grão austenítico anterior (prior). Estes blocos de MA podem ter um tamanho aproximado de 3 a  $5\mu\text{m}$ , segundo DAVIS e KING, (1994) ou de  $1\mu\text{m}$ , segundo YOU *et al.* (2013).

Os zero solutions, de cor preto da Fig. 4.7(a) e 4.8, podem ser a martensita do MA, de tamanho menor que  $1\mu\text{m}$ . Além de, o EBSD não indexar microestruturas menores que o tamanho de passo colocado antes da indexação, microestruturas como a martensita que não estão presentes no banco de dados do EBSD também não são indexadas. STUART WRIGHT (conversação pessoal, 2015) menciona que a martensita não pode ser indexada usando EBSD. A martensita apresenta uma estrutura tetragonal de corpo centrado (bct), mas apenas ligeiramente tetragonal. Assim o EBSD não pode identificar essa tetragonalidade com confiabilidade; a relação  $c/a$  é simplesmente muito próxima a 1. É por isso que não se ingressou alguma informação no banco de dados para identificar a martensita. NOWELL *et al.* (2009), usualmente fazem esta indexação como estrutura cubica de corpo centrado (bcc) ferrita e depois utilizam varias aproximações para tratar de diferenciar a martensita da ferrita baseados em argumentos topográficos.



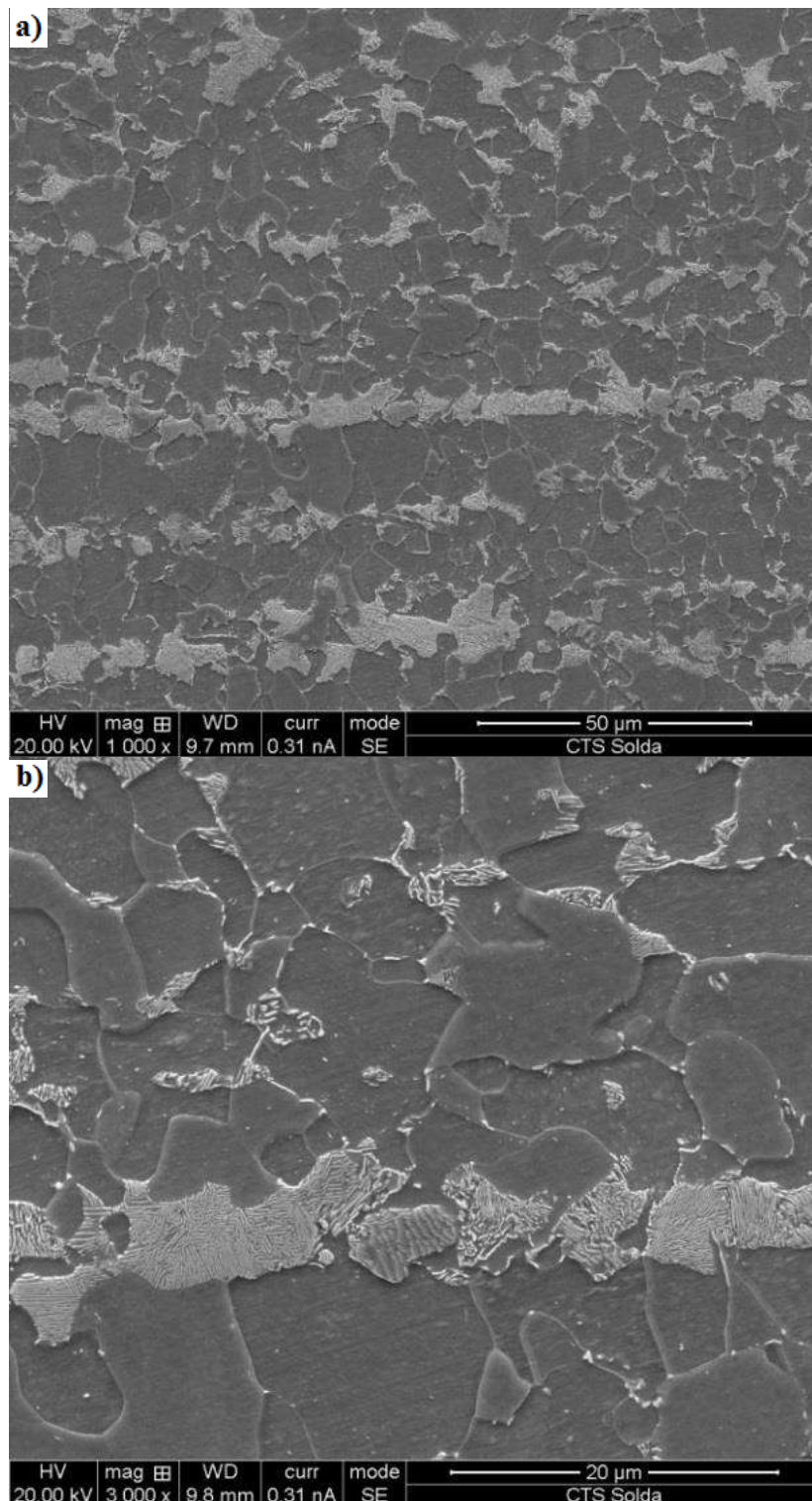


Figura 4. 9. Material base do aço DH36 sem tratamento térmico, micrografias com MEV (a) 1000X, (b) 3000X. Ataque nital ao 3%.

Os aços DH36 podem apresentar microestruturas como ferrita poligonal, perlita, agregado ferrita-carboneto e ferrita com segunda fase alinhada, segundo o processo de laminação (JULIO DA SILVA *et al.*, 2012). Aços API X80 e X70, que são

aços de alta resistência e que têm fases iguais que o aço DH36, com diferentes processos de laminado e composição química apresentam fases secundárias como MA e cementita (SHIN et al., 2007).

#### 4.2.2.2 Análise da Microestrutura com EBSD e MEV da ZAC de Grão Fino (ZAC<sub>R</sub>-GF) de uma Solda Real

Nas Fig. 4.10 e Fig. 4.11 são apresentadas às análises com EBSD da zona afetada pelo calor de grão fino (ZAC<sub>R</sub>-GF) de uma solda real do aço ASTM DH36. Na Fig. 4.10(b) observam-se as direções cristalográficas que a ferrita, a austenita, a bainita e a cementita apresentam e são observadas em padrões de cores na Fig. 4.10(a).

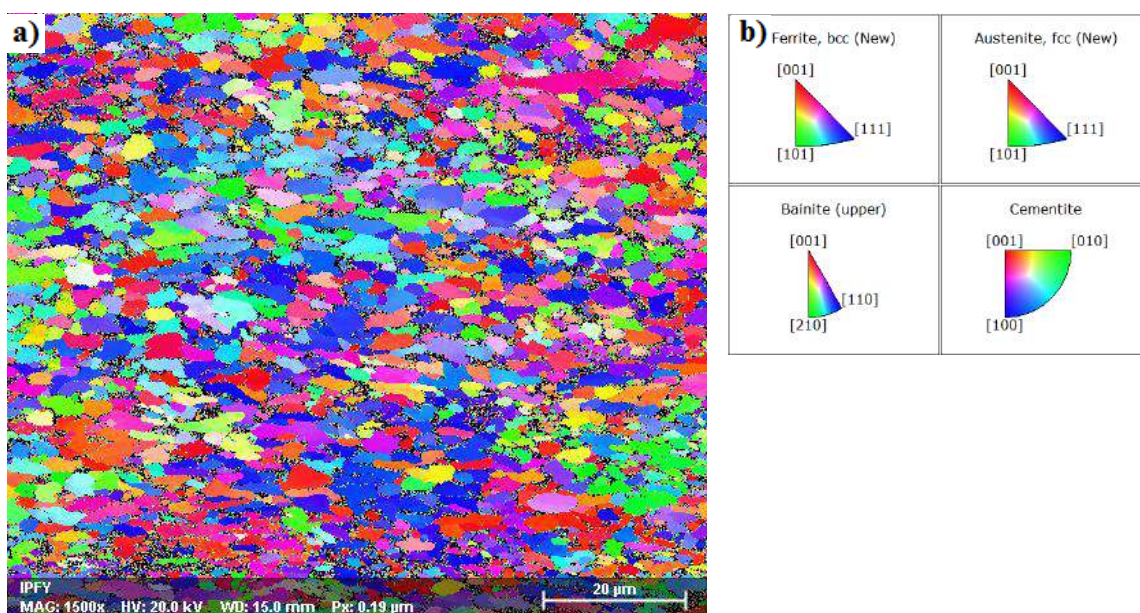


Figura 4. 10. Figuras de Polo Inverso (IPF) da zona afetada pelo calor de grão fino (ZAC<sub>R</sub>-GF) obtida de uma solda real: (a) IPF normal ao eixo Y, (b) triângulos estereográficos que representam o padrão de cores segundo a orientação cristalográfica das fases. EBSD com magnitude de 1500X.

A Fig. 4.11(b) mostra a microestrutura de grão fino, próprio de esta região da ZAC. A granulometria do MB, com tamanho médio dos grãos de 6,22 μm, mostrada na Fig. 4.8(b), apresenta uma granulometria maior comparada com esta da ZAC<sub>R</sub>-GF, com tamanho médio dos grãos de 3.2 μm. Na Fig. 4.11(a) nota-se que as fases austenita, bainita, cementita e os zero solutions (cor preto) encontram-se distribuídos por toda a matriz ferrítica.



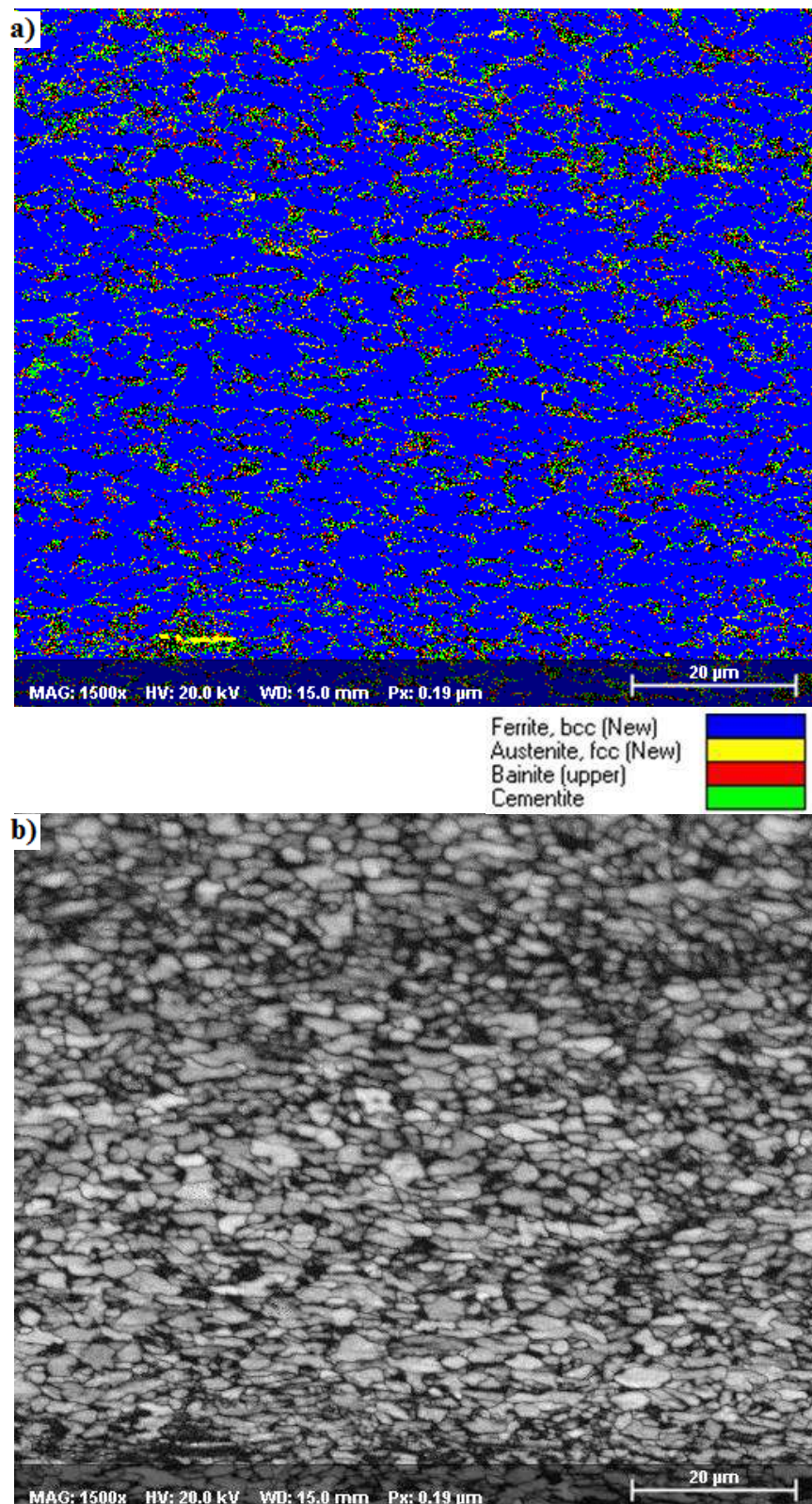


Figura 4. 11. Zona afetada pelo calor de grão fino (ZAC<sub>R</sub>-GF) obtida de uma solda real, com aumento de 1500X: (a) Mapa de fases e (b) Mapa de padrão d qualidade. EBSD com magnitude de 1500X.

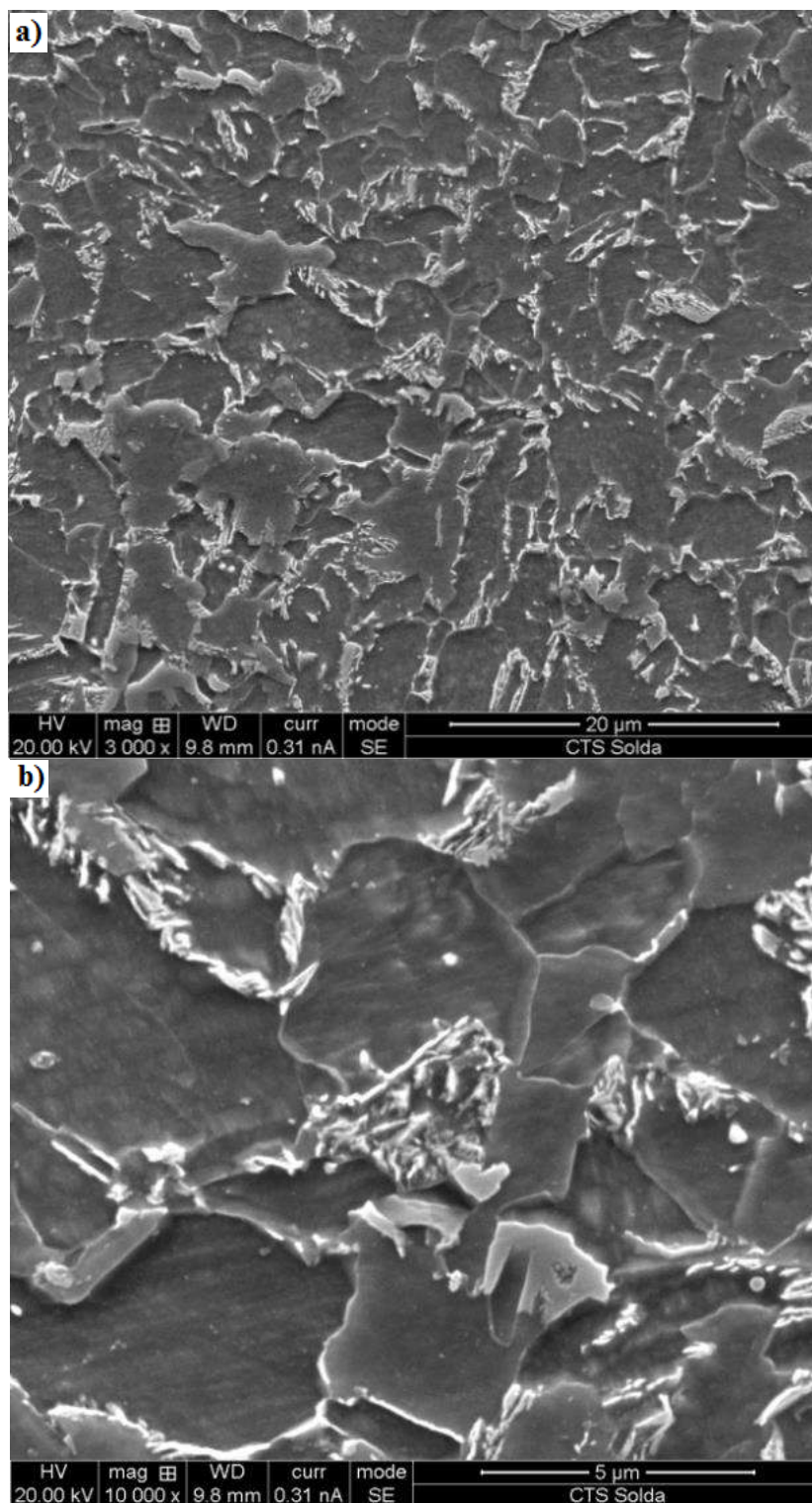


Figura 4. 12. Micrografias com MEV da zona afetada pelo calor de grão fino de uma solda real ( $ZAC_R$ -GF) com aumento de (a) 3000X, (b) 10000X. Ataque com Nital ao 3%.

A Fig. 4.12 apresenta a ferrita de cor gris claro, se observa fases de cor clara que podem ser cementita, bainita ou austenita, que se observa no mapa de fases da Fig. 4.11(a). A austenita que é identificada no mapa de fases (Fig. 4.11a) pode ser parte do microconstituente MA que é observado na Fig. 4.12(b). A martensita que acompanha a austenita retida, e que não é identificada pelo EBSD no mapa de fases, tal vez seja uma porcentagem dos zero solutions (preto). O incremento das taxas de resfriamento (como em soldagem) diminui a difusão do carbono e promove a formação dos MA (HUDA *et al.*, 2016).

A microestrutura conhecida como martensita-austenita retida (MA) é encontrada em aços de alta resistência como o aço DH36, API, Dual Phase (DP), etc. HABRAKEN e ECONOMOPULUS (1967) mencionaram que em algumas condições de transformação os aços podem apresentar regiões enriquecidas de carbono para transformar, parcialmente, em martensita e manterem uma fração de austenita retida. A fração de volume da martensita em um aço ASTM de grau A, usado para construção naval, depois de revenido desde uma temperatura intercrítica ( $\gamma+\alpha$ ) de 800 °C é de  $55 \pm 5\%$  (HAYA E UZUN, 2011). Ciclos térmicos alcançando temperaturas intercríticas têm um significativo efeito sobre a morfologia dos constituintes MA (MOEINIFAR *et al.*, 2011).

Os constituintes MA se encontram distribuídos por toda a matriz ferrítica em blocos e em forma de bastões nos contornos de grão, como se observa na Fig. 5.12(a) e (b). Nos aços API X80, com microestrutura similar a os aços DH36, blocos de microconstituintes MA são concentrados sobre os contornos de grão austenítico inicial (MOEINIFAR *et al.*, 2011). MA irregulares grandes e pequenos se formam ao longo dos contornos da ferrita massiva que é controlada pela difusão do carbono (LAN *et al.*, 2012). A taxa de difusão do manganês na ferrita é de três ordens mais do que na austenita, causando a formação de bordas ricas em manganês, assim, produzindo bordas de martensita em ilhas de austenita após o revenido (SHENG-CI *et al.*, 2015) como se pode observar na Fig. 4.12 (b).

#### 4.2.2.3 Microestrutura com EBSD e MEV da Zona Fundida (ZF)

Nas Fig. 4.13 e na Fig. 4.14 são apresentadas às análises com EBSD da zona fundida (ZF) de duas chapas de aço ASTM DH36. Na Fig. 4.13(b) observam-se as direções cristalográficas que a ferrita, a austenita, a bainita e a cementita apresentam e são observadas em padrões de cores na Fig. 4.13(a).



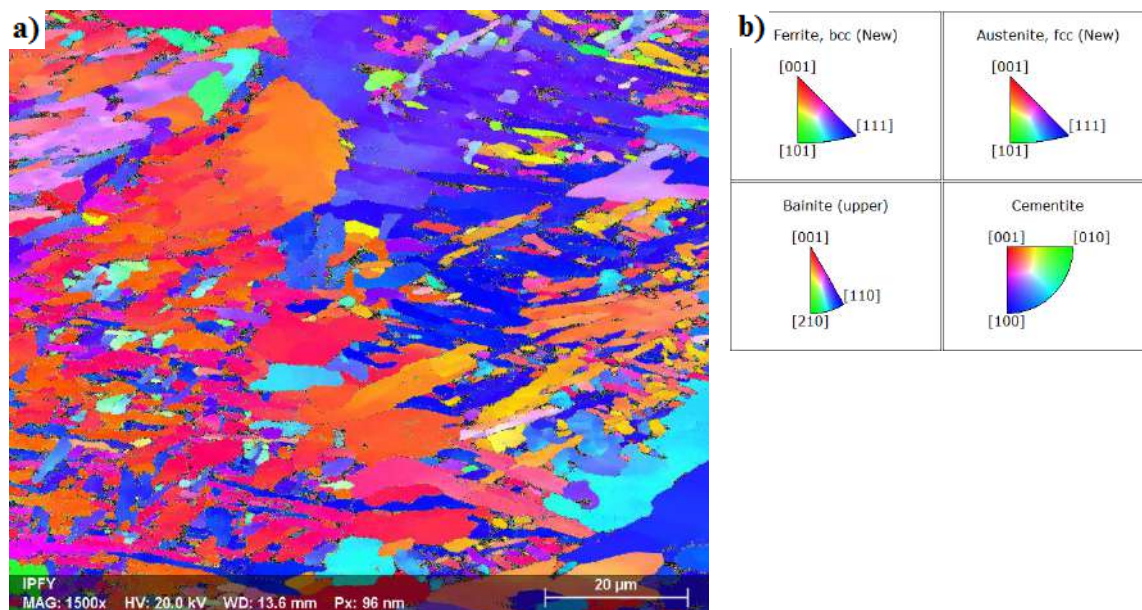


Figura 4. 13. Figuras de Polo Inverso (IPF) da zona fundida (ZF) obtida de uma solda real, (a) IPF normal ao eixo Y, (b) triângulos estereográficos que representam o padrão de cores segundo a orientação cristalográfica das fases. EBSD com magnitude de 1500X.

Na Fig. 4.14(a) podemos observar a matriz ferrítica de cor azul, havendo dentro desta matriz regiões com grande população de outras fases como cementita, bainita e austenita, e outras regiões onde não se encontram estas fases ou estão em menor porcentagem. Esta observação é feita, já que, ferritas de grande tamanho, como a ferrita de contorno de grão, a ferrita poligonal intragranular ou ferrita com segunda fase não alinhada, estão presentes na zona fundida das soldas, como pode ser visto na região central do mapa (seta cor roxo) de padrão de qualidade da Fig. 4.14(b).

Ferritas de menor tamanho distribuídas na microestrutura da zona fundida, como a ferrita acicular (AF), se encontram rodeadas, em maior porcentagem, de outras fases como a cementita, a austenita, e a bainita (por exemplo, região esquerda inferior da Fig. 4.14(a)). Os zero solutions também se encontram distribuídos aleatoriamente pela matriz ferrítica.

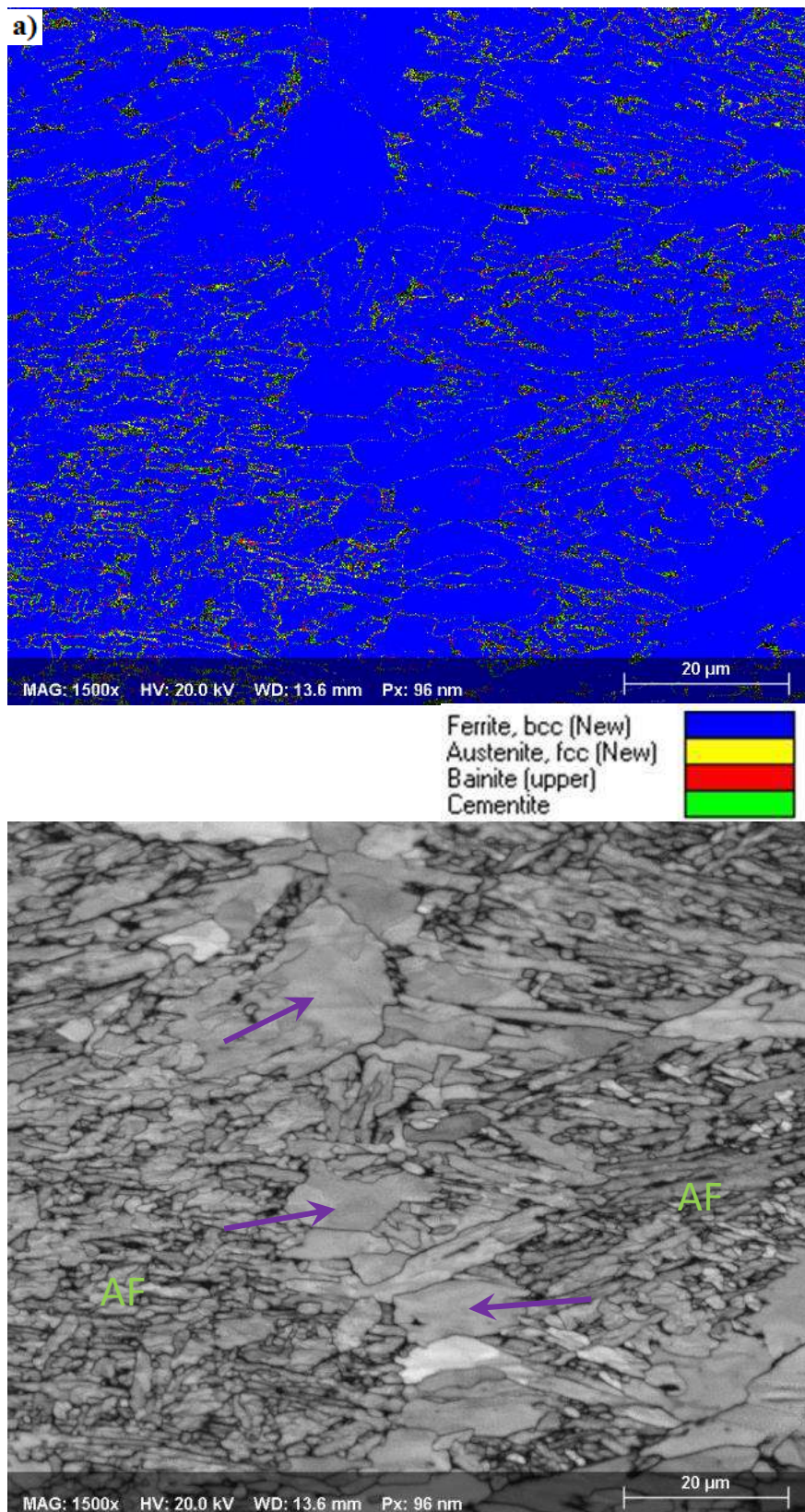


Figura 4. 14. Zona fundia (ZF) da solda de duas chapas DH36: (a) Mapa de fases e (b) mapa de padrão de qualidade. EBSD com aumento de 1500X.



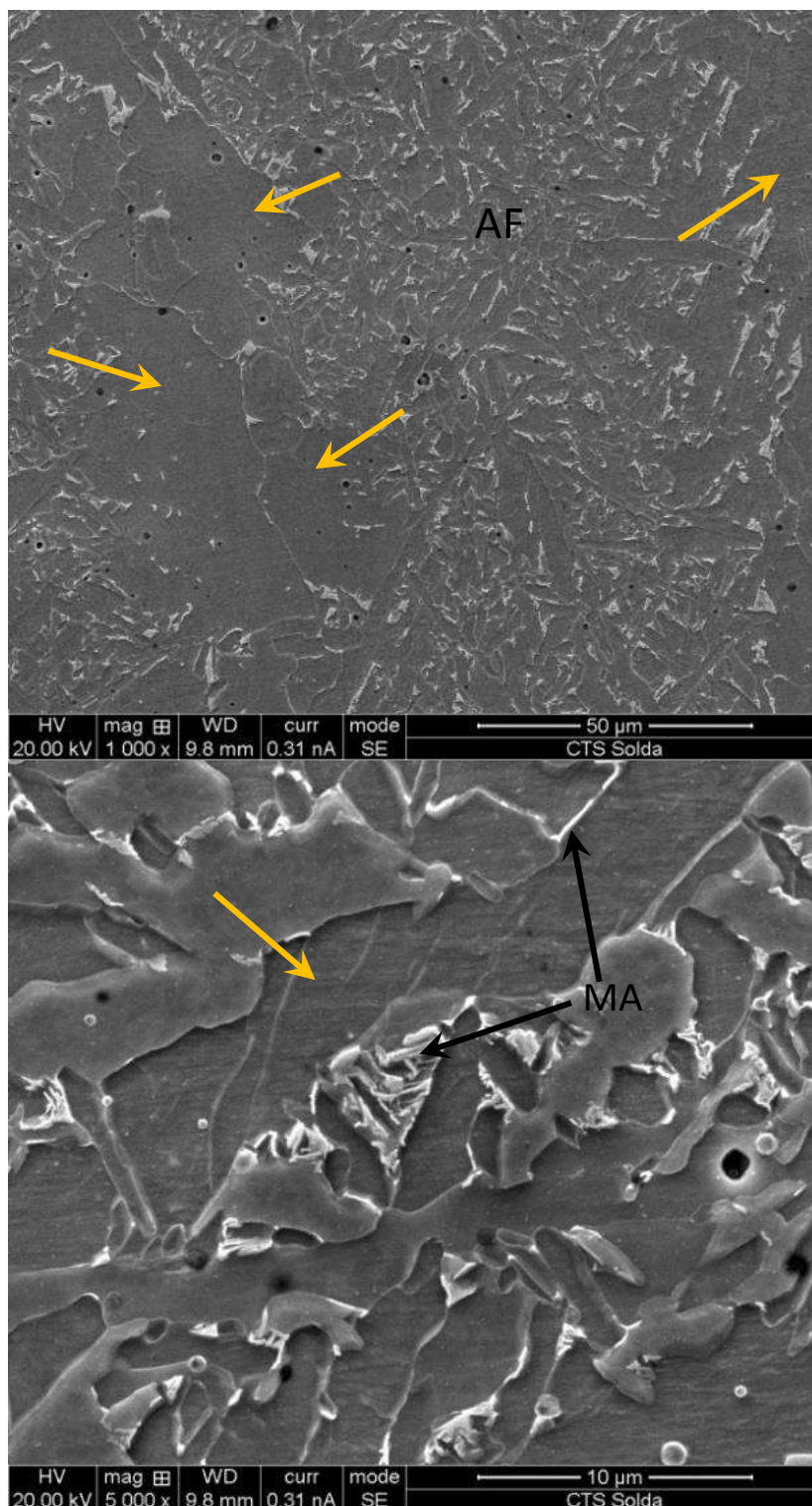


Figura 4. 15. Micrografias com MEV da zona fundida (ZF) com aumento de (b) 1000X, (c) 5000X. Ataque com Nital ao 3%.

Na Fig. 4.15 nota-se a ferrita de cor cinza. Grãos de ferritas de grande tamanho (setas cor laranja) como mencionado anteriormente podem ser ferritas de contorno de grão, ferrita poligonal intragranular ou ferrita com segunda fase não alinhada. Na Fig. 4.15(a) também se observa ferrita fina sem orientação definida, conhecida como ferrita

acicular (AF). Ao redor desta ferrita fina podemos observar microestruturas de cor branca que podem ser as fases de cementita, bainita ou austenita retida que forma parte dos constituintes MA (setas pretas) (regiões coloridas da Fig. 4.14(a)). Constituintes MA com tamanho menor que  $1\mu\text{m}$  encontram-se distribuídos ao longo dos contornos da ferrita (LAN et al., 2012). Além dessas microestruturas, observamos nas Fig. 4.15(a) e (b) carbonetos e microporosidades, característico de zonas fundidas obtidas por soldagem, que podem estar formando parte da porcentagem dos zero solutions.

Podemos observar no material base, a ZAC e a ZF que as fases detectadas com a técnica EBSD, microscopia eletrônica (MEV) e microscopia óptica são microestruturas como bainita, cementita, ferrita acicular e micronstituintes MA (martensita austenita) e estão distribuídas pela matriz ferrítica. Esta comparação da caracterização da microestrutura com as diferentes técnicas é feita, já que em itens posteriores as microestruturas obtidas com a técnica EBSD que também foram obtidas com as outras técnicas, apresentam pequenas mudanças em seu percentual.

#### 4.3 EBSD DA ZAC<sub>S</sub>-GG-IC SIMULADA AO PASSAR O TEMPO COM AMPLIFICAÇÃO DE 500X

##### 4.3.1 Microestrutura da ZAC<sub>S</sub>-GG-IC Simulada

Neste item analisaremos principalmente a evolução das fases e a misorientação, através do tempo, de uma zona afetada pelo calor simulada termomecanicamente. A simulação alcançou dois picos máximos de 1350 e 800 °C obtendo uma microestrutura de grão grosseiro reaquecida até a região intercrítica (ZAC<sub>S</sub>-GG-IC). O item anterior foi focado principalmente na observação da microestrutura que apresenta o MB do aço DH36 e a microestrutura que apresenta uma junta soldada real (ZAC e ZF) de um aço DH36, para comparar microestruturas que serão observadas na ZAC<sub>S</sub>-GG-IC.

Na Fig. 4.16(a) observa-se a textura da ZAC<sub>S</sub>-GG-IC composta principalmente de ferrita apresentando direções [001], [101] e [111]. Estas direções são representadas em padrões de cores vermelho, amarelo e azul respectivamente na Fig. 4.16(b). Por exemplo, a ferrita apresenta-se de cor verde quando o eixo Y da amostra é paralelo à direção cristalográfica  $\langle 101 \rangle$  de esta fase. Neste mapa os zero solutions (pontos não indexados) são removidos por substituição, com a opção de análise “outlier removal” que apresenta o software do EBSD. Este método é baseado sobre uma base probabilística das orientações dos píxeis adjacentes que são analisados

pelo EBSD (HUMPHREYS, 2004). Tais pixels não introduzem novas orientações, assim que os dados modificados com “outlier removal” devem ser usados com critério.

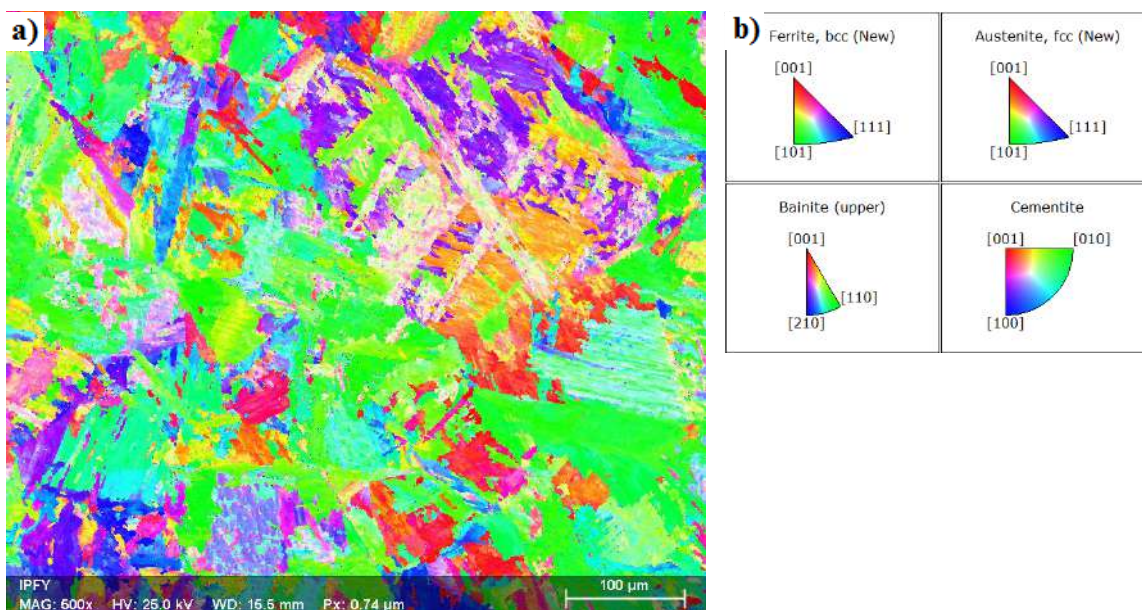


Figura 4. 16. Figuras de Polo Inverso (IPF) de uma zona afetada pelo calor simulada termomecanicamente, com temperaturas pico de 1350 e 800°C (ZAC<sub>S</sub>-GG-IC): (a) IPF normal ao eixo Y, (b) triângulos estereográficos que representam o padrão de cores segundo a orientação cristalográfica das fases. EBSD com magnitude de 500X.

O mapa de padrão de qualidade (QP) da Fig. 4.17(a) mostra ripas de ferrita, orientadas segundo as direções cristalográficas apresentadas na Fig. 4.16(b), que provavelmente são microestruturas ferrita-bainita. As zonas cor cinza escuro apresentam um baixo padrão de qualidade em comparação das zonas que apresentam uma tonalidade de cinza claro. A rotação da rede e/ou a deformação de rede tem turvado os padrões de EBSD e indiretamente diminuiu o valor do parâmetro do padrão de qualidade resultando em uma gradiente de cinza escuro (BRUKER NANO, 2012).

Na Fig. 4.17(b) se observa mais claramente este tipo de ferrita obtida por simulação termomecânica. O mapa de QP é outra forma de apresentação de dados para EBSD e é usado para descrever características microestruturais como contornos de grão e subgrão. O parâmetro do QP é calculado para cada pixel no mapa, usando a informação contida nos correspondentes padrões de Kikuchi. O valor deste parâmetro é a altura dos seis picos de Hough mais brilhantes e varia de 0 a 1 (BRUKER NANO, 2012).



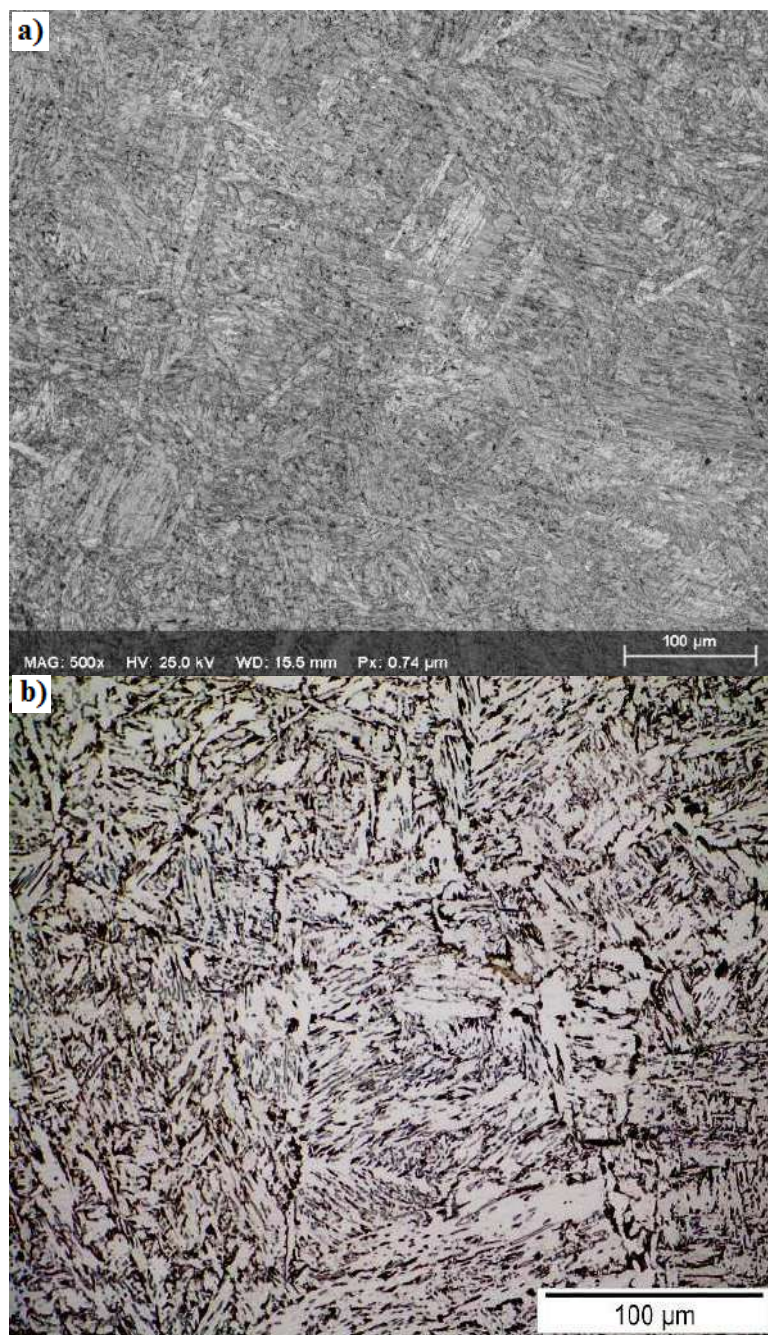


Figura 4. 17. Zona afetada pelo calor simulada termomecanicamente, com temperaturas pico de 1350 e 800°C (ZAC<sub>S</sub>-GG-IC). (a) Mapa de padrão de qualidade (PQ) e (b) micrografia obtida por microscopia óptica. Aumento 500X para (a) e (b).

Pode-se observar na Fig. 4.18 e na Tab. 4.1 que há uma mudança nas fases contidas na matriz ferrítica, ao passar o tempo de análise. Uma diminuição da porcentagem de ferrita e um aumento das outras fases podem ser observados comparando o primeiro e o ultimo dia de análise. Na Fig. 4.18 as fases estão caracterizadas pelas cores azul, amarelo, vermelho e verde que pertencem à ferrita, austenita, bainita e cementita respectivamente.

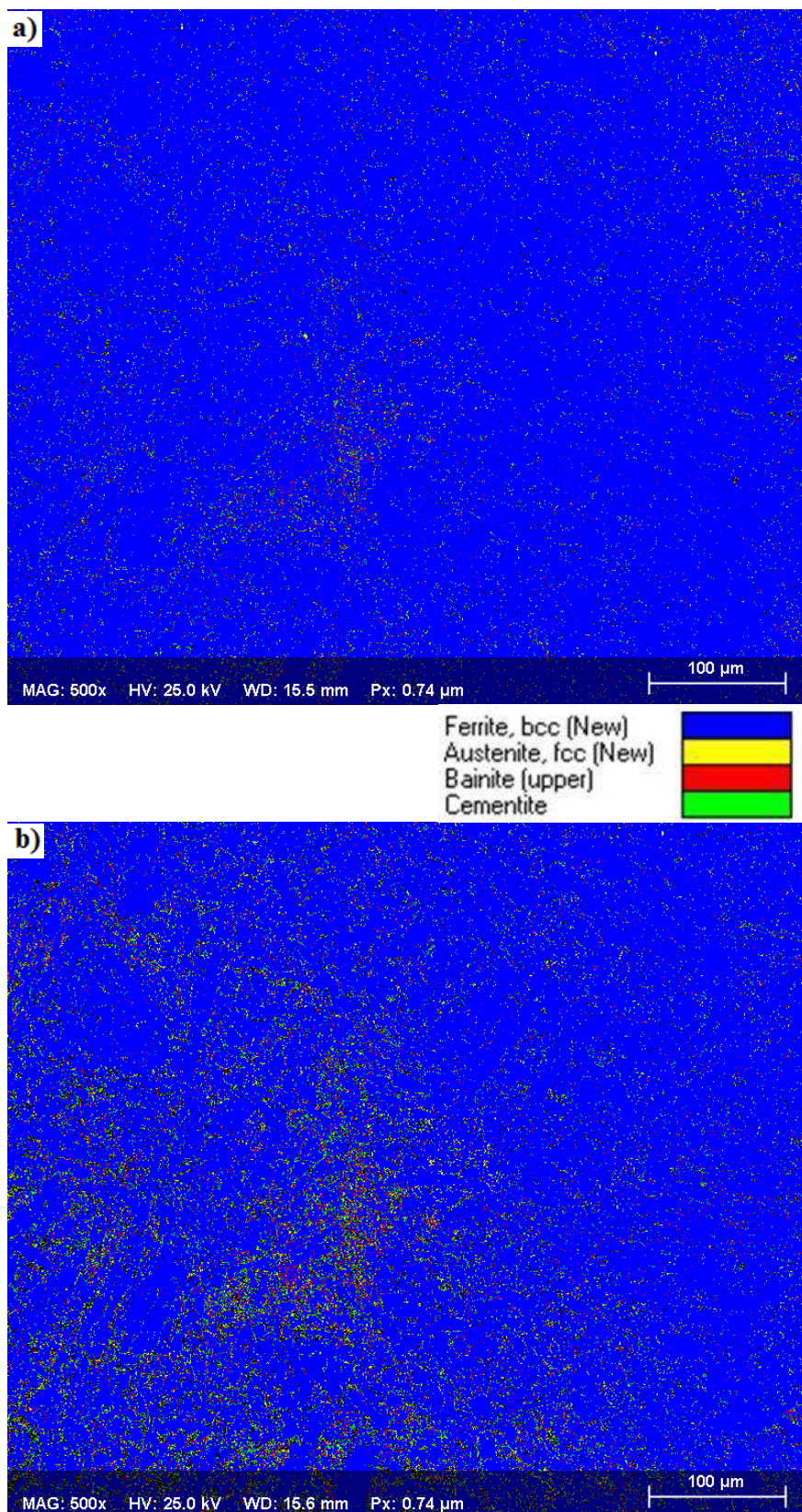


Figura 4. 18. Mapas de fases por EBSD ao passar o tempo. (a) 1º dia de análise, (b) 4º dia de análise. EBSD com magnitude de 500X.

Tabela 4. 1. Porcentagem das fases da região analisada na Fig. 4.18 ao passar o tempo, depois da simulação termomecânica.

<b>Dia</b>	<b>Ferrita (%)</b>	<b>Austenita (%)</b>	<b>Bainita (superior) (%)</b>	<b>Cementita (%)</b>	<b>Zero Solutions (%)</b>
1	95.2	0.977	1.16	1.293	1.37
2	95	1.04	1.17	1.31	1.48
3	95	1.098	1.20	1.322	1.38
4	86.2	2.42	3.09	3.74	4.55

Os zero solutions são padrões não indexados. Estes padrões podem ser de microestruturas ou microconstituintes que não foram indexadas no momento do análise. Esta não indexação pode ser devido a que a dimensão das microestruturas apresenta menores dimensões que o tamanho de passo de pixel colocado antes de iniciar a varredura com EBSD. Nosso caso o tamanho de passo, para todos os análises, foi de 0,72 $\mu$ m. A maior precisão será obtida se o tamanho de passo é menor em relação ao tamanho de grão e quando o tamanho de passo incrementa, há uma grande probabilidade de perder grãos ou interceptos dos grãos, e a dimensão do tamanho de grão será maior que o tamanho de grão verdadeiro (HUMPHREYS, 2004). Segundo HUMPHREYS (2001) para obter uma precisão do 10% pelo menos 5 pixels por grão é necessário e para uma precisão de 5% um mínimo de 8 pixels por grão é requerido.

A resolução na direção ortogonal ( $\Lambda_p$ ) é três vezes maior que ( $\Lambda_A$ ) (Fig. 2.10), no entanto, quando se analisa uma amostra com pequenos grãos e subgrãos a resolução espacial efetiva é algumas vezes menor que  $\Lambda_p$  e os padrões de dois grãos se sobreporão, porem o software de aquisição pode satisfatoriamente, se há uma significante diferença de intensidade dos padrões, analisar os padrões mais intensos (HUMPHREYS, 2004). Pelo tanto a resolução espacial é o parâmetro mais importante para determinar se um grão fino pode ser analisado ou não, resolução que também dependera da qualidade dos padrões (HUMPHREYS, 2004).



### 4.3.2 Misorientação da ZAC<sub>S</sub>-GG-IC Simulada

Na Fig. 4.19 mostraremos os histogramas que nos oferecem a distribuição dos ângulos de misorientação (mudanças de orientação) de contornos de grão, ao passar os dias, depois de ter simulado o corpo de prova. Segundo RANDLE e ENGLER (2010) a misorientação é a diferença de orientação entre duas orientações individuais. Cabe salientar que a misorientação é um numero referencial e é uma misorientação com relação a alguma outra orientação, e que os contornos de grão são determinados como locais nos quais a misorientação escalar entre píxeis adjacentes é maior que alguns valores críticos (Brewer et al., 2009). Estes histogramas nos mostram a distribuição da misorientação entre dezenas de milhares de pares de pontos aleatoriamente escolhidos através de todo o mapa previamente obtido, ou seja, pontos não correlacionados (BRUKER NANO, 2012).

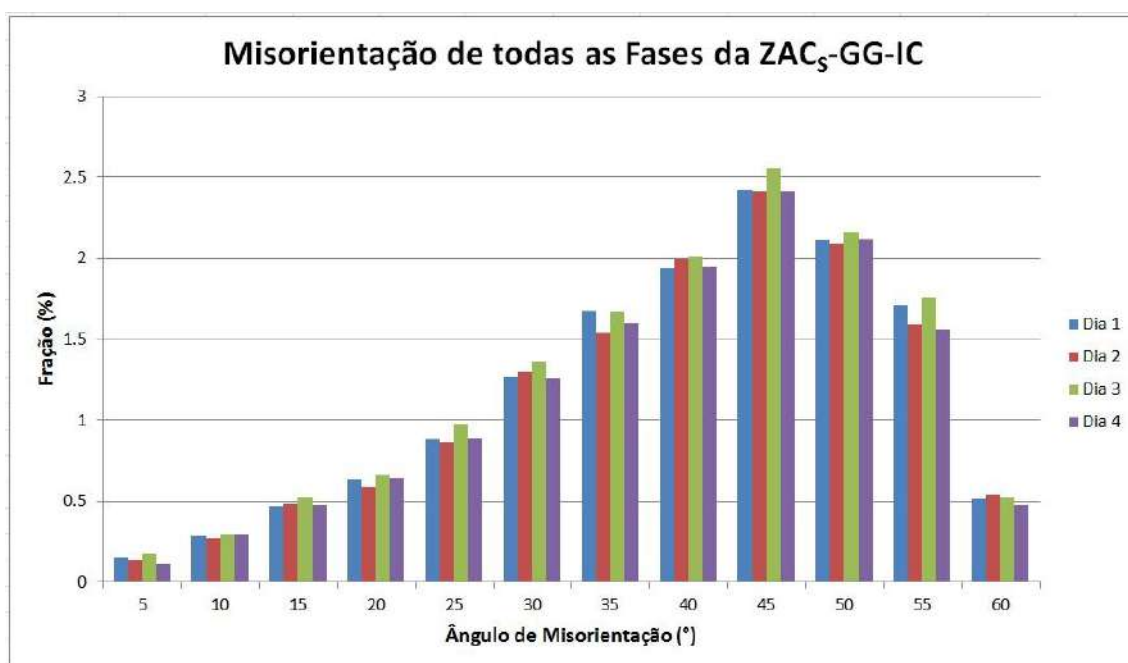


Figura 4. 19. Fração dos ângulos de misorientação de contorno de grão, de todas as fases da microestrutura (ferrita, austenita, bainita e cementita) de uma ZAC<sub>S</sub>-GG-IC, ao passar o tempo depois de simulado termomecanicamente. EBSD com magnitude de 500X.

A Fig. 4.19 representa a misorientação de contorno de grão de todas as fases ao passar o tempo, depois de duas horas de haver simulado a amostra com o equipamento Gleeble® 3800. Neste histograma podemos observar pequenas

mudanças na fração dos diferentes ângulos de misorientação ao passar o tempo, também pode ser notado que a baixos ângulos, por exemplo, a 5° a fração é menor para todos os dias e aumenta para ângulos maiores.

#### **4.3.3 Mudança das Deformações da ZAC<sub>S</sub>-GG-IC**

Na Fig. 4.20 são apresentados os mapas de misorientação média de Kernel (KAM) que mostram a misorientação entre a orientação de um dado ponto e a orientação média de seus vizinhos (BRUKER NANO 2012). O KAM é projetado para mostrar mudanças de misorientação locais muito próximas. Isso faz do KAM a ferramenta perfeita para visualizar alta concentração de discordâncias e contornos de grão de baixo ângulo, já que baixos ângulos estão relacionados com as deformações. Uma observação feita por Brewer et al. (2009) menciona que os mapas de contorno de grão de baixo ângulo mostram a fonte local da misorientação, mas não seu efeito neto através do grão. A precisão da determinação da misorientação em um convencional EBSD é aproximadamente de 0.5° (GITHINJI D. N. et. al., 2014).

A misorientação média de Kernel diminui com a distância a partir da linha de fusão (MING. et. al., 2014; LU et. al., 2012a; LU. et. al. 2012b), assim as ZAC que chegam a temperaturas elevadas como 1350° apresentam elevado valor de KAM. Nossa ZAC<sub>S</sub>-GG-IC apresenta uma cor amarela por toda a matriz, como se observa na Fig. 4.20(a), que representa grande quantidade de concentração de deformação diminuindo para a Fig. 4.20(b), onde se pode observar uma região de cor azul.

O KAM é usado para estimar a deformação residual seguindo um padrão de cores, cores que vão desde azul a vermelho denotando mínima e máxima deformação residual. A misorientação por Kernel é representada de uma forma qualitativa (Fig. 4.21) obtida dos mapas da Fig. 4.20(a) e (b). Na gráfica da Fig. 4.21 apresenta-se a lenda da misorientação por Kernel da Fig. 4.20, a cor azul representa uma baixa mudança de orientação enquanto o vermelho representa a misorientação próxima da máxima escala (BRUKER NANO 2012). Na Fig. 4.21 observa-se uma mudança significativa da fração dos ângulos de misorientação desde o primeiro até o quarto dia. Esta figura descreve uma diminuição da fração de misorientação na faixa dos ângulos de 2 a 4 graus e aumentando a fração do ângulo de 1 grau. Segundo estes resultados, das Fig. 4.20 e 4.21, pode-se dizer que há uma diminuição na concentração das deformações no quarto dia.

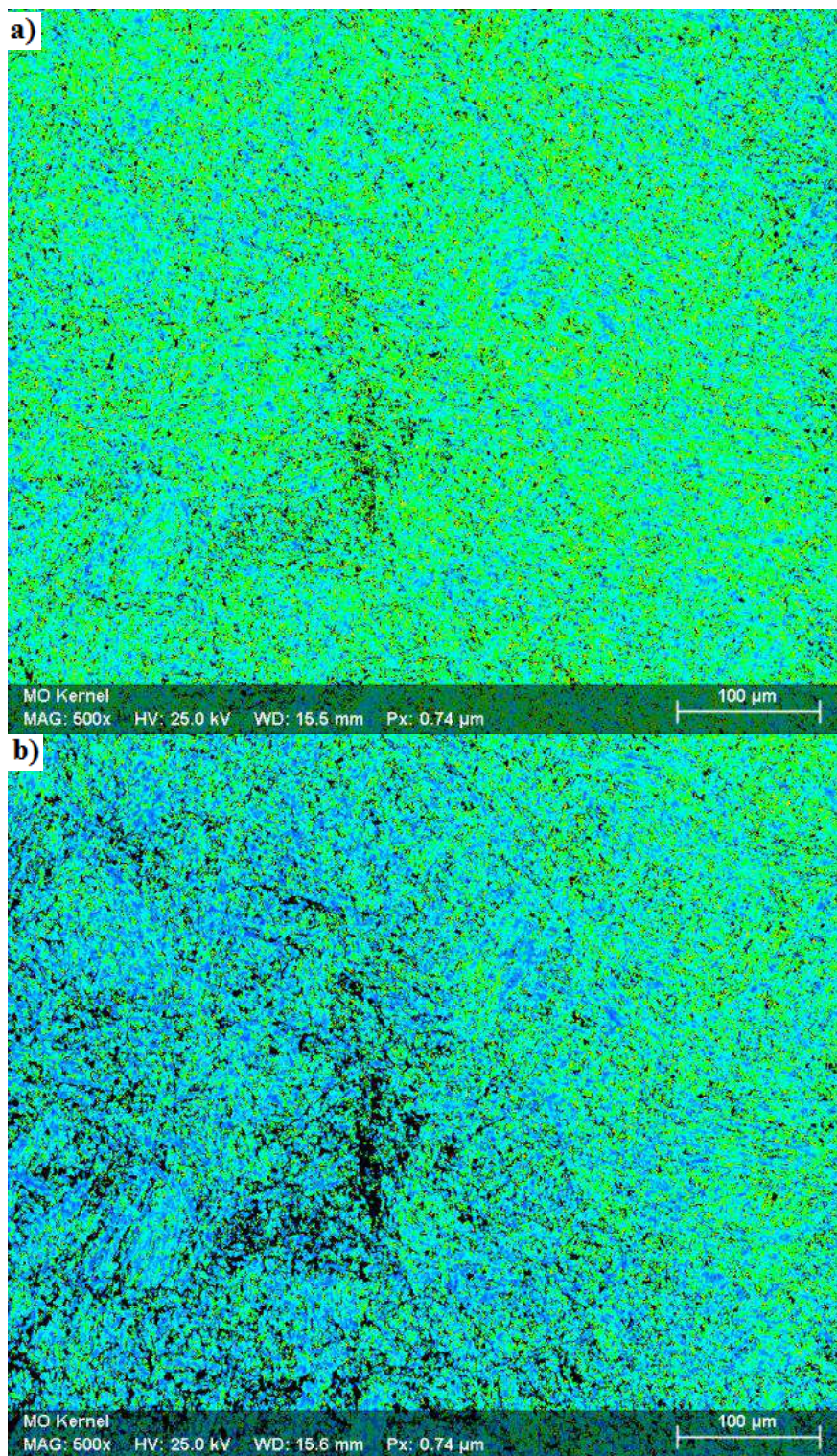


Figura 4. 20. Mapas da misorientação média de Kernel (KAM) para o (a) 1º dia de análise e (b) 4º dia de análise. EBSD com magnitude de 500X.



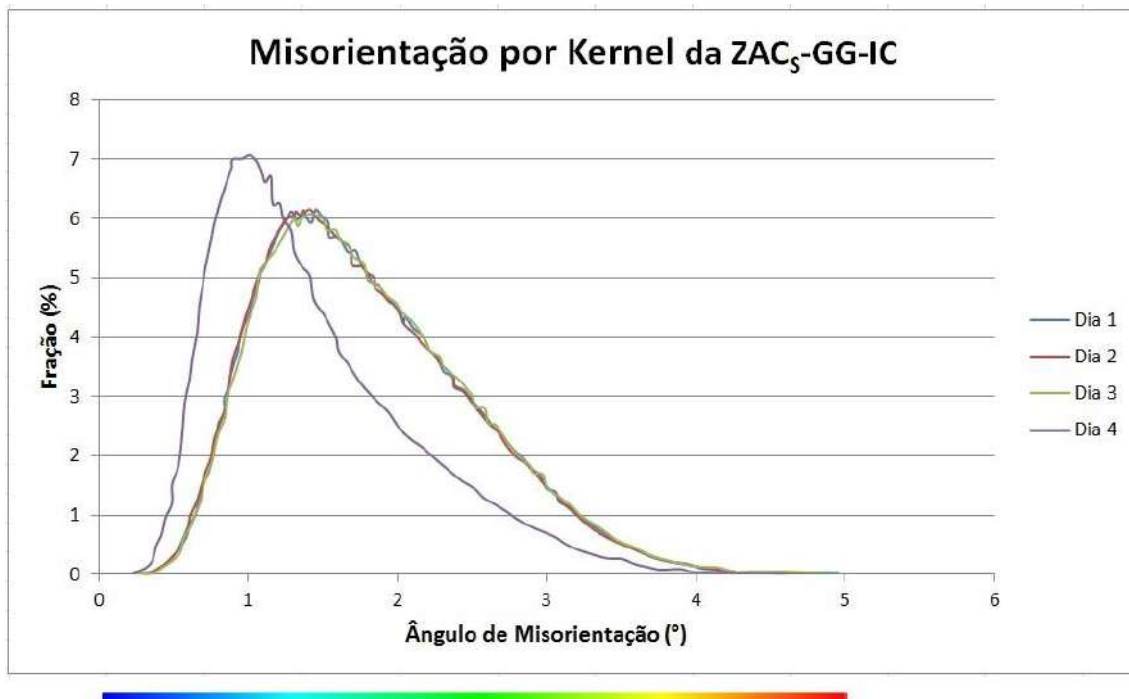


Figura 4. 21. Misorientação media de Kernel (KAM) da figura 5.20 para os 4 dias de análise, mostrando a mudança da fração dos ângulos de misorientação ao passar o tempo. EBSD com magnitude de 500X.

A Fig. 4.22 nos mostra os mapas de misorientação media do grão (GAM), estes mapas mostram a misorientação entre cada pixel de um grão e a orientação média de este grão. Esta é uma típica forma de mostrar as mudanças de orientação dentro do grão, e isso, é feito usando um padrão de cores, mostrados na Fig. 4.23, onde a cor azul representa uma baixa mudança de orientação enquanto o vermelho representa a misorientação próxima da máxima escala (BRUKER NANO 2012). Segundo HOU, J. et. al. (2010) regiões perto da zona fundida, como as de grão grosseiro, apresentam grandes valores de GAM.

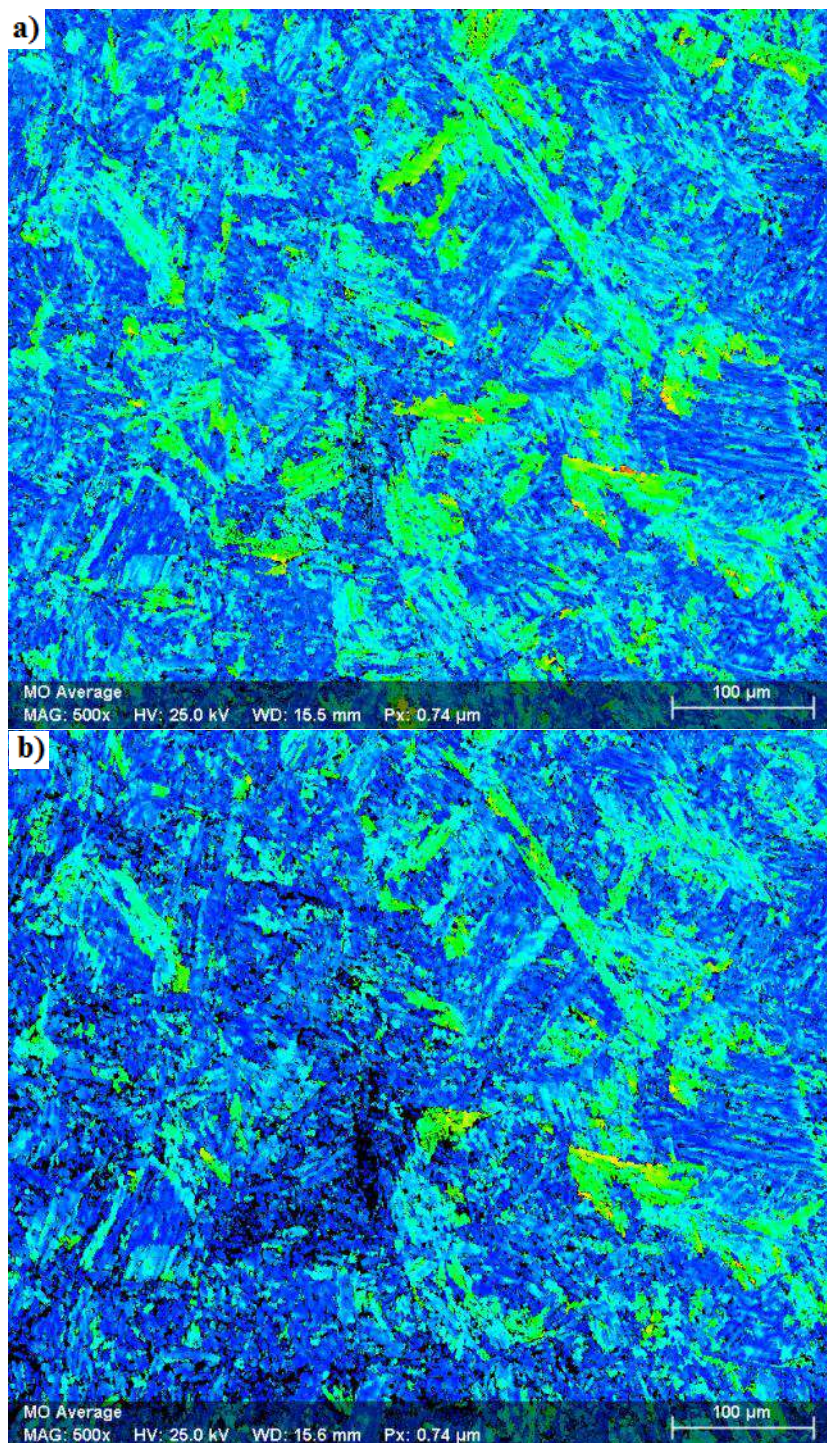


Figura 4. 22. Mapas de misorientação media de grão (GAM) para (a) 1º dia de análise e (b) 4º dia de análise. EBSD com magnitude de 500X.

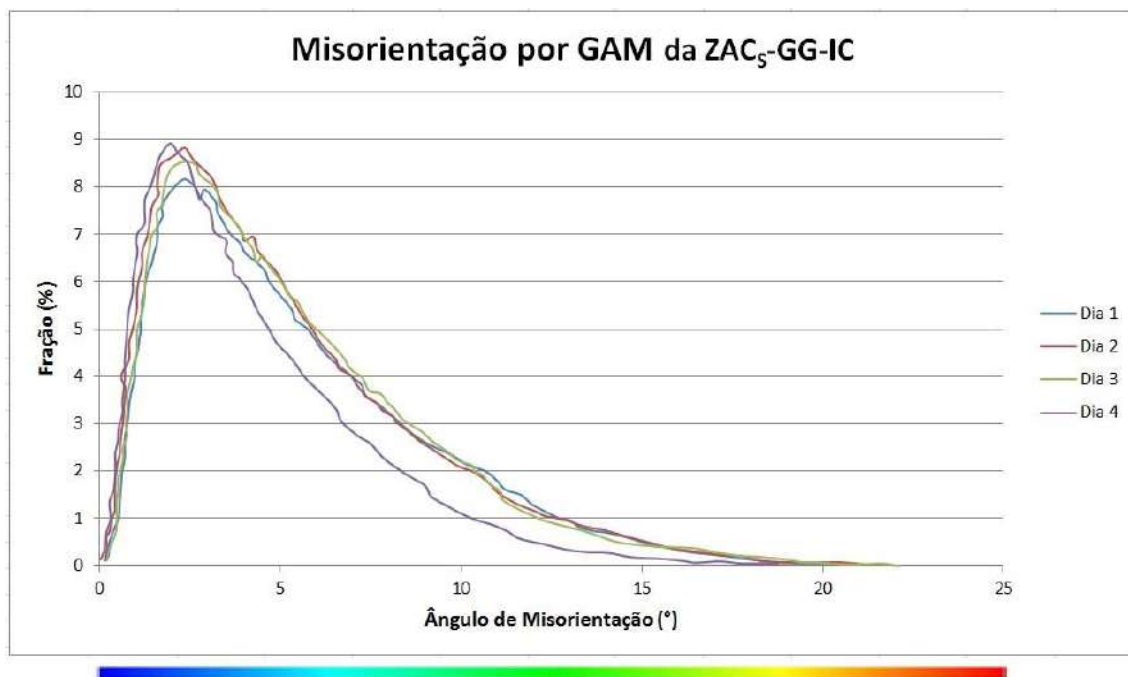


Figura 4. 23. Misorientação media do grão (GAM) ou MO Average da figura 4.22 para os 4 dias de análise, mostrando a mudança da fração dos ângulos de misorientação ao passar o tempo. EBSD com magnitude de 500X.

Podemos notar que algumas regiões (alguns grãos) da Fig. 4.22 apresentam maior concentração de deformações (cor amarela). Comparando as Fig. 4.22(a) e (b) observa-se que há uma variação da cor amarela, desde o primeiro dia de análise para o quarto dia de análise, em algumas regiões da microestrutura. Na Fig. 4.23 observamos que no quarto dia tem uma diminuição significativa da fração dos ângulos de misorientação que estão na faixa de 4 a 20°. Do descrito anteriormente pode-se dizer que há uma diminuição das deformações dentro de alguns grãos ao passar o tempo depois de simulada a ZAC<sub>5</sub>-GG-IC.

#### 4.4 EBSD DA ZAC<sub>5</sub>-GG-IC SIMULADA AO PASSAR O TEMPO COM AMPLIFICAÇÃO DE 2000X

##### 4.4.1 Microestrutura da ZAC<sub>5</sub>-GG-IC

Depois de observar essas mudanças na misorientação, na microestrutura e na concentração das deformações (item 4.3), realizaram-se outras análises com amplificação maior para comprovar estes fenômenos de mudanças através do tempo.



Na Fig. 4.24 se obteve o IPF da microestrutura simulada com dois ciclos térmicos máximos de 1350-800°C. Na Fig. 4.24(a) a ferrita apresenta-se de cor azul quando o eixo Y da amostra é paralelo à direção cristalográfica  $\langle 111 \rangle$  de esta fase, segundo os padrões de cores dos triângulos estereográficos da Fig. 4.16(b). No mapa da Fig. 4.24(a), como no mapa da Fig. 4.16(a), os zero solutions (pontos não indexados) foram removidos por substituição, com a opção de análise “outlier removal” que apresenta o software do EBSD.

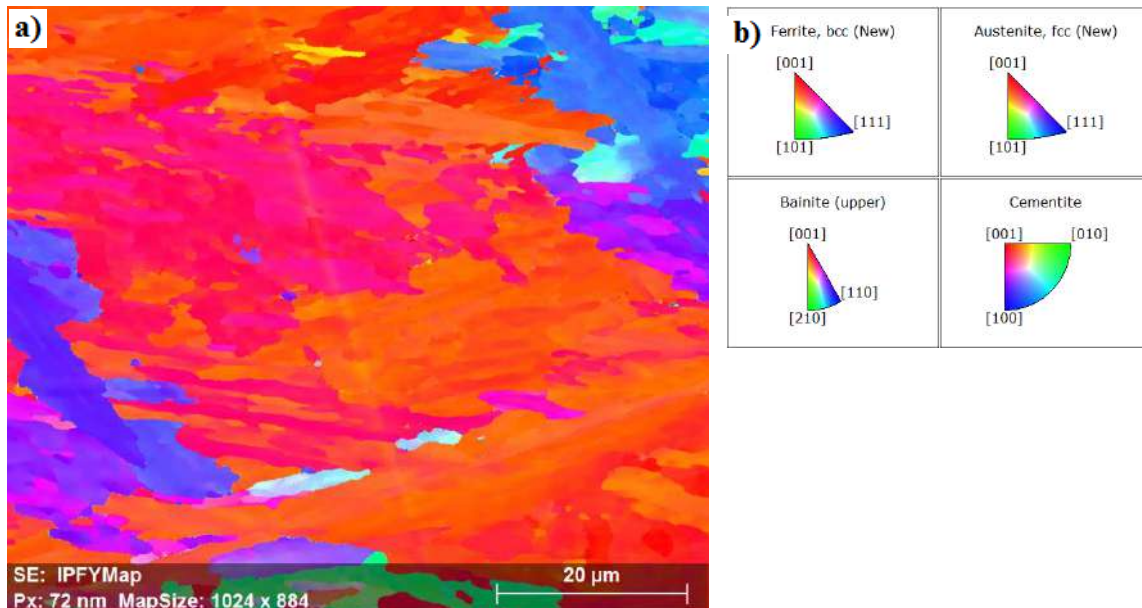


Figura 4. 24. Figuras de Polo Inverso (IPF) de uma zona afetada pelo calor simulada termomecanicamente, com temperaturas pico de 1350 e 800°C (ZAC<sub>S</sub>-GG-IC) (a) IPF normal ao eixo Y e (b) triângulos estereográficos que representam o padrão de cores segundo a orientação cristalográfica das fases. EBSD com magnitude de 2000X.

Na Fig. 4.25(a) observamos o mapa de padrão de qualidade (PQ) onde podemos notar linhas de cor escuras que representam os contornos de grão (contorno de alto ângulo) e de subgrão (contornos de baixo ângulo). A Fig. 4.25(b) mostra as microestruturas de cor branca que estão localizadas nos contornos de grão e subgrão, e como visto na Fig. 4.26 podem ser microestruturas como a austenita, bainita ou cementita, também podem ser microconstituintes como os MA que não podem ser identificados com EBSD. MA finos com comprimento de 25 μm delineiam as ripas de bainita (LAN et al. 2012).

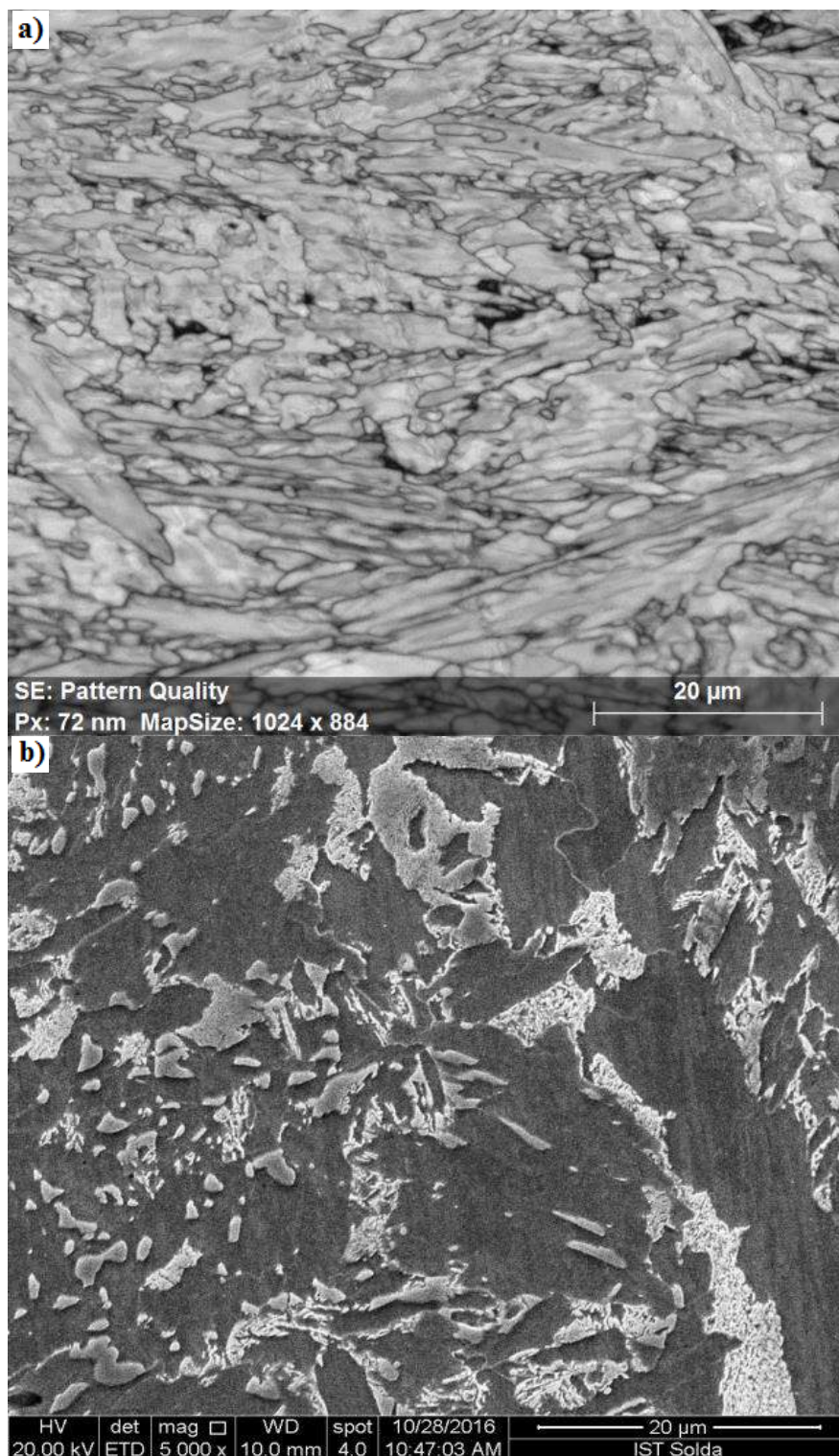


Figura 4. 25. Zona afetada pelo calor simulada termomecanicamente, com temperaturas pico de 1350 e 800°C (ZAC<sub>S</sub>-GG-IC). (a) Mapa de padrão de qualidade (PQ) EBSD a 2000X e (b) Micrografia obtida com MEV a 5000X.



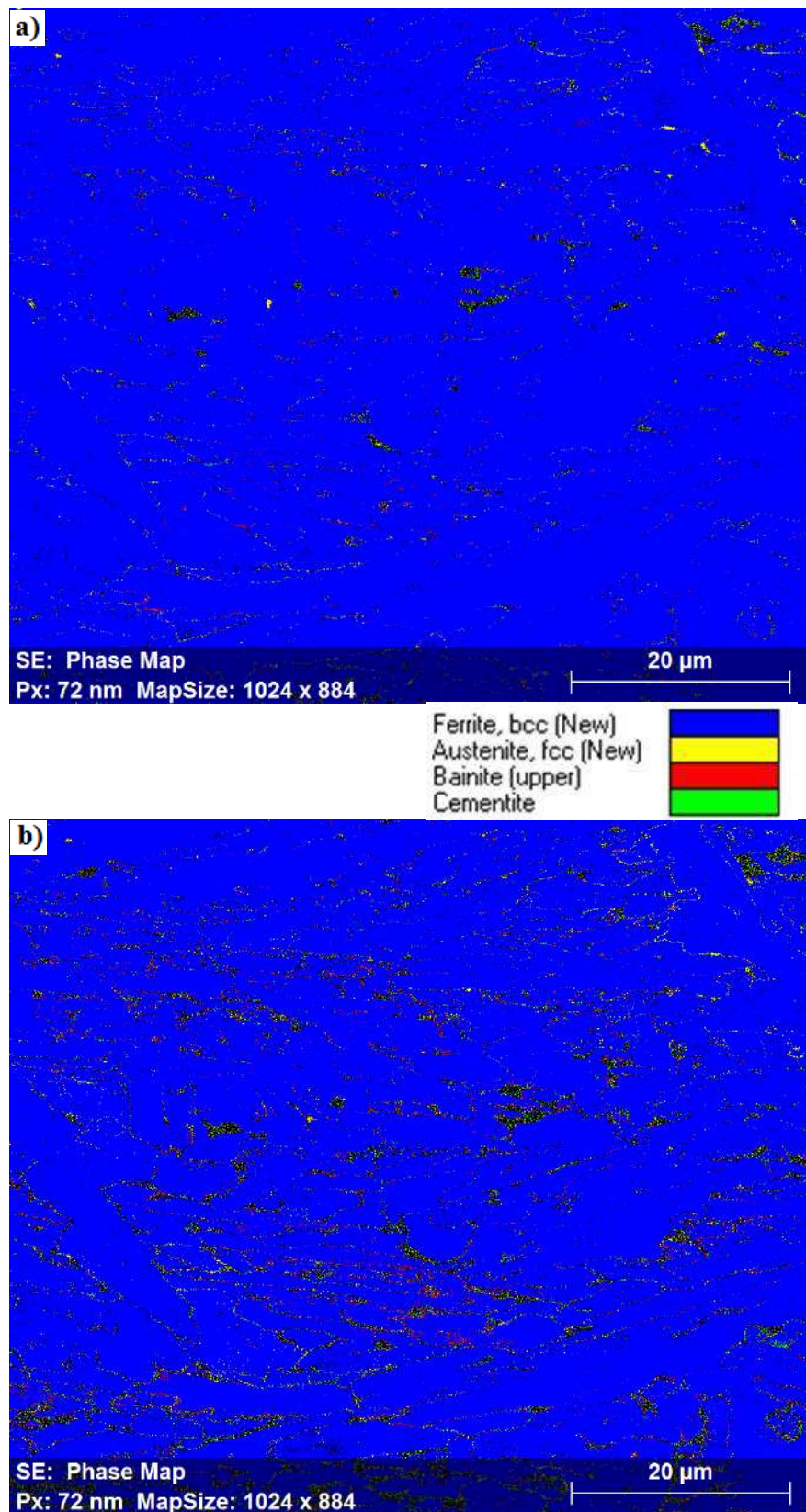


Figura 4. 26. Mapa de fases, obtidos ao passar o tempo após a simulação da zona afetada pelo calor (a) 1º dia de análise, (b) 7º dia de análise, as fases são diferenciadas pelas cores mostradas. EBSD com magnitude de 2000X.

Tabela 4. 2. Percentagem das fases obtidas com a técnica de EBSD.

<b>Dia</b>	<b>Ferrita (%)</b>	<b>Austenita (%)</b>	<b>Bainita (superior) (%)</b>	<b>Cementita (%)</b>	<b>Zero Solutions (%)</b>
1	96.5	0.400	0.64	0.360	2.10
4	94.7	0.621	0.97	0.639	3.07
7	90.6	0.940	1.81	1.25	5.4

Na Fig. 4.26 mostram-se os mapas de fases da ZAC<sub>S</sub>-GG-IC e na Tab. 4.2 apresentam-se as fases em percentual obtidas por EBSD. A Fig. 4.26 e a Tab. 4.2 estão relacionadas, já que, pode-se notar que nas figuras de mapa de fases, ao passar os dias, surgem microestruturas de cor amarelo (austenita), verde (cementita) e vermelho (bainita). Na Tab. 4.2 nota-se que há uma diminuição da ferrita e o contrário ocorre com a austenita a bainita, a cementita e os zero solutions, desde o primeiro até o último análise.

#### 4.4.2 Misorientação da ZAC<sub>S</sub>-GG-IC Simulada

Observa-se que há uma mudança da fração de misorientação para cada ângulo apresentado na gráfica desde o primeiro dia de análise até o sétimo dia de análise. Uma diminuição da fração dos baixos ângulos de misorientação, desde 5 a 15 graus, é observada na Fig. 4.27. Para altos ângulos um aumento é observado desde 20 até 45 graus de misorientação e depois uma diminuição desde 50 a 60 graus. Esta observação é comparada com os resultados obtidos no item 4.1, onde as tensões residuais da ZAC<sub>S</sub>-GG-IC medidas com o equipamento RAYSTRESS durante os primeiros sete dias apresentam uma diminuição do seu valor absoluto, já que, as tensões de compressão vão desde 195MPa até 112Mpa.

Pode-se notar na Fig. 4.27 que há maior quantidade de baixos ângulos (2 até 15 graus) do que altos ângulos, estes baixos ângulos de misorientação estão relacionados com a deformação (tensão no contorno de grão) da microestrutura. Regiões com elevada concentração de contornos de baixo ângulo nos indicam que a área apresenta elevada concentração de densidade de GNDs (WRIGHT et al., 2011). COSTA *et al.* (2007), utilizando um aço ASTM A106 Gr B, encontraram uma relação entre os ângulos de misorientação e as tensões residuais de soldagem. Eles observaram que altos níveis de tensões residuais estão relacionados com uma maior porcentagem de baixos ângulos de misorientação e o contrário acontece para altos

ângulos de misorientação. WINNING (2006) observou que, uma amostra de alumínio recozida e tensionada com 10Mpa, apresentou uma distribuição de misorientação de contorno com grande fração de grãos de baixo ângulo, as amostras recozidas sem nenhuma tensão aplicada ou tensões de 0,035 Mpa foram recristalizadas e apresentaram grande fração de contornos de grão de alto ângulo.

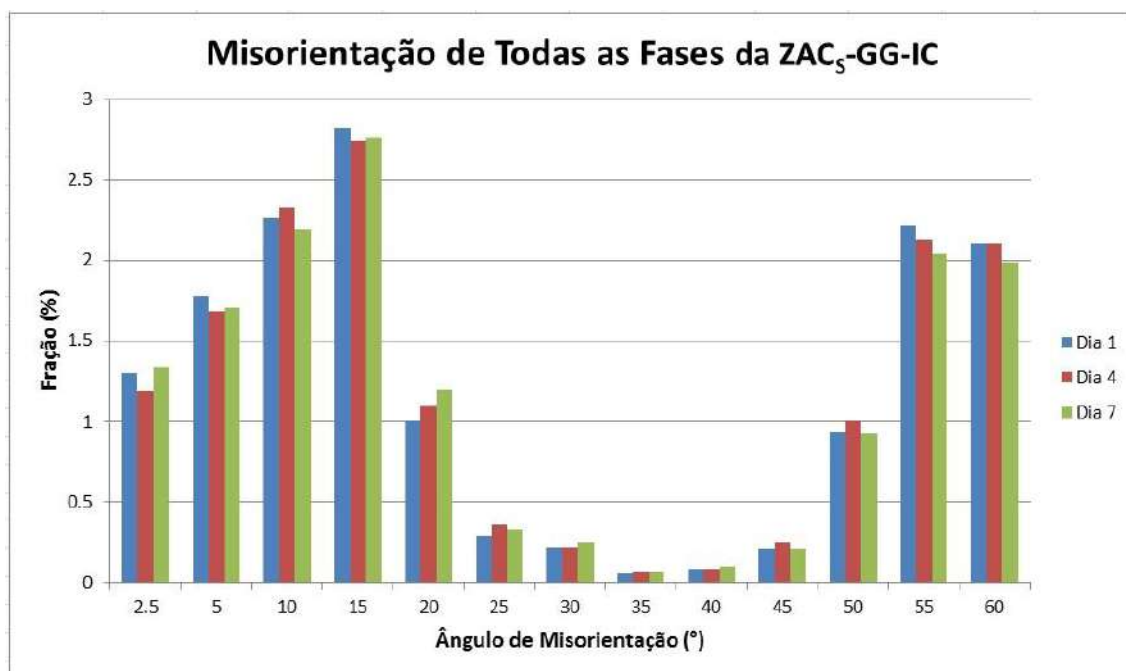


Figura 4. 27. Fração dos ângulos de misorientação de contorno de grão, de todas as fases da microestrutura (ferrita, austenita, bainita e cementita) de uma ZAC<sub>s</sub>-GG-IC, ao passar o tempo depois de simulado termomecanicamente. EBSD com magnitude de 2000X.

No trabalho de MOEINIFAR (2011) simularam-se amostras com dois ciclos térmicos, obtendo-se zonas afetadas pelo calor reaquecidas inter-criticamente, para todas as amostras obteve-se maior fração de misorientação de contornos de grão de baixo ângulo (ângulos de 5, 10 e 15 graus) e pouca quantidade de fração de contornos de grão de alto ângulo (ângulos de 55 e 60 graus). A distribuição dos contornos de grão é de especial interesse, já que certas propriedades mecânicas dos materiais policristalinos dependem da natureza da distribuição destes contornos (WINNING, 2006).

Na Fig. 4.28 se apresenta o histograma dos ângulos de misorientação da fase ferrítica. Este histograma apresenta a mesma tendência que o histograma da Fig. 4.27, que junta a misorientação de todas as fases. Esta similitude é observada, já que, a fase ferrítica ocupa quase a totalidade da microestrutura do aço, um 96.5% para o primeiro dia de análise e um 90.5% no último dia de análise (Tab. 4.2). Também se

pode observar que há uma mudança na fração da misorientação dos contornos de grão para cada ângulo da gráfica ao passar o tempo. Uma diminuição desde 2.5 até 15 graus, depois um aumento desde 20 até 50 graus e finalmente uma diminuição em 55 e 60 graus são observados para a fração da misorientação dos contornos de grão da fase ferrítica. A maioria da fração dos ângulos de misorientação pertencem a ângulos de baixo ângulo desde 2 até 15 graus que nos indica que há presença de tensões residuais em nossa área afetada pelo calor (ZAC<sub>S</sub>-GG-IC) relacionadas a contornos de grão da fase ferrítica, segundo trabalhos realizados por outros autores anteriormente.

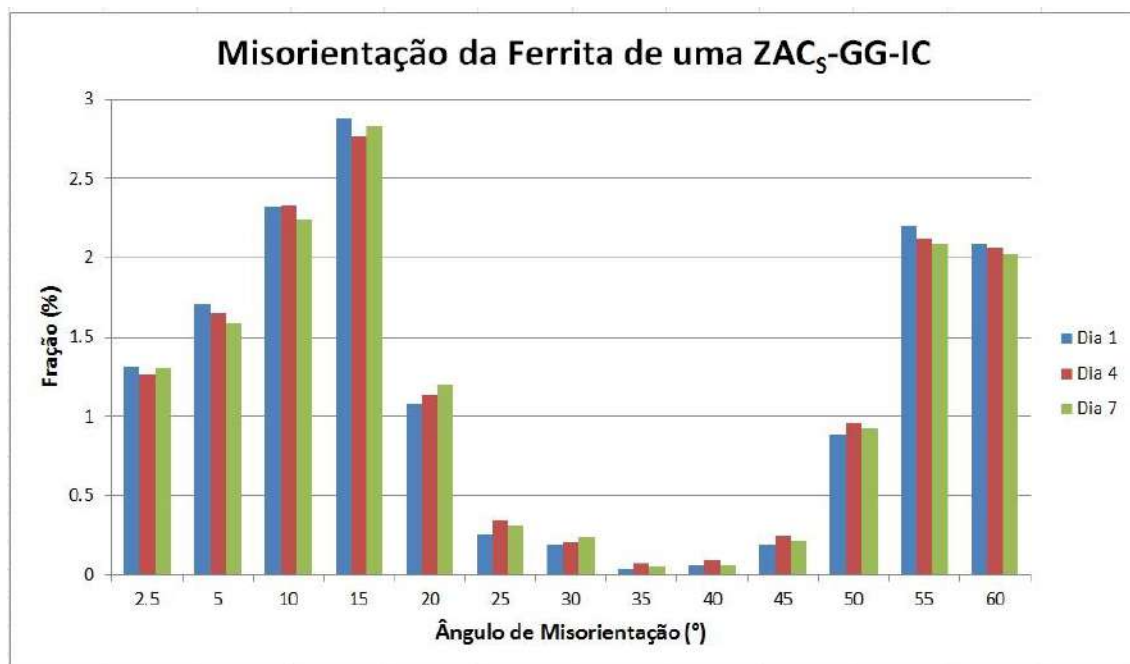


Figura 4. 28. Fração dos ângulos de misorientação de contorno de grão, da fase ferrítica de uma ZAC<sub>S</sub>-GG-IC, ao passar o tempo depois de simulado termomecanicamente. EBSD com magnitude de 2000X.

A misorientação dos contornos de grão da fase austenítica também apresentam mudanças ao passar o tempo, aumento da fração é observado em quase todos os ângulos que vão desde 2.5 até 60 graus a exceção dos ângulos de 40 e 45 graus. Há baixa quantidade de contornos de baixo ângulo em comparação com os contornos de alto ângulo e provavelmente esta fase não contribui muito na geração de tensões acumuladas da ZAC<sub>S</sub>-GG-IC. O mais ressaltante da Fig. 4.29 é a grande queda da fração do ângulo de misorientação em 45 graus, uma diminuição da fração de misorientação de 9% no primeiro dia até 2.4% no último dia de análise é apresentada.



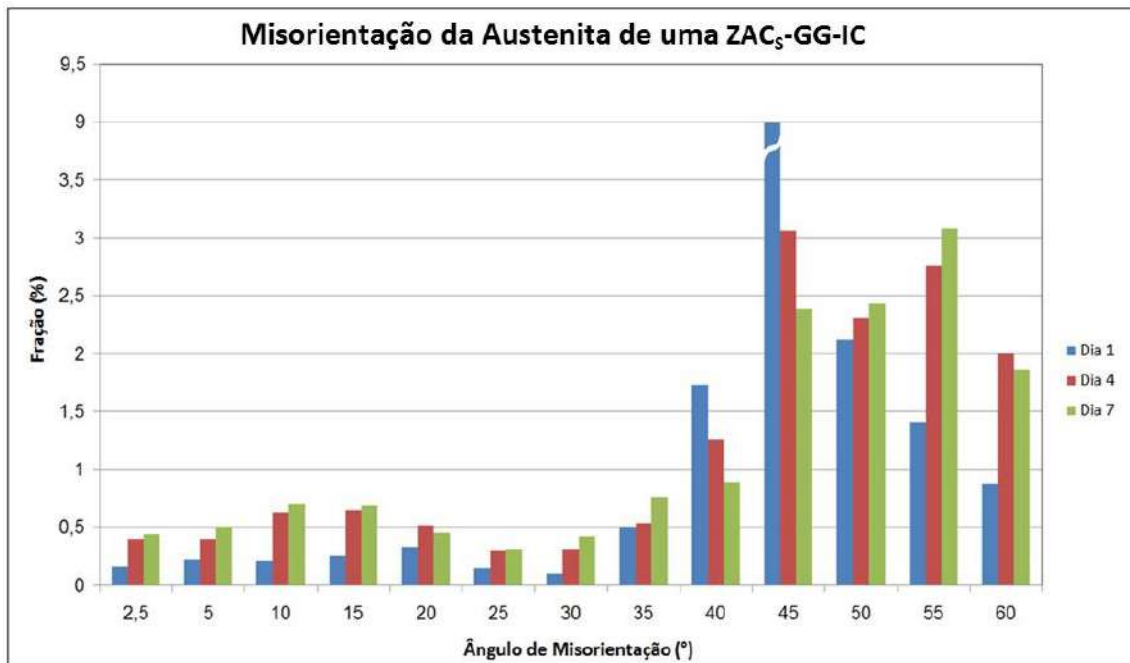


Figura 4. 29. Fração dos ângulos de misorientação de contorno de grão, da fase austenítica de uma ZAC<sub>S</sub>-GG-IC, ao passar o tempo depois de simulado termomecanicamente. EBSD com magnitude de 2000X.

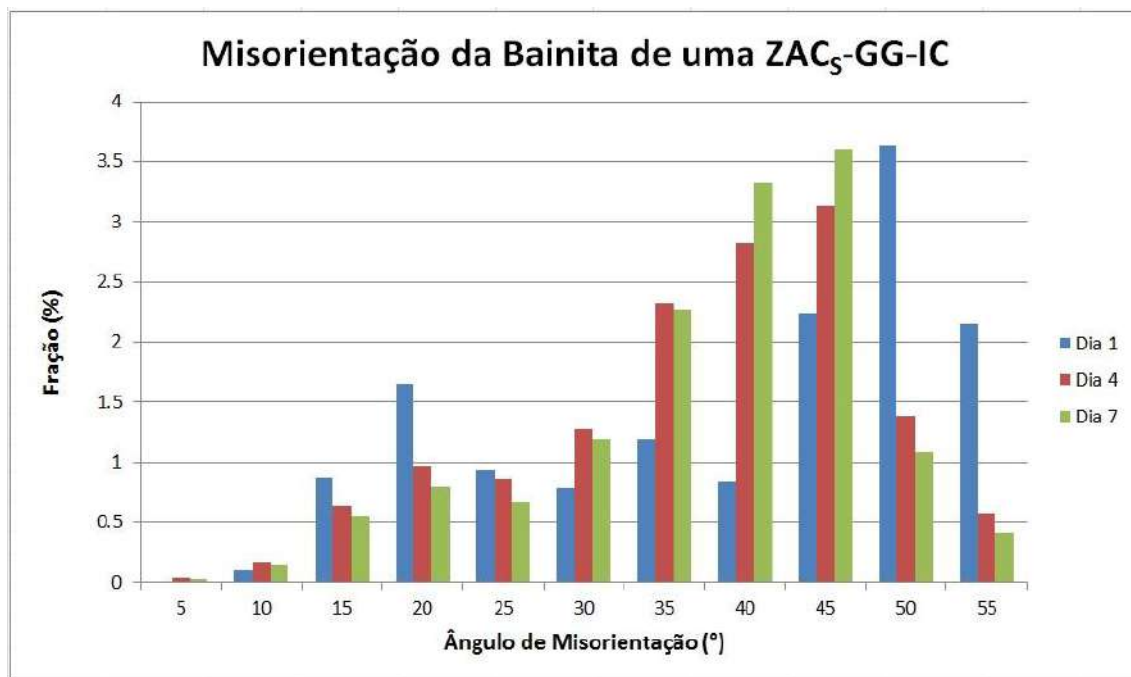


Figura 4. 30. Fração dos ângulos de misorientação de contorno de grão, da fase bainítica de uma ZAC<sub>S</sub>-GG-IC, ao passar o tempo depois de simulado termomecanicamente. EBSD com magnitude de 2000X.

Para a fase bainítica o histograma da Fig. 4.30 também apresenta mudanças de orientação ao passar o tempo de análise. Para ângulos de 15, 20, 25, 50 e 55 graus há uma diminuição da fração dos ângulos de misorientação e para ângulos de 30 até 45 graus há um grande aumento da fração dos ângulos. Esta fase não apresenta muita fração de misorientação de baixos ângulos de 1 até 10 graus.

No caso da cementita, para ângulos de 35, 40 e 45 graus há uma grande diminuição da fração da misorientação do primeiro até o último dia de análise, já para ângulos de 15 até 30 e de 50 a 55 graus ocorre um aumento da fração dos ângulos (Fig. 4.31). A fração de misorientação para baixos ângulos da cementita é quase nula, apresentando maior fração de misorientação de alto ângulo a partir de 25 graus.

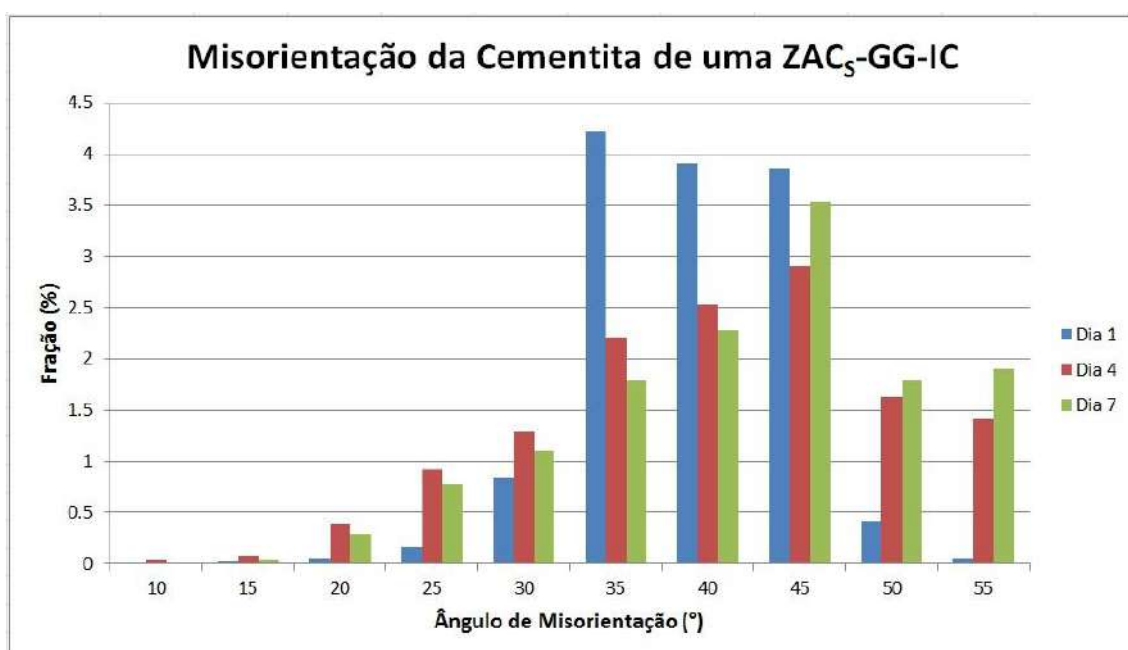


Figura 4. 31. Fração dos ângulos de misorientação de contorno de grão, da fase cementita de uma ZAC<sub>s</sub>-GG-IC, ao passar o tempo depois de simulado termomecanicamente. EBSD com magnitude de 2000X.

Um resumo da mudança da fração dos ângulos de misorientação dos diferentes dias de análise é dado na Tab. 4.3. Aqui “+” nos indica incremento e “-” nos indica diminuição da fração dos ângulos de misorientação desde o primeiro até o sétimo dia. O símbolo “o” nos da ausência da fração por comparação.

A tendência da mudança da fração dos ângulos de misorientação segue a fase ferrítica. Só para 2.5 e 50 graus esta tendência é um tanto diferente, assim é observado um incremento na fração dos ângulos da austenita e diminuição da fração da bainita. Para as outras fases mudanças apresentam compatibilidade com a esperada tendência nos intervalos de 5 a 45 graus.

Contornos de grão da ferrita acicular (AF) com similar misorientação são, maiormente de baixo ângulo (5 a 15 graus), enquanto aqueles com diferente orientação são principalmente de alto ângulo de 15 graus a mais (BRAMFITT, SPEER, 1990; KOO *et. al.*, 2004). Ferrita poligonal (PF), bainita granular (GB) e bainita superior (UB) são principalmente de alto ângulo desde 15 graus a mais (SHIN *et. al.*, 2007). Contornos de grão entre finas AF e PF são também de alto ângulo, além disso, AFs que têm baixo ângulo de misorientação formam pacotes e estes pacotes apresentam misorientação de alto ângulo entre eles (SHIN *et. al.*, 2007).

Tabela 4. 3. Mudanças da fração dos ângulos de misorientação desde o primeiro até o sétimo dia de análise.

Fase	Angulo de Misorientação (°)												
	2.5	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60
<b>Ferrita</b>	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-
<b>Austenita</b>	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	+	+	+
<b>Bainita</b>	○	+	+	-	-	-	+	+	+	+	-	-	○
<b>Cementita</b>	○	○	○	+	+	+	+	-	-	-	+	+	○
<b>Fases Juntas</b>	+	-	-	-	+	+	+	+	+	+	-	-	-
<b>Esperado</b>	-	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+	+	+

Do explicado, neste item, se pode notar que a misorientação de contorno de grão teve grandes mudanças ao passar o tempo depois do corpo de prova ser simulado com o equipamento Gleeble®.

#### 4.4.3 Mudança das Deformações da ZAC<sub>s</sub>-GG-IC

A Fig. 4.32 mostra os mapas de misorientação media de Kernel (KAM) para as análises feitas depois de haver simulado a amostra com o equipamento Gleeble®. Pode-se observar que essa concentração de deformações esta localizada principalmente nos contornos de grão e subgrão. Em aumentos menores (Fig. 4.20 e 4.21) esta concentração de deformações esta distribuída na totalidade das imagens e não pode ser observado com claridade onde se localiza essa distribuição da concentração das deformações.

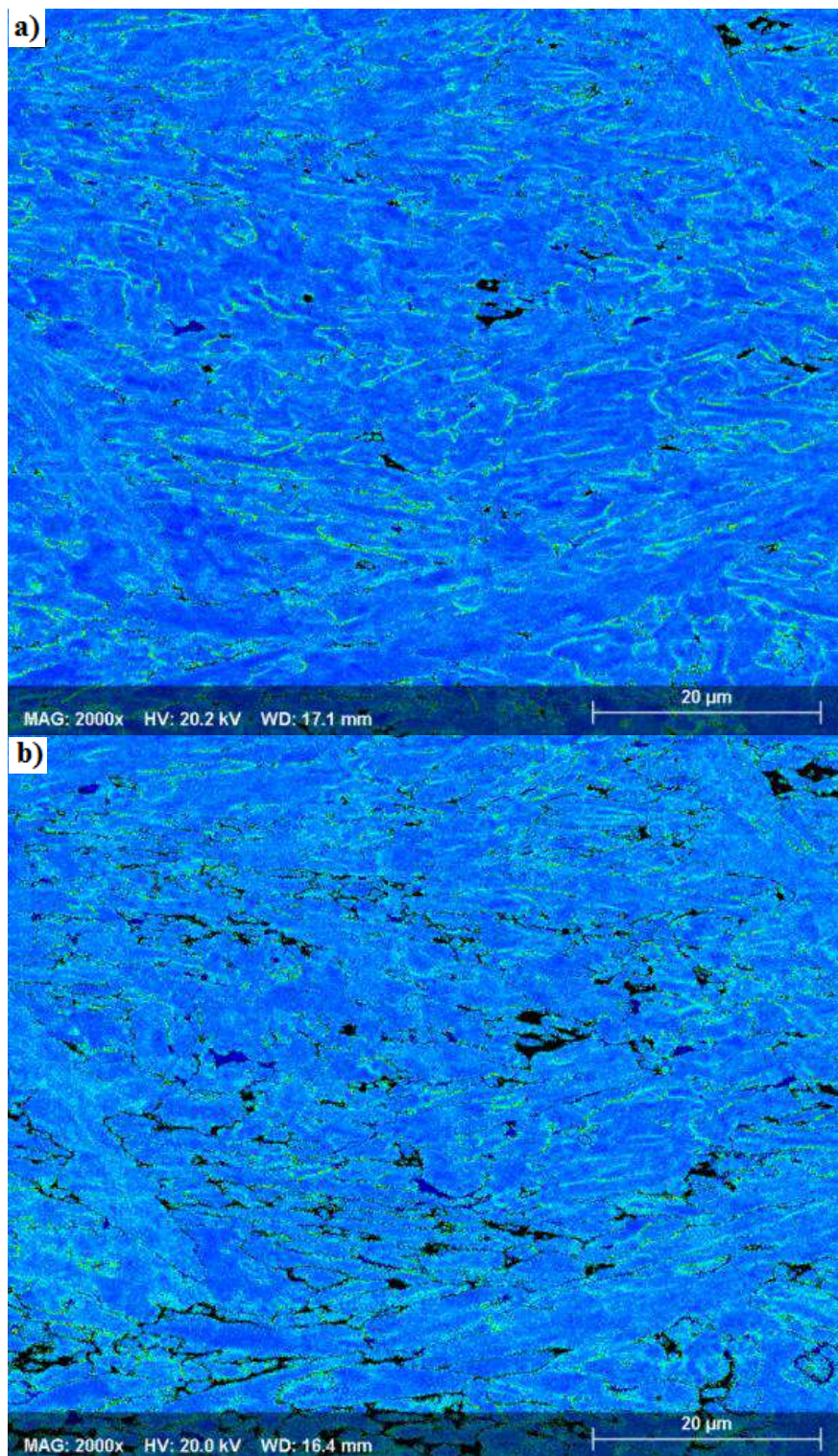


Figura 4. 32. Mapas da misorientação media de Kernel (KAM) para (a) 1º dia de análise e (b) 7º dia de análise. EBSD com magnitude de 2000X.

A Fig. 4.33 mostra a lenda dos mapas de Kernel numa escala de cores, a cor azul representa as baixas mudanças de misorientação enquanto a cor vermelha representa misorientações próximas ao máximo da escala. Nesta figura podemos



observar que a fração de misorientação em baixos ângulos de misorientação (cor azul) vai diminuindo e a misorientação em altos ângulos (cor amarela) aumenta ao passar os dias de análise, e estas gráficas vão se deslocando para maiores ângulos de misorientação desde o primeiro análise até o ultimo. Isso é interpretado como mudanças nas deformações ao passar os dias, já que, as discordâncias estão relacionadas com as deformações plásticas do material e localizam-se principalmente nas bordas de grão. Quando as discordâncias se formam no material, a deformação residual é manifestada como variação local da orientação da rede (WRIGHT et al., 2011).

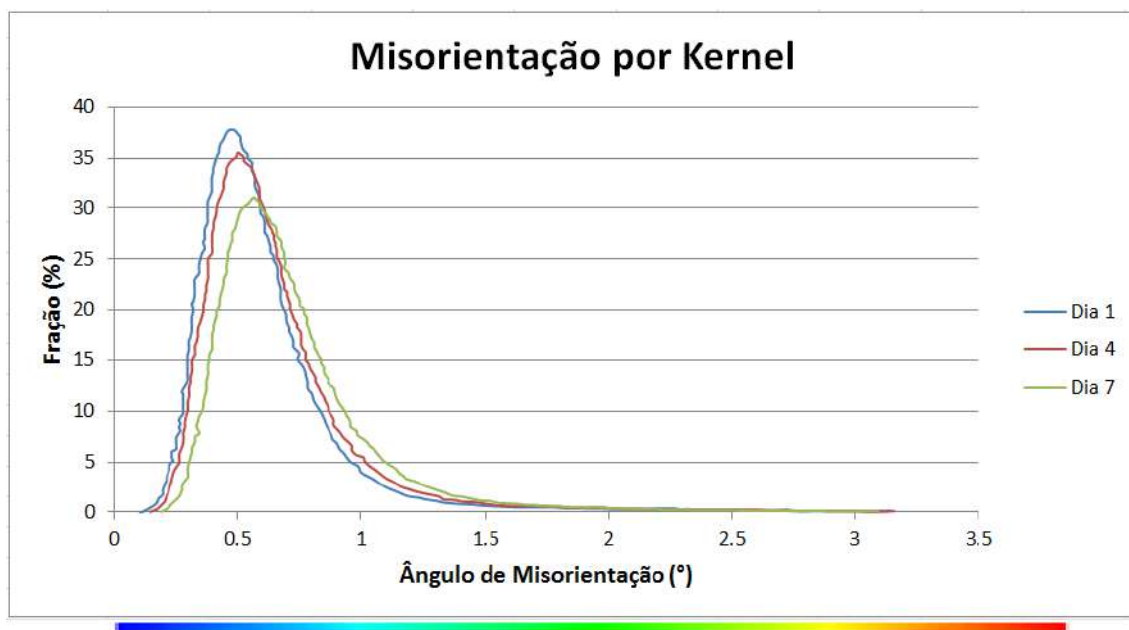


Figura 4. 33. Misorientação media de Kernel (KAM) da figura 4.32 para os 7 dias de análise, mostrando a mudança da fração dos ângulos de misorientação ao passar o tempo. EBSD com magnitude de 2000X.

ROLLET et al. (2012) analisaram as deformações com KAM-EBSD e simularam computacionalmente os resultados experimentais, eles observaram que os gradientes de orientação local se concentram principalmente nos contornos de grão e há uma forte correlação entre a existência de gradientes de orientação local e a presença de altos gradientes de tensão. Uma razão para a correlação é oferecida em termos da teoria de plasticidade cristalina. Segundo KAMAYA (2012) a tendência da misorientação local é localizar se nos contornos de grão e a magnitude da localização incrementa com a deformação plástica. GAUSS et al. (2016) mencionam que os mais altos valores, de energia elástica armazenada, encontrados em um aço inoxidável deformado estão localizados nas vizinhanças dos contornos de grão.

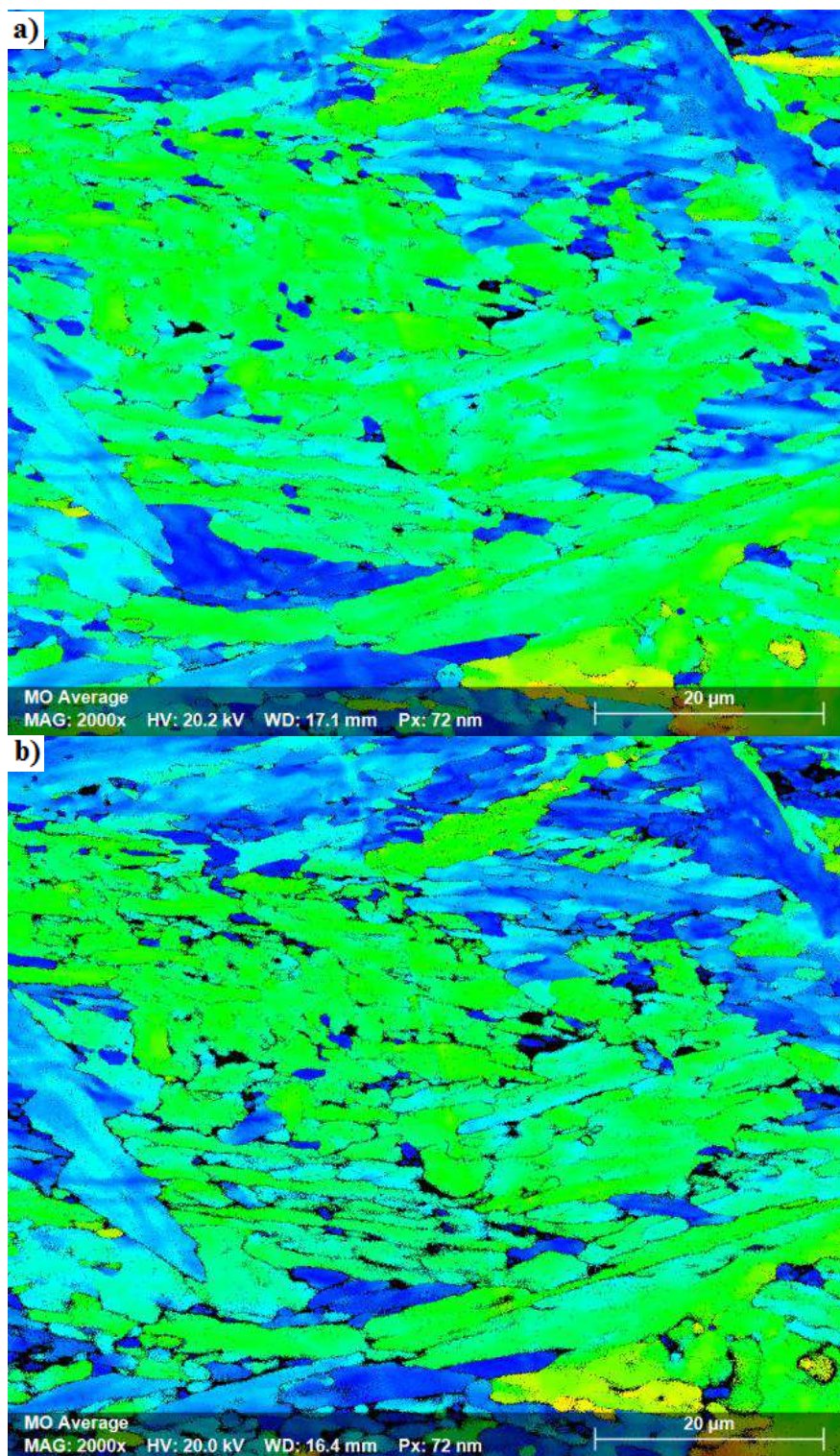


Figura 4. 34. Mapas de misorientação media de grão (GAM) para (a) 1º dia de análise e (b) 7º dia de análise. EBSD com magnitude de 2000X.

Segundo KUNDU e FIELD (2016) a introdução de GNDs assegura uma compatibilidade necessária próximo dos contornos de grão devido à natureza não homogênea da deformação plástica, assim, as GNDs são geradas para conectar a deformação de grãos individuais dentro dos policristais. Pelo tanto, estas GNDs geram



misorientações nos contornos de grão que são detectados por Kernel, e as regiões com mais alto valores de KAM coincide com as regiões de mais alta densidade de GNDs (KUNDU e FIELD, 2016).

Em aços dual phase, o tamanho do grão da ferrita, tamanho e distribuição da martensita e sua fração de volume influenciam o gradiente de orientação e a distribuição das GNDs (CALCAGNOTTO *et al.*, 2010a). CALCAGNOTTO *et al.* (2010b) mostraram que a densidade total de GNDs, que esta relacionada com a acomodação da deformação, incrementou com o incremento total da fração da martensita, a diminuição do volume do grão e o incremento da fração da martensita na vizinhança da ferrita.

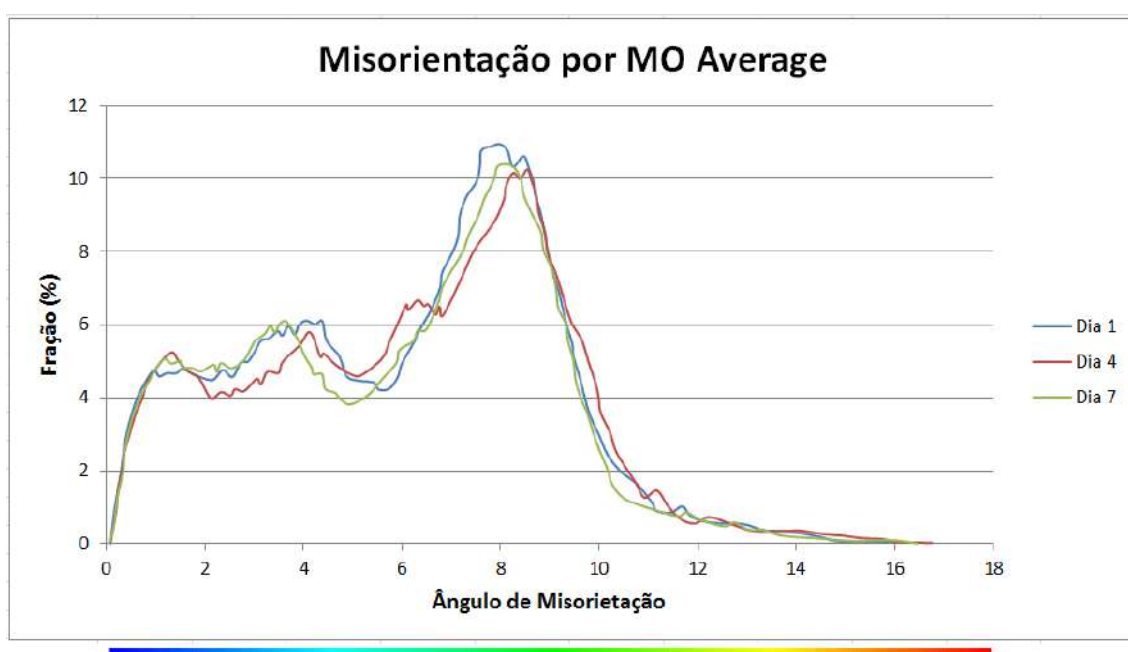


Figura 4. 35. Misorientação media do grão (GAM) ou MO Average da figura 4.34 para os 7 dias de análise, mostrando a mudança da fração dos ângulos de misorientação ao passar o tempo. EBSD com magnitude de 2000X.

Comparando as Fig. 4.20 e 4.21 com as Fig. 4.32 e 4.33 ambos análises a diferentes aumentos apresentam mudanças na concentração de deformações diminuindo, em 500X, e aumentando, em 2000X, respectivamente, porem o importante para nosso objetivo é essa mudança que se relaciona com as mudanças das tensões residuais obtidas com equipamento RAYSTRESS, na Fig. 4.1.

A Fig. 4.35 apresenta os resultados da misorientação media de grão (GAM), obtidos dos mapas da Fig. 4.34, observando se nesta gráfica uma mudança da fração dos ângulos de misorientação ao passar os sete dias de análise. A cor amarela indica um aumento da concentração de deformações dentro dos grãos, os grãos que

apresentam esta cor amarela podem ser observados na Fig. 4.34. Segundo isso, esta microestrutura apresenta uma grande quantidade de deformações na faixa de 7 até 15 graus de misorientação. Obtendo grande quantidade de fração de ângulos de misorientação em aproximadamente 8 graus, como se observa na Fig. 4.35.

## 5 CONCLUSÕES

### 5.1 SUMÁRIO

Mudanças nas tensões residuais de soldagem é um importante tópico de estudos na área naval e offshore, já que estas afetam as propriedades mecânicas das juntas soldadas, além de poder provocar falhas estruturais que afetam a integridade. Pesquisas relacionadas às tensões residuais de soldagem que se modificam ao longo do tempo, após o processo de soldagem, estão sendo realizadas no Laboratório de Tecnologia Submarina da COPPE/UFRJ. Este novo fenômeno, ainda pouco difundido na literatura científica, foi o motivo para a realização desta tese, buscando explicar como a microestrutura pode afetar o comportamento das tensões residuais pós-soldagem.

A pesquisa experimental da tese, como buscou evitar cortes nas soldas para obtenção de corpos de prova, utilizou o equipamento Gleeble® 3800 em aços ASTM DH36 para as simulações termomecânicas multipasse de zonas afetadas pelo calor. Medição das tensões residuais da zona afetada pelo calor (ZAC) simulada foi obtida com o equipamento RAYSTRESS, com o objetivo de comprovar que na zona afetada pelo calor simulada também houve mudanças das tensões residuais nas amostras do aço submetidas às simulações termomecânicas. Em seguida, as misorientações da estrutura cristalina da ZAC foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em combinação com a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Os resultados oriundas do equipamento RAYSTRESS e da técnica EBSD foram obtidos ao longo do tempo após as amostras serem submetidas à simulação termomecânica com equipamento Gleeble® 3800.

Além do equipamento RAYSTRESS, o Gleeble® 3800, o MEV FEI Quanta 450 e a técnica EBSD da Bruker, equipamentos como o espectrômetro de emissão óptica Foundry Master Pro da Oxford Instruments, o microscópio óptico Olympus GX51, a máquina de solda por resistência e MIG, máquina para polimento EcoMet®250/AutoMet®250 da Buehler, e o programa Thermocalc® versão 1 com base de dados TCFE foram usados para realizar a parte experimental da tese.

A técnica EBSD proporcionou resultados da misorientação de contorno de grão e distribuição das deformações na amostra com métodos de KERNEL e MO Average. Os resultados obtidos comprovam que houve mudanças nas tensões residuais, microestrutura, misorientação e deformação ao longo do tempo que se seguiu à simulação com o equipamento Gleeble® 3800, o que propicia o estabelecimento de correlação entre as mudanças das tensões residuais e a microestrutura da amostra.

## 5.2 CONCLUSÕES DA TESE

A redistribuição das tensões residuais, medidas com o equipamento RAYSTRESS, na zona afetada pelo calor simulada por dois passes (ZAC<sub>S</sub>-GG-IC), grão grosseiro (GC) e reaquescida intercriticamente (IC), foi observada nas primeiras duas semanas de medição, estabilizando-se posteriormente.

Mudanças da percentagem das fases, da zona afetada pelo calor simulada com dois passes (ZAC<sub>S</sub>-GG-IC), foram observadas desde o primeiro até o último dia de análise, com baixas e altas magnificações. No caso da ferrita, a percentagem foi decaindo, enquanto para a austenita, a bainita e a cementita as percentagens foram aumentando.

Mudanças da misorientação de contornos de grão foram observadas na zona afetada pelo calor. Histogramas da misorientação de contornos de grão de todas as fases juntas e da fase ferrítica apresentaram pequenas mudanças para os distintos ângulos de orientação. Para as fases como a austenita, a bainita e a cementita houve grandes mudanças da orientação especialmente em ângulos altos.

A concentração das deformações obtidas pelos métodos de Kernel e de GAM foi mudando com o tempo. No caso de Kernel, para baixas magnificações uma mudança significativa foi obtida no último dia de análise, e para maiores magnificações o decaimento das deformações desde o primeiro até o último dia de análise foi progressivo. O que indica que em maiores magnificações as deformações obtidas com este método apresentam um comportamento próximo do obtido com o método de raios-X. No caso do GAM, observou-se no último dia um decaimento mais significativo da concentração de deformações. Em maiores magnificações estas deformações mudam, porém não apresentam um padrão comportamental. Assim, pode-se dizer que os resultados obtidos por Kernel para maiores magnificações são as indicadas para observar as mudanças das deformações ao longo do tempo, podendo ser comparadas com as mudanças de observadas por meio de raios-X.

As tensões residuais, a misorientação de contornos de grão e a concentração das deformações apresentaram mudanças ao longo do tempo. Estas mudanças são indícios da correlação entre a variação das tensões residuais obtidas por raios-X e a variação das orientações cristalográficas obtidas com a técnica EBSD, que se baseia na misorientação dos padrões cristalográficos da microestrutura.

### 5.3 TRABALHOS FUTUROS

Tendo em vista a sofisticação dos equipamentos utilizados, recomenda-se que mais análises sejam realizadas para que se possa aprofundar no maior entendimento e potencial desses equipamentos. Em especial, a utilização da técnica EBSD para analisar as mudanças dos parâmetros ao longo do tempo, nas amostras submetidas à simulação termomecânica com o equipamento Gleeble®. As análises devem ser realizadas, preferencialmente, com grandes magnificações, visando melhor observar as mudanças da misorientação de contornos de grão da microestrutura. Para observar a concentração das deformações de toda a estrutura, recomenda-se o método Kernel, e para observar as deformações dentro do grão, o método de GAM.

Recomenda-se também o aprofundamento na observação da microestrutura com o microscópio eletrônico de varredura (MEV), ao longo de determinado período, de novas amostras simuladas com o equipamento Gleeble®. Os resultados das observações com MEV devem ser comparados com os resultados da microestrutura observada com a técnica EBSD para comprovar se há mudança microestrutural com o tempo. Outros tipos de aço de interesse da construção naval e offshore devem também merecer atenção, visando a busca de um entendimento mais abrangente sobre a variação das tensões residuais imediatamente após a conclusão do processo de soldagem e ao longo do tempo até a estabilização.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALAM, M. N.; BLACKMAN, N.; PASHLEY, D. W. High Angle Kikuchi Patterns. *Proceeding of The Royal Society A*, v. 221, p. 224-242, 1954.

ANDERSSON, B. A. B. Thermal Stresses in a Submerged Arc Welded Join Considering Phase Transformations. *Journal of Engineering Materials and Technology*, v. 100, p. 356-362, 1978.

ANDREWS, K. W. Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures. *Journal of the Iron and Steel Institute*. p.721-727, 1965.

BHADESHIA, H. K. D. H.; SVENSSON, L.-E.; GRETOFT, B. A Model for the Development of Microstructure in Low-Alloy Steel (Fe-Mn-Si-C) Weld Deposits. *Acta Metallurgical*, v. 33, p. 1271-1283, 1985.

BHADESHIA, H. K. D. H.; SVENSSON, L.-E. Modelling the Evolution of Microstructure in Steel Weld Metal. In: *Mathematical Modelling of Weld Phenomena*, Cerjak, H.; Easterling, K. E. (eds.), London, The Institute of Materials, p.109-182, 1993.

BHADESHIA, H. K. D. H. Possible Effects of Stress on Steel Weld Microstructures. In *Mathematical Modelling of Weld Phenomena 2*, Cerjak, H., London: The Institute of Materials, p. 71-118, 1995.

BHADESHIA, H.K.D.H. Materials Factors. In: *Handbook of Residual Stress and Steel Deformation*, Totten, G., Howes, M., Inoue, T. (eds.), Ohio, USA: ASM International, p. 3-10, 2002.

BHADESHIA H. K. D. H., Application of Phase Transformation Theory of Weld. *The POSCO lectures*, 16th . p.109-144, 2008.

BHADESHIA, H. K. D. H. Phase transformations contributing to the properties of modern steels. *Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences*, v. 58, n. 2, p. 255-265, 2010.

BORDÍN, S. F.; *et al.* EBSD spatial resolution for detecting sigma phase in steels. *Ultramicroscopy*, Available online 20 September 2016.

BOWEN, B. K.; TANNER, D. K. A Method for the Accurate Comparison of Lattice Parameters. *Journal of Applied Crystallography*, v. 28, p. 753-760, 1995.

BRAMFITT, B. L.; SPEER, J. G. A Perspective on the morphology of bainite. *Metallurgical Transaction A*, v. 21A, p. 817-829, 1990.

BRANDI, S. D. Transformação no estado sólido de aços-carbono. soldagem processo e metalurgia. Wainer, E.; Brandi, S. D.; Homem de Mello, F. D. (eds.), São Paulo: Edgard Blucher, p. 403-425, 1995.

BREWER, L. N.; FIELD, D. P.; MERRIMAN, C. C. Mapping and assessing plastic deformation using EBSD. In: *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Schwartz A. J.; Kumar M.; Adams B. L. & Field D. P (eds.), 2da ed., Springer Verlag US, p. 251-262, 2009.



BRUKER NANO GmbH. Quantax CrystAlign Fully-Integrated High-Performance EBSD Analysis System (User Manual). Berlin, Germany, 2012.

CALCAGNOTTO, M.; PONGE, D.; RAABE, D. Effect of grain refinement to 1\_μm on strength and toughness of dual-phase steels. *Materials Science and Engineering*, v. A 527, p. 7832–7840, 2010a.

CALCAGNOTTO, M.; PONGE, D. DEMIR, E.; RAABE, D. Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD. *Materials Science and Engineering*, v. A 527 p. 2738–2746, 2010b.

CASTELLO, X.; GUROCA, T.; ESTEFEN, S. Simulação das tensões residuais de chapas soldadas na construção naval. SOBENA 2008 – 22º Congresso Nacional de Transporte Aquaviário, Construção Naval e Offshore, FIRJAN – RJ, Rio de Janeiro, Outubro de 2008.

CHEN, Y. *et al.* Optimization of EBSD parameters for ultra-fast characterization. *Journal of Microscopy*, v. 245, p. 111–118, 2012a.

CHEN Yong-jun, HJELLEN, J.; ROVEN, H. J. Application of EBSD technique to ultrafine grained and nanostructured materials processed by severe plastic deformation: Sample preparation, parameters optimization and analysis. *Transactions Nonferrous Metals Society of China*, v. 22, p. 1801-1809, 2012b.

COLPAERT, H. Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns. Da Costa Silva, A L. V. (ed.), 4a ed., São Paulo: Edgard Blucher, p. 449-490, 2008.

COSTA, A. D. S. B. *et al.* Comparação entre os níveis de tensões residuais e a engenharia do contorno de grão para tubulações utilizadas em sistemas de hidrodesulfurização. 4º PDPETRO, Campinas-SP, 2007.

CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. Geometry of crystals. In: *Elements of X-Ray Diffraction*, 3a ed., USA: Pearson Education, p. 91- 124, 2001.

DA COSTA E SILVA, A. L.; MEI, P. R. Aços e Ligas Especiais. 2a ed., São Paulo: Blucher, 2006.

DAI, H. *et al.* Characterizing phase transformations and their effects on ferritic weld residual stresses with x-rays and neutrons. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 39A, p. 3070-3078, 2008.

DAI, H. *et al.* Modelling of residual stress minimization through martensitic transformation in stainless steel welds. In: *Mathematical Modelling of Weld Phenomena 9*, Cerjak, H. & Enzinger, N. (Eds.), London: Technische Universitat GRAZ, p. 239-252, 2010a.

DAI, H.; Francis, J. A.; Withers P. J. Prediction of residual stress distributions for single weld beads deposited on to sa508 steel including phase transformation effects. *Materials Science and Technology*, v. 26, p. 940-949, 2010b.

DAI, H. Modelling residual stress and phase transformations in steel welds. In: *Neutron Diffraction*, Khidirov, I., Croatia: InTech, p. 49-76, 2012.

DAVIS, C.L.; KING, J.E. Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse-grained heat-affected zone: Part I. Fractographic evidence. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 25A, p. 563- 573, 1994.

DAVIES, P. A., *et al.* Application of Electron Backscatter Diffraction (EBSD) to Fracture Studies of Ferritic Steels. *Journal of Microscopy*, v. 205, p. 278-284, 2001.

DEMIR, E.; *et al.* Investigation of the indentation size effect through the measurement of the geometrically necessary dislocations beneath small indents of different depths using ebsd tomography. *Acta Materialia*, v. 57, p. 559–569, 2009.

DIETER, G. E. Deformação plástica de monocristais. In: *Metalurgia Mecânica*, 2ed, Rio de Janeiro: Guanabara Dois, p. 92-129, 1981a.

DIETER G. E. Teoria das discordâncias In: *Metalurgia Mecânica*, 2ed, Rio de Janeiro: Guanabara Dois, p. 130-165, 1981b.

DINGLEY, D. J.; FIELD, D. P. Electron backscatter diffraction and orientation imaging microscopy. *Materials Science and Technology*, v. 13, p. 69-78, 1997.

DURANTON, P.; *et al.* 3D Modelling of multipass welding of a 316l stainless steel pipe. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 153-154, p. 457-463, 2004.

EASTERLING, K. Fusion welding – process variables. In: *Introduction to the Physical Metallurgy of Welding*. 2<sup>a</sup> ed. UK: Butterword-Heinemann, p. 38-54, 1992.

EHRNSTÉN, U. *et al.* Deformation localisation and eac in inhomogeneous microstructures of austenitic stainless steels. *14<sup>th</sup> International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems Water Reactors*, Virginia, USA, v. 1, p. 910-919, 2009.

ELCOATE, C. D. *et al.* Three dimensional multi-pass repair weld simulations. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, v. 82, p. 244-257, 2005.

ENGLER, O.; RANDLE, V. Scanning electron microscopy-based techniques. In: *Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping*, 2da Ed., Ney York: CRC Press, p. 203-240, 2010.

ESTEFEN, S. F.; GUROVA, T.; CASTELLO, X.; LEONTIEV, A. Surface residual stress evaluation in double-electrode butt welded steel plates. *Material and Design*, v. 31, p. 1622-1627, 2010.

ESTEFEN, S. F. *et al.* Efeito de redistribuição das tensões residuais de soldagem. *COTEQ 2011 - 11a Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos*, Porto de Galinhas - PE, Junho de 2011.

ESTEFEN, S. F.; GUROVA, T.; WERNECK, D.S.; LEONTIEV, A. Welding stress relaxation effect in butt-jointed steel plates. *Marine Structures*, v. 29, p. 211-225, 2012.

ESTEFEN, S. F.; GUROVA, T.; LEONTIEV, A.; BARBOSA, P. T.; ESTEVES, M.C. Alívio das tensões residuais de soldagem por shot peening. *COTEQ 2013 - 12-a Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos*, Porto de Galinhas - PE, Junho de 2013a.

ESTEFEN, S. F.; GUROVA, T.; BARBOSA, P. T.; LEONTIEV, A. Solda de reparo na construção naval: avaliação do estado das tensões residuais. *COTEQ 2013 - 12-a Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos*, Porto de Galinhas - PE, junho de 2013b.

ESTEFEN, S. F.; GUROVA, T.; LEONTIEV, A.; CHUJUTALI, J.; CHAVEZ, G. F. S. Evolução das tensões residuais e distorções geométricas dos painéis navais soldados. *COTEQ 2013 - 12-a Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos*, Porto de Galinhas - PE, Junho de 2013c.

FIELD, D. P. Recent advances in the application of orientation imaging. *Ultramicroscopy*, v. 67, p.1-9, 1997.

FRANCIS, J. A.; BHADSHIA, H. K. D. H.; WHITERS, P. J. welding residual stresses in ferritic power plant steels. *Materials Science and Technology*, v. 23, p. 1009-1020, 2007.

FRANÇOIS, D.; PINEAU, A.; ZAOUI, A. Elastoplasticity. In: *Mechanical Behaviour of Materials: Micro and Macroscopic Constitutive Behaviour*. New York: Springer Science+Business Media B. V., v. 1., p. 155-361, 2012.

FRANK, F. C.; MEHL MEDALIST, R.F. Orientation Mapping. *Metallurgical transactions A*, v. 19A, p. 403-408, 1988.

GAUSS, C. *et al.* In situ synchrotron x-ray evaluation of strain-induced martensite in aisi 201 austenitic stainless steel during tensile testing. *Materials Science & Engineering*, v. A 651, p. 507–516, 2016.

GEFFROY, A. –G.; LONGERE, P.; LEBLE, B. Fracture analysis and constitutive modelling of ship structure steel behaviour regarding explosion. *Engineering Failure Analysis*, v. 18, p. 670-681, 2011.

GERMAIN, L.; *et al.* Identification of sub-grains and low angle boundaries beyond the angular resolution of ebsd maps. *Materials Characterization*, v. 98, p. 66–72, 2014.

GITHINJI, D. N.; NORTHOVER, S. M.; Bouchard, P. J. Electron backscatter diffraction (ebsd) measurement of accumulated strain. In: *3<sup>rd</sup> International ECCC-Creep & Fracture Conference: Creep & Fracture in High Temperature Components*, Rome, Italy, 2014.

GRANJON, H. Thermal and thermomechanical study of welding. In: *Fundamentals of Welding Metallurgy*. Cambridge: Woodhead Publishing, p. 18-56, 1991.

GUROVA, T. *et al.* Study of the residual stress state during plastic deformation under uniaxial tension in a 5 Cr and 0.5 Mo steel. *Scripta Materialia*, v. 36, p. 1031-1035, 1997.

GUROVA, T.; GUARANTA, F.; ESTEFEN, S. Monitoramento do estado das tensões residuais durante a fabricação de navios. In: *21 Congresso Nacional de Transportes Marítimos, Construção Naval e Offshore*, 27.11-01.12.2006, p.1-9, Rio de Janeiro, 2006.

GUROVA, T.; LEONTIEV, A. Novas técnicas de mapeamento das tensões mecânicas. *COTEQ 2009 - 10-a Conferência Sobre Tecnologia de Equipamentos*, Salvador - BA, Maio de 2009.

GUROVA, T.; VIEIRA, D.; LEONTIEV, A. Novo método de avaliação dos resultados de alívio das tensões residuais. *COTEQ 2011 - 11-a Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos*, Porto de Galinhas - PE, Maio de 2011.

GUROVA, T.; ESTEFEN, S. F.; LEONTIEV, A. Efeito de shot peening em peças com tensões pré-existent de compressão. *CONAEND&IEV2012 – Congresso Nacional de Ensaios Não Destrutivos e Inspeção & Conferencia Internacional sobre Evaluación de Integridad y Extensión de Vida de Equipos Industriales*, São Paulo, julho de 2012a.

GUROVA, T.; ESTEFEN, S. F.; LEONTIEV, A. Controle dimensional e monitoramento das tensões residuais na fase de sub-montagem durante a fabricação de navios. *CONAEND&IEV2012 – Congresso Nacional de Ensaios Não Destrutivos e Inspeção & Conferencia Internacional sobre Evaluación de Integridad y Extensión de Vida de Equipos Industriales*, São Paulo, Julho de 2012b.

GUROVA, T.; ESTEFEN, S. F.; LEONTIEV, A.; DE OLIVEIRA, F. A. L. Welding residual stresses: A daily history. *Science and Technology of Welding and Joining*, v. 20, p. 616-621, 2015.

HABRAKEN, L. J.; ECONOMOPOULOS, M. Bainitic microstructures in low carbon alloy steels and their mechanical properties. In: *Symposium of Transformation and Hardenability in Steels*. Ann Harbor: Climax Molybdenum Co (ed.), 1967.

HANCOCK, J. W.; MACKENZIE, A. C. The mechanisms of ductile failure in high-strength steels subjected to multi-axial stress-states. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v. 24, p. 147-160, 1976.

HARGREAVES, F., HILLS, R. J. Work-softening and a theory of intercrystalline cohesion. *Journal of the Institute of Metals*, v. 41, p. 257-288, 1929. (no conseguido)

HARRISON, P. L.; FARRAR, R. A., Application of continuous cooling transformation diagrams for welding of steels. *International Materials Reviews*, v. 34, p.35-51, 1989.

HAYAT, F.; UZUN, H. Effect of heat treatment on microstructure mechanical properties and fracture behavior of ship and dual phase steels. *Journal of Iron and Steel Research International*, v. 18, p. 65-72, 2011.

HOSFORD, W. S. Residual stresses. In: *Mechanical Behavior of Materials*, Cambridge: Cambridge University Press, p. 302-317, 2005.

HOU, J. et. al. Residual strain measurement and grain boundary characterization in the heat-affected zone of a weld joint between alloy 690TT and alloy 52. *Journal of Nuclear Materials*, v. 397, p. 109–115, 2010.

HOU, J.; et al. Effects of cold working degrees on grain boundary characters and strain concentration at grain boundaries in alloy 600". *Corrosion Science*, v. 53, p. 1137–1142, 2011.

HUDA, N.; et. al. Influence of martensite-austenite (MA) on impact toughness of x80 line pipe steels. *Materials Science & Engineering A*, vol. 662, p. 481–491, 2016.

HUMPHREYS, F. J.; BROUGH, I. High resolution electron backscatter diffraction with field emission gun scanning electron microscope. *Journal Microscopy*, v. 195, p. 6-9, 1999.

HUMPHREYS, F. J. Review: Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction. *Journal of Materials Science*, v. 36, p. 3833 – 3854, 2001a.

HUMPHREYS, F. J.; BATE, P. S.; HURLEY, P. J. Orientation averaging of electron backscattered diffraction data. *Journal of Microscopy*, v. 201, p. 50-58, 2001b.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena, 2 ed., Oxford, UK: Elsevier, 2004a.

HUMPHREYS, F. J. Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD). *Scripta Materialia*, v. 51, p. 771-776, 2004b.

HUTCHINSON, W. B. On the description of misorientations and interpretation of recrystallisation textures. *Scripta Materialia*, v. 35, p. 579-582, 1996.

HUSEYIN, A.; HAVVA, K. Z.; CEYLAN, K. Effect of intercritical annealing parameters on dual phase behavior of commercial low-alloyed steels. *Journal of Iron and Steel Research, International*. v. 17, p. 73-78, 2010.

HUTCHINSON, W. B., et. al. Heat affected zone microstructures and their influence on toughness in two microalloyed HSLA steels. *Acta Materialia*, v. 97 p. 380–391, 2015.

INOUE, T.; WANG, Z. Coupling between stress, temperature and metallic structures during processes involving phase transformation. *Materials Science and Technology*, v. 1, p. 845-850, 1985.

JIN, Y.J. Study on grain boundary character and strain distribution of intergranular cracking in the CGHAZ of T23 steel. *Materials Characterization*, v. 84, p. 216–224, 2013.

JONES, S. J.; BHADESHIA, H. K. D. H. Kinetics of the simultaneous decomposition of austenite into several transformation products. *Acta Materials*, v. 45, p. 2911-2920, 1997.

JULIO DA SILVA, M. L. V.; CASTRODEZA, E. M.; BASTIAN, F. L. Avaliação da tenacidade à fratura a -20 e a -40°C de aços DH-36. In: *Painel PEMM*, Rio de Janeiro, Brasil, 2012.

JUNIOR, G. S.; VOORWALD, H. J. C.; VIEIRA, L. F. S.; CIOFFI, M. J. H.; BONORA, R. G. Evaluation of WC-10Ni thermal spray coating with shot peening on the fatigue strength of AISI 4340 steel. *Procedia Engineering*, v. 2, p. 649–656, 2010.

KAMAYA, M. Measurement of local plastic strain distribution of stainless steel by electron backscatter diffraction. *Materials Characterization*, v. 60 p. 125–132, 2009.

KAMAYA, M. Assessment of local deformation using ebsd: Quantification of accuracy of measurement and definition of local gradient. *Ultramicroscopy*, v. 111, p. 1189–1199, 2011.

KAMAYA, M. Assessment of local deformation using EBSD: Quantification of local damage at grain boundaries. *Materials Characterization*, v.66, p. 56–67, 2012.

KOCATEPE, K.; CERAH, M.; ERDOGAN, M. Effect of martensite volume fraction and its morphology on the tensile properties of ferritic ductile iron with dual matrix structures. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 178, p. 44–51, 2006.

KOO, J. Y., et. al. Metallurgical design of ultra high strength steel for gas pipeline. In: *Proceedings of The Thirteenth (2003) International Offshore and Polar Engineering Conference*, Honolulu, Hawaii, USA, v. 14, p. 10-18, 2004.

KOU, S. Residual stresses, distortion and fatigue. In: *Welding Metallurgy*. 2ed. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, p. 122-141, 2003.

KRIEGER LASSEN, N. C. The relative precision of crystals orientations measured from electron backscattering patterns. *Journal of Microscopy*. Vol. 181. p. 72-81. 1996.

KUNDU, A.; FIELD, D. P. Influence of plastic deformation heterogeneity on development of geometrically necessary dislocation density in dual phase steel". *Materials Science & Engineering*, v. A667, p. 435–443, 2016.

LAN, L; et al. Analysis of martensite-austenite constituent and its effect on toughness in submerged arc welded joint of low carbon bainitic steel. *Journal of Materials Science*, v. 47, p. 4732-4742, 2012.

LEGGATT, R. H. Residual stresses in welded structures. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, v. 85, p. 144-151, 2008.

LU, Z.; et al. Characterization of microstructure and local deformation in 316ng weld heat-affected zone and stress corrosion cracking in high temperature water". *Corrosion Science*, v. 53, p. 1916–1932, 2011.

LU, Z. et. al. Synergistic effects of local strain-hardening and dissolved oxygen on stress corrosion cracking of 316NG weld heat-affected zones in simulated BWR environments. *Journal of Nuclear Materials*. v. 423, p. 28–39, 2012a.

LU, Z. et. al. Characterization of microstructure, local deformation and microchemistry in alloy 600 heat-affected zone and stress corrosion cracking in high temperature water. *Corrosion Science*, v. 58, p. 211–228, 2012b.

MAKENZIE, J. K. Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes. *Biometrika*, v. 45, p. 229-240, 1958.

MACKENZIE, J. K.; THOMSON, M. J. Some statistics associated with the random disorientation of cubes. *Biometrika*, v. 44, p. 205-210, 1957.

MARQUES, P. V.; MODENESI, P. J.; BRACARENSE, A. Q. Fundamentos da metalurgia da soldagem. In: *Soldagem Fundamentos e Tecnologia*, 3ed., Belo Horizonte: Editora UFMG, p. 81-112, 2005.

MASUBUCHI, K. Heat flow in weldments. In: *Analysis of Welded Structures*, Elmsford, New York: Pergamon Press, v. 33, p. 60-87, 1980.

MAURICE, C.; et al. High angular resolution EBSD and its materials applications. In: *Microstructural Design of Advanced Engineering Materials*. Molodov, D. A. (ed.), Weinheim, Germany, Wiley-VCH, p. 341-365, 2013.



MERRIMAM, C. C. Orientation dependence of dislocation structure evolution of aluminum alloys in 2-D and 3-D. 2007. p.103. Dissertation (Master) – Washington State University School of Mechanical and Materials Engineering, Washington. 2007.

MING, H; *et. al.* Microstructural characterization of an SA508–309L/308L–316L domestic dissimilar metal welded safe-end joint. *Materials Characterization*. v. 97, p. 101–115, 2014.

MINGARD, K. P.; DAY, A. P.; QUESTED, P. N. Recent developments in two fundamental aspects of electron backscatter diffraction. *Materials Science and Engineering*, v. 55, p. 1-12, 2014.

MOEINIFAR, S.; KOKABI, A. H.; HOSSEINI, H. R. M. Effect of tandem submerged arc welding process and parameters of gleeble simulator thermal cycles on properties of the intercritically reheated heat affected zone. *Materials Design* v. 32, p. 869-876, 2011.

MOHTADI-BONAB, M. A.; ESKANDARI, M.; SZPUNAR, J.A. Texture, local misorientation, grain boundary and recrystallization fraction in pipeline steels related to hydrogen induced cracking. *Materials Science & Engineering*, v. A 620, p. 97–106, 2015.

MONIN, V.; TEODOSIO, J. R.; GUROVA, T. A portable X-ray apparatus for both stress measurements and phase analysis under field condition. *Advances in X-Ray Analysis*, Newtown Sq., Pennsylvania, USA, v. 43, p. 66-71, 2000.

MONIN, V.; TEODOSIO, J. R.; GUROVA, T. Analysis of residual stress state in speed gears for automotive vehicles. *advances in X-Ray analysis*, Newtown Sq., Pennsylvania, USA, v. 44, p. 187-194, 2001a.

MONIN, V.; TEODOSIO, J. R.; GUROVA, T. Study and service control of stress state of high-strength steel cables used in prestressed concrete structures. *Advances in X-Ray Analysis*, Newtown Sq., Pennsylvania, USA, v. 44, p. 195-200, 2001b.

MUSIENKO, A. Three-dimensional finite element simulation of a polycrystalline copper specimen. *Acta Materialia*, v. 55, p. 4121–4136, 2007.

NOWELL, M. M.; WITT, R. A.; TRUE, B. W. EBSD Sample preparation: Techniques, tips and tricks. *Microscopy Today*, p. 44-48, 2005.

NOWELL, M. M.; WRIGHT, S. I.; CARPENTER, J. O. Differentiating ferrite and martensite in steel microstructures using electron backscatter diffraction. *Proceedings from the Materials Science & Technology Conference*, Pittsburgh, Pennsylvania, p. 933-943, 2009.

NYE, J. F. Some geometrical relations in dislocated crystals. *Acta Metallurgica*, v. 1, p. 153-162, 1953.

PATALA, S.; MASON, J. K.; SCHUH. C. A. Improved representations of misorientation information for grain boundary science and engineering. *Progress in Materials Science*, v. 57, p. 1383–1425, 2012.

PERANIO, N.; LI, Y. J.; ROTERS, F.; RAABE, D. Microstructure and texture evolution in dual-phase steels: competition between recovery, recrystallization, and phase transformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 527, p. 4161–4168, 2010.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E.; SHERIF, M. Y. Crystal interfaces and microstructure. In: *Phase Transformations in Metals and Alloys*. 3ra ed., CRC Press, 2009.

PRIESTER, L. Mechanical stress order of grain boundaries. In: *Grain Boundaries: From Theory to Engineering*, New York: Springer Science+Business Media Dordrecht, v. 172, p. 29-47, 2013.

PRIOR, D. J. The application of electron backscatter diffraction and orientation contrast imaging in the SEM to textural problems in rocks. *American Mineralogist*, v. 84, p. 1741–1759, 1999a.

PRIOR, D. J. Problems in determining the misorientation axes, for small angular misorientations, using electron backscatter diffraction in the SEM. *Journal of Microscopy*, v. 195, p. 217-225, 1999b.

RANDLE, V. Theoretical framework for electron backscattering diffraction. In: *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. Schwartz, A. J.; Kumar, M.; Adams, B. L. (eds), New York: Kluwer Academic/Plenum. p. 19-30, 2000.

RANDLE, V. Electron backscatter diffraction: Strategies for reliable data acquisition and processing. *Materials Characterization* v. 60, p. 913–922, 2009.

RANDLE, V.; DAVIES, R. Lattice compatibility at interfaces after recrystallization. *Materials Science and Technology*, v. 15, p. 750-754, 1999.

READ, W. T.; SHOCKLEY, W. Dislocation models of crystals grain boundaries. *Physical Review*, v. 78, p. 275-289, 1950

REED-HILL, R. E. Discordâncias e os fenômenos de escorregamento. In: *Princípios de Metalurgia Física*, 2da ed., Rio de Janeiro: Guanabara Dois, p. 120-160, 1982a.

REED-HILL, R. E. Discordâncias e os contornos de grão. In: *Princípios de Metalurgia Física*, 2da ed., Rio de Janeiro: Guanabara Dois, p. 161-203, 1982b.

ROLLETT, A. D. et al. Comparison of gradients in orientation and stress between experiment and simulation. *Materials Science Forum*, v. 702-703, p. 463-468, 2012.

SANCHEZ, G. F. Ch., Simulação física e caracterização de zonas afetadas pelo calor de aços API 5L grau X80. Dissertação (Mestrado). Universidade de São Paulo, São Paulo, Brazil, 2011.

SAUKKONEN, T., et al. Plastic strain and residual stress distributions in an AISI 304 stainless steel BWR pipe weld. In: *15<sup>th</sup> International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors*, Busby, J. T.; Levbare, G. & Andersen, P. L. (Eds.), Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, v. 3, p. 2351-1368, 2011.

SCHAYES, C. A comparison of EBSD based strain indicators for the study of Fe-3Si steel subjected to cyclic loading. *Materials Characterization*, v. 115, p. 61–70, 2016.

SCHRODER, R. Influence on development of thermal and residual stresses in quenched steel cylinders of different dimensions. *Materials Science and Technology*, v. 1, p. 754–764, 1985.

SCHWARZER, R. A. *et al.* Present state of electron backscatter diffraction and prospective developments. In: *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Schwartz A. J.; Kumar M.; Adams B. L.; Field D. P (eds.), 2 ed., US, Springer Verlag, p. 1-20, 2009.

SHENG-CI, L.; YONG-LIN, K.; GUO-MING, Z., SHUANG, K. Austenite formation during intercritical annealing in C-Mn cold-rolled dual phase steel. *Journal of Central South University*, v. 22, p. 1203–1211, 2015.

SHIN, S. Y. *et al.* Correlation of microstructure and charpy impact properties in API X70 and X80 line-pipe steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 458, p. 281-289, 2007.

STOJAKOVIC, D. Electron backscatter diffraction in materials characterization. *Processing and Application of Ceramics*, v. 6, p. 1–13, 2012.

SUBEDI, S.; POKHAREL, R.; ROLLETT, A. D. Orientation gradients in relation to grain boundaries at varying strain level and spatial resolution. *Materials Science & Engineering*, v. A 638, p. 348–356, 2015.

TEODOSIO, J. R.; MONIN, V.; GUROVA, T. Novo método de tensometria por raios-X. *COTEQ-97-Conferência sobre Tecnologia de Equipamentos*, v. 1, p. 255-258, Rio de Janeiro, 1997.

THOMAS, G. Kikuchi electron diffraction and applications. In: *Diffraction and Imaging Techniques in Material Science*, 2 ed., Amelinckx, S.; Gevers, R. ; Van Landuyt, J. (eds.), v. 2, Amsterdam, N.Y., U.S.A, North-Holland, 1978.

TORRES, M. A. S.; VOORWALD, H. J. C. An evaluation of shot peening, residual stress and stress relaxation on the fatigue life of AISI 4340 steel. *International Journal of Fatigue*, v. 24, p. 877-886, 2002.

TRIMBY, P. W. Orientation mapping of nanostructured materials using transmission Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope. *Ultramicroscopy*, v. 120, p. 16–24, 2012.

TSAY, L.W. *et al.* Microstructures and fatigue crack growth of EH36 TMCP steel weldments. *International Journal of Fatigue*, v. 21 p. 857–864, 1999.

TYLER-STREET M.; LUYTEN J. Developing failure criteria for application to ship structures subjected to explosive blast loadings. In: *7a European LS-DYNA Conference*, 2009.

UNNIKRISHNAN, R. *et al.* Investigating plastic deformation around a reheat-crack in a 316H austenitic stainless steel weldment by misorientation mapping. *Procedia Structural Integrity*. v. 2, p. 3501–3507, 2016.

VIEIRA, D. L.; *et al.* Nova técnica de avaliação do estado das tensões de soldagem. *CONAEND&IEV2008 – Congresso Nacional de Ensaio Não Destrutivos e Inspeção & Conferencia Internacional sobre Evaluación de Integridad y Extensión de Vida de Equipos Industriales*, São Paulo, Junho de 2008.

WANG, T. P. Thermocouples materials. In: *ASM handbook, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*. ASM International, Materials Park, OH, v. 2, 1990.

WATSON, J. D.; MCDOUGALL, P. G. The crystallography of widmanstatten ferrite. *Acta Metallurgica*, v. 21, p. 961-973, 1973.

WHITHERS, P. J.; BHADSHIA H. K. D. H. Overview residual stress\_Part 2 – Nature and origins. *Materials Science and Technology*, v. 17, p. 366-375, 2001a.

WHITHERS, P. J. & BHADSHIA, H. K. D. H. Overview residual stress\_Part 1 – Measurement techniques. *Materials Science and Technology*, v. 17, p. 355-365, 2001b.

WILKINSON, A. J.; DINGLEY, D. J. MEADEN, G. Strain mapping using electron backscatter diffraction. In: *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Schwartz A. J.; Kumar M.; Adams B. L. & Field D. P (eds.), 2da ed., Springer Verlag US, p. 231-247, 2009.

WILKINSON, A. J.; BRITTON, T. B. Strains, planes, and EBSD in materials science. *Materials today*, v. 15, p. 366-376, 2012

WINNING, M. Grain boundary engineering by application of mechanical stresses. *Scripta Materialia*, v. 54, p. 987-992, 2006.

WRIGHT, S. I. Review of automated orientation imaging microscopy. *Journal of Computer Assisted Microscopy*, v. 5, p. 207-221, 1993.

WRIGHT, S. I. Quantification of recrystallized fraction from orientation imaging scan. *Proceeding of the Twelfth International Conference on Textures of Materials*. Szpunar, J. A. (ed.). Ottawa, Ontario, Canada:NRC Research Press, p. 104-109, 1999.

WRIGHT, S. I.; NOWELL, M. M. EBSD Image quality mapping. *Microscopy and Microanalysis*, v. 12, p. 72-84, 2006a.

WRIGHT, S. I. Random thoughts on non-random misorientation distributions. *Materials Science and Technology*, v. 22, p. 1287-1296, 2006b.

WRIGHT, S. I.; NOWELL, M. M.; FIELD, D. P. A review of strain analysis using electron backscatter diffraction. *Microscopy and Microanalysis*, v. 17, p. 316–329, 2011.

WRIGHT, S. I. *et al.* Orientation precision of electron backscatter diffraction measurements near grain boundaries. *Microscopy and Microanalysis*, v. 20, p. 852–863, 2014.

Stuart Wright (conversação pessoal, 2015).

WYNICK, G. L.; BOEHLERT, C. J. Use of electropolishing for enhanced metallic specimen preparation for electron backscatter diffraction analysis”. *Materials Characterization*, v. 55, p. 190-202, 2005.

YOU, Y; *et. al.* Investigation on the crystallography of the transformation products of reverted austenite in intercritically reheated coarse grained heat affected zone. *Materials and Design*, v. 43, p. 485-491, 2013.

Zinn, W.; Scholtes, B. Residual stress formation processes during welding and joining. In: *Handbook of Residual Stress and Steel Deformation*, Totten, G.; Howes, M.; Inoue, T. (eds.), Ohio, USA: ASM International, p. 391-396, 2002.

ZILNYK, K. D. Martensitic transformation in Eurofer-97 and ODS-Eurofer steels: A comparative study. *Journal of Nuclear Materials*, v. 462, p. 360–367, 2015.

ZAEFFERER, S.; ELHAMI, N. -N.; KONIJNENBERG, P. Electron backscatter diffraction (EBSD) techniques for studying phase transformations in steels. In: *Phase Transformations in Steels*, Pereloma, E.; Edmonds, D. V. (eds), Cambridge, UK: Woodhead Publishing, v. 2, p. 557-587, 2012