

## ESTUDO DA FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO EM INTERFACES DISSIMILARES DE JUNTAS SOLDADAS

Mariana Georges Monteiro de Carvalho

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

Orientador: Oscar Rosa Mattos

Rio de Janeiro Março de 2018

## ESTUDO DA FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGÊNIO EM INTERFACES DISSIMILARES DE JUNTAS SOLDADAS

Mariana Georges Monteiro de Carvalho

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

Examinada por:

Prof. Oscar Rosa Mattos, D.Sc.

Prof. João Marcos Alcoforado Rebello, D.Sc.

Prof. André Luiz Pinto, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL MARÇO DE 2018 Carvalho, Mariana Georges Monteiro de

Estudo da Fragilização por Hidrogênio em Interfaces Dissimilares de Juntas Soldadas/ Mariana Georges Monteiro de Carvalho. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2018.

XXV, 202 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Oscar Rosa Mattos

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2018.

Referências Bibliográficas: p. 198-202.

Interfaces dissimilares. 2. Mecânica da fratura. 3.
 Proteção catódica. I. Mattos, Oscar Rosa. II. Universidade
 Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de
 Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

### AGRADECIMENTOS

A Deus, por ter colocado em meu caminho pessoas maravilhosas que me fizeram crescer e aprender a ser uma pessoa melhor a cada dia.

Aos meus pais, meu irmão, minha avó e família, pela compreensão e pelo apoio durante todo esse período de dedicação.

Ao meu amor, Fabio, por ser meu exemplo e meu maior incentivador.

Às minhas amigas Elisa, Melânea e Rosa, por dividirem comigo momentos difíceis, pelas tardes de estudo juntas e por tornarem o período do mestrado mais leve e divertido.

Ao professor e orientador Oscar Rosa Mattos, por ter me confiado esse tema de pesquisa, pelos ensinamentos, pela disponibilidade e apoio durante todo esse período, e ao engenheiro Kioshy de Assis, por estar sempre presente, fornecendo meios para o desenvolvimento do trabalho e pelas discussões, sempre muito produtivas.

A todos os meus professores, que me permitiram chegar até aqui, e em especial ao professor Luiz Fernando Bastian *(in memoriam)*, que me despertou o interesse pelo tema de mecânica da fratura.

À minha parceira de todas as horas Marcella, pelos conhecimentos transmitidos e por todas as discussões que me ajudaram a tomar diversas decisões ao longo deste trabalho, e à querida estagiária Daniela, por me ajudar incansavelmente em muitas preparações de amostra, montagem de ensaios, medições, e por buscar sempre entregar o melhor.

Aos engenheiros do CAEIS, por terem tornado possível a realização de todos os ensaios. Ao aos técnicos das baias, por estarem sempre dispostos a auxiliar na montagem dos experimentos com boas ideias e muita experiência. Aos técnicos da oficina mecânica, pela disponibilidade e atenção sempre que solicitados, por todos os corpos de prova usinados e por todas as frases motivadoras escritas no quadro. Aos demais funcionários do LNDC, aos faxineiros, recepcionistas, equipe técnica, e todos que contribuíram para que o ambiente de trabalho fosse sempre leve e agradável.

Ao laboratório LABNANO/CBPF, em especial ao professor André Pinto e à Cilene, por sua atenção, pelos ensinamentos teóricos e práticos de microscopia, e por disponibilizarem tanto o seu tempo quanto dos equipamentos, para que eu pudesse realizar as análises de necessárias.

Ao laboratório do professor Sergio Camargo, e em especial à Amal, por sua paciência e por disponibilizarem o equipamento de nanodureza durante tantas horas de análise.

Ao Laboratório de Processamento Digital da PUC e ao professor Sidney Paciornik, pelas análises de microtomografia.

À FMC, pela confiança e pelo projeto proposto, que possibilitou o desenvolvimento deste trabalho, cujo tema é tão atual e aplicável à indústria.

À CAPES e à FAPERJ, pelo financiamento concedido.

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

## ESTUDO DA FRAGILIZAÇÃO POR HIDROGENIO EM INTERFACES DISSIMILARES DE JUNTAS SOLDADAS

Mariana Georges Monteiro de Carvalho

Março/2018

Orientador: Oscar Rosa Mattos

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

A conjugação de materiais com diferentes composições químicas, motivada pela necessidade de conjugar suas diversas propriedades, foram os fatores que levaram ao surgimento das juntas dissimilares. Juntas soldadas dissimilares vêm sendo amplamente estudadas pela indústria de óleo e gás, primeiramente pela sua larga aplicabilidade na fabricação de equipamentos submarinos, aliada ao fato de acidentes ocorridos recentemente estarem diretamente relacionados a falhas ocorridas nesse tipo de junta soldada. No presente trabalho, o desempenho de juntas dissimilares à fragilização por hidrogênio sob proteção catódica foi avaliado através de duas metodologias distintas: CTOD e BTD. As juntas estudadas são compostas pelos metais de base ASTM A182 grau F22 e API 5L grau X70 e o metal de solda Inconel 625. Seis diferentes condições de solda foram avaliadas, obtidas modificando-se o aporte térmico, tempo de tratamento térmico pós soldagem (TTPS) e processo de soldagem. Os resultados obtidos mostraram que a resistência à fragilização por hidrogênio está relacionada com a quantidade de regiões descontínuas (macrossegregações) presentes ao longo da interface dissimilar e ao tempo de alívio térmico. Também foram discutidos aspectos referentes às metodologias utilizadas para avaliar o desempenho dessas juntas à fragilização por hidrogênio.

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

#### STUDY OF HYDROGEN EMBRITTLEMENT IN DISSIMILAR WELDED JOINTS

Mariana Georges Monteiro de Carvalho

#### March/2018

Advisor: Oscar Rosa Mattos

.

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The conjugation of materials with different chemical compositions, motivated by the need to conjugate their different properties, were the factors that led to the emergence of dissimilar joints. Dissimilar welded joints have been extensively studied by the oil and gas industry, primarily due to their wide applicability in the manufacture of subsea equipment, together with the fact that recent accidents were directly related to failures in this type of welded joint. In the present work, the performance of dissimilar joints to hydrogen embrittlement under cathodic protection were evaluated through two different methodologies: CTOD and SSRT. The welded joints are composed of base metals ASTM A182 grade F22 and API 5L grade X70 and the filler metal used was Inconel 625. Six different welding conditions were evaluated by modifying the heat input, post-weld heat treatment time (PWHT) and welding process. The results showed that the resistance to hydrogen embrittlement is related to the number of discontinuous regions (macrossegregations) present along the dissimilar interface and to the time of PWHT. Some aspects related to the methodologies used to evaluate the performance of these welded joints under cathodic protection were also analyzed.

# SUMÁRIO

Íľ	NDICE DE	FIGURAS	xii
Íľ	NDICE DE	TABELAS	xxiv
Íľ	NDICE DE	SIGLAS	XXV
1	INTRO	DDUÇÃO	1
	1.1 C	ontextualização	1
	1.2 0	bjetivos	6
2	REVIS	ÃO BIBLIOGRÁFICA	7
	2.1 Ju	ıntas soldadas dissimilares	7
	2.1.1	Solidificação da poça de fusão em juntas dissimilares tipo Fe-Ni	9
	2.1.2	Macro-segregações	
	2.1.3	Microestrutura de juntas dissimilares Fe-Ni e efeito do TTPS	
	2.1.4 microe	Influência da composição química dos metais de base e de adição na estrutura da junta dissimilar	29
	2.1.5 dissim	Influência dos parâmetros de soldagem na microestrutura de juntas ilares	34
	2.2 M	lecânica da fratura	
	2.2.1	Mecânica da fratura linear elástica	37
	2.2.2	Mecânica da fratura elasto-plástica	
	2.3 C	orrosão eletroquímica do ferro em meio aquoso	49
	2.4 P	roteção catódica	51

2.4.1	Proteção catódica galvânica	52
2.4.2	Proteção catódica por corrente impressa	53
2.5	Fragilização por hidrogênio	54
2.5.1	Ingresso do hidrogênio nos metais por proteção catódica	56
2.5.2	Comportamento do hidrogênio na rede cristalina	58
2.5.3	Mecanismos de fragilização por hidrogênio	60
2.6	Fragilização por hidrogênio em juntas dissimilares	61
2.7 hidrogei	Metodologias desenvolvidas para avaliação de juntas dissimilares em meios nados	70
2.7.1	Metodologias com corpo de prova munido de entalhe	71
2.7.2	Metodologia em corpo de prova sem entalhe - peso morto em meio acele 73	ado
2.8	Motivação do trabalho	75
3 MAT	ERIAIS E MÉTODOS	78
3.1	Material Utilizado	78
3.2	Caracterização das interfaces dissimilares	81
3.2.1	Microscopia ótica	82
3.2.2	Microscopia eletrônica de varredura	82
3.2.3	Microscopia eletrônica de transmissão	83
3.2.4	Microdureza e Nanodureza	84
3.2.5	Microtomografia	86

	3.3 E	Ensaios de mecânica da fratura	
	3.3.1	Preparação dos corpos de prova	90
	3.3.2	Pré-hidrogenação	93
	3.3.3	Ensaio de CTOD em meio hidrogenado	93
	3.3.4	Determinação do valor de J	96
	3.3.5	Construção da curva de resistência	96
	3.3.6	Análise das superfícies de fratura	97
	3.3.7	Análise do percurso percorrido pela trinca	98
	3.4 E	Ensaio de tração a baixa taxa de deslocamento (BTD)	100
	3.4.1	Preparação dos corpos de prova	100
	3.4.2	Pré-hidrogenação	102
	3.4.3	Análise das superfícies de fratura	105
	3.4.4	Análise da seção longitudinal dos corpos de prova pós-ensaio:	105
4	RESU	LTADOS E DISCUSSÕES	106
2	4.1 C	Saracterização das interfaces dissimilares	107
	4.1.1	Microscopia ótica-análise qualitativa e quantitativa	107
	4.1.2	Microscopia Eletrônica de Varredura	112
	4.1.3	Análise das Interfaces por Tomografia	119
	4.1.4	Caracterização por Microdureza e Nanodureza	
	4.1.5	Microscopia eletrônica de transmissão	135

	4.2	Ensaios de mecânica da fratura	.139
	4.2.1	Análise quantitativa	139
	4.2.2	Análise das superfícies de fratura geradas pelos ensaios de CTOD	152
	4.2.3	Análise do percurso da trinca em ensaios de CTOD	157
	4.3	Ensaios de tração a baixa taxa de deformação (BTD)	.167
	4.3.1	Análise quantitativa	167
	4.3.2	Análise das superfícies de fratura geradas pelos ensaios de BTD	170
	4.3.3	Análise do percurso da trinca em ensaios de BTD	173
5	CON	SIDERAÇÕES FINAIS	176
	5.1	Síntese geral do trabalho	.176
	5.2	Metodologia de construção de curvas de resistência para juntas dissimilares	.179
	5.3	Comparativo geral entre metodologias	.184
6	CONCLUSÕES18'		187
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS189		189
8	B ANEXOS		190
	8.1	Fotos dos corpos de prova após ensaio BTD	.190
	8.2	Mosaicos da seção longitudinal dos corpos de prova após ensaio BTD	.194
9	REFI	ERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	198

# ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Ilustração de um tratamento térmico pós soldagem (TTPS) em uma junta soldada
<ul> <li>Figura 2 Etapas do processo de soldagem para uma junta soldada com amanteigamento:</li> <li>a) deposição da camada de amanteigamento;</li> <li>b) TTPS para recuperação da ductilidade da ZTA gerada pela soldagem anterior;</li> <li>c) solda de união, com a ZTA no interior da camada de amanteigamento.</li> </ul>
Figura 3 Diagrama de fases Fe-Ni calculado a partir do software Thermocalc. Adaptado de [17] 10
Figura 4 Representação esquemática da solidificação da poça de fusão em juntas similares e dissimilares. Adaptado de [12]
Figura 5 Esquema da evolução microestrutural na linha de fusão de juntas dissimilares. As linhas curvas representam as isotermas referentes às temperaturas de transformação. Adaptado de [12,18]
Figura 6 Zona parcialmente diluída ao longo da linha de fusão. Adaptado de [19] 13
Figura 7 Mecanismo de solidificação da poça de fusão em uma solda a) similar e b) dissimilar. Adaptado de [22]
Figura 8 Mecanismo de formação das macro-segregações contínuas ou também denominadas tipo "praia". Adaptado de [8] 16
Figura 9 Mecanismo de formação das macro-segregações descontínuas ou também denominadas tipo "península" ou "ilhas". Adaptado de [8]
Figura 10 Desenho esquemático da micrografia da interface dissimilar entre aço baixa liga (F22 ou 8630) e inconel 625. Adaptado de [4] 19
Figura 11 Interface dissimilar entre o aço 8630 e inconel 625. Zonas associadas: 1a) ZTA de grãos grosseiros constituída por martensita e bainita; 1b) ZTA de grãos grosseiros pós TTPS constituída por martensita revenida e ferrita; 2) Região de crescimento planar; 3) Região de crescimento celular dendrítico; 4) Região de crescimento colunar dendrítico; 5) Penetração de metal de solda nos contornos de grão. Adaptado de [6]

Figura 12 Mapeamento de dureza na interface após TTPS. Adaptado de [6] 22
Figura 13 Análise composicional em linha realizada por XEDS. a) Seção transversal normal após TTPS e b) Seção transversal realizada por LAMS após TTPS. Adaptado de [6]
Figura 14 Histórico de TTPS de uma junta dissimilar 8630-IN625. Variação da temperatura A3 com a diluição, prevista pelo software Thermo-Calc <sup>™</sup> . Adaptado de [6]
Figura 15 Análise por EPMA da distribuição de carbono ao longo da interface dissimilar pós TTPS. Adaptado de [6]
Figura 16 Comparativo de microestruturas analisadas por MET para diferentes tempos de TTPS. Adaptado de [16]
Figura 17 Diagrama de Schaeffler apresentando valores de diluição mínima para a formação de martensita. Adaptado de [14]
Figura 18 Espessura da camada martensítica formada pela deposição de (a) 309L e (b)inconel 625 sobre o aço A285. Adaptado de [1] 32
Figura 19 Perfil de composição química obtido por análise EPMA ao longo da interface dissimilar formada pela deposição de (a) 309L e (b)inconel 625 sobre o aço A285. Adaptado de [1]
Figura 20 Efeito da temperatura de pré-aquecimento e da espessura na extensão da região endurecida, em soldas dissimilares A36-E309 e A36-ENiCrFe-3. Adaptado de [13]. 
Figura 21 Efeito da temperatura de pré-aquecimento e da espessura nos valores de dureza das juntas soldas dissimilares A36-E309 e A36-ENiCrFe-3. Adaptado de [13] 35
Figura 22 Representação do parâmetro CTOD. Trinca inicialmente afiada que sofreu embotamento pela deformação plástica. Adaptado de [27]
Figura 23 Relação entre CMOD, CTOD, tamanho de trinca real e tamanho de trinca virtual ou efetivo. Adaptado de [30]
Figura 24 Modelo de Dugdale para zona plástica de uma trinca submetida a um estado biaxial de tensões. Adaptado de [27]

Figura 25 Integral de contorno ao redor da ponta da trinca. Adaptado de [31] 44
Figura 26 Modificações na ponta da trinca ao longo de um carregamento crescente. Adaptado de [31]
Figura 27 Curvas de resistência esquemáticas para materiais (a) Frágeis e (b) Dúcteis. Adaptado de [30]
Figura 28 Curva esquemática J-R de um material dúctil [27] 48
Figura 29 Diagrama de Pourbaix do ferro em presença de água a 25°C [36] 50
Figura 30 Diagrama de Pourbaix do ferro em meio aquoso com critério de proteção catódica de -0,53V. Adaptado de [36]
Figura 31 Representação esquemática dos defeitos em um metal e a distribuição dos átomos de hidrogênio na estrutura: (a)Interstícios da matriz; (b) Sítios de armadilhas superficiais; (c) Camada sub superficial; (d)Contornos de grão; (e)Discordâncias; (f)Lacunas [41]
Figura 32 Desenho esquemático de um processo de fratura assistida pelo hidrogênio, que
pode ser oriundo de fontes externas ou encontrar-se dissolvido no interior do
material. Adaptado de [27] 59
Figura 33 Comparativo entre curvas de resistência de juntas dissimilares do tipo 8630/IN625, ao ar e em meio hidrogenado. Adaptado de [42]
Figura 34 Ilustração representativa do processo competitivo que ocorre durante TTPS em
juntas dissimilares entre F22/8630 e IN625. Adaptado de [8]64
Figura 35 Superfície de fratura do tipo clivagem, localizada na zona de crescimento planar no inconel. Adaptado de [8]
Figura 36 Imagem realizada com baixo aumento em MEV da superfície de fratura tipo
descolamento. Aspecto côncavo da fratura e aspecto liso da superfície. Adaptado de [5]
Figura 37 Superfície de fratura de uma junta 8630/IN625: a) morfologia plana e granular;
b) maior aumento destacando uma morfologia de ripas convergindo para um único
um ponto central. Adaptado de [8]67

Figura 38 Representação do caminho percorrido pela trinca durante sua propagação e sua
relação com a microestrutura da interface. Adaptado de [5]68
Figura 39 Ilustração dos modos de fratura predominantes para cada região microestrutural
de uma junta soldada dissimilar F22/8630-In625 pós TTPS. Adaptado de [8] 69
Figura 40 Geometria de corpo de prova cilíndrico com entalhe na interface. Adaptado de
[3]
Figura 41Geometria de corpo de prova CTOD tipo SENB. Adaptado de [3]72
Figura 42 Esquema da metodologia de ensaio de peso morto em meio acelerado, desde a
configuração de retirada dos corpos de prova até a etapa final de análise dos
resultados obtidos. Modificado de [44]75
Figura 43 Esquema de junta soldada tipo I, como recebida
Figura 44 Esquema de junta soldada Tipo II, como recebida
Figura 45 Processo de extração de lamelas para MET através da técnica de FIB. a) Nano
manipulador posicionado para extração da lamela; b) Lamela polida e afixada à grade
de cobre pronta para ser analisada
Figura 46 Processo de caracterização por nanodureza. a) Equipamento utilizado; b)
Amostras posicionadas em suporte para análise
Figura 47 Comparação de micrografias obtidas por MO de uma mesma área analisada por
nanodureza. a) Área sem ataque, como analisada; b) Área atacada com nital e ácido
crômico, com marcas de nanoidentação preservadas
Figura 48 Vistas de um mesmo corpo de prova. a) Vista superior, evidenciando a
tortuosidade da interface ao longo da espessura; b) Vista lateral 1, com entalhe no
inconel; c) Vista lateral 2, com entalhe na interface
Figura 49 Microtomógrafo da PUC-Rio utilizado para realização das análises de
tomografia
Figura 50 Fluxograma de atividades realizadas para caracterização das interfaces
dissimilares

Figura 51 Esquema resumido do processo de fabricação dos corpos de prova da junta
soldada Tipo I. a) Extração por eletroerosão da região onde as interfaces de interesse
Figura 52 Ponta do entalhe vista pelo microscópio ótico
Figura 53 Esquema resumido do processo de fabricação dos corpos de prova da junta
soldada Tipo II. a) Extração por eletroerosão da região onde as interfaces de interesse
estão contidas; b) Soldagem a laser das extensões de inconel e de aço;
c) Posicionamento do entalhe
Figura 54 Esquema de aparato de montagem do ensaio de CTOD em meio hidrogenado.
Figura 55 Montagem do ensaio de CTOD em meio hidrogenado sob proteção catódica.
Figura 56 Corpos de prova ao longo do ensaio. a) Corpo de prova no início do ensaio; b)
Corpo de prova ao final do ensaio95
Figura 57 Exemplo da metodologia utilizada para medição de crescimento estável da trinca
Figura 58 Fluxograma de atividades realizadas para a construção da curva J-R97
Figura 59 Fluxograma das etapas realizadas para preparação superficial de corpos de
prova para avaliação do caminho percorrido pela trinca
Figura 60 Esquema de extração do corpo de prova cilíndrico para o ensaio de BTD.
Localização do corpo de prova em relação a juntas soldadas a) Tipo I; b)Tipo II.101
Figura 61 Montagem experimental elaborada para pré-hidrogenação dos corpos de prova
de BTD
Figura 62 Fluxograma para realização dos ensaios de BTD 104
Figura 63 Mosaicos obtidos por MO das quatro interfaces dissimilares das juntas soldadas
Tipo I. a) Baixo aporte, 10h de TTPS; b) Alto aporte, 10h de TTPS; c) Baixo aporte,
20h de TTPS; d) Alto aporte, 20h de TTPS. Imagens realizadas pelo LNNano,
Campinas. Tipo de ataque: nital e ácido crômico 108

- Figura 66 Quantificação de áreas de macrossegregação por amostra ...... 111
- Figura 68 Região contínua da interface A20. a) Imagem obtida por elétrons secundários;
  - b) Imagem obtida por elétrons retro espalhados. ..... 114
- Figura 69 Região descontínua da interface B10; b) Detalhe da morfologia de península.
- Figura 70 Comparativo entre regiões descontínuas das interfaces A20 e B10. ..... 116

- Figura 75 Situação hipotética de posicionamento do entalhe para ensaio de CTOD... 121

- Figura 78 Efeito do tempo de TTPS entre juntas soldadas com baixo aporte térmico. MO de região descontinua da interface a) B10 e b) B20, ambas sem ataque; Mapeamentos de nanodureza obtidos para as respectivas regiões c) B10 e d) B20...... 125
- Figura 79 Efeito do tempo de TTPS entre juntas soldadas com baixo aporte térmico. MO de região descontinua da interface a) A10 e b) A20, ambas sem ataque; Mapeamentos de nanodureza obtidos para as respectivas regiões c) A10 e d) A20...... 126
- Figura 80 Efeito do tempo de TTPS entre zonas parcialmente diluídas contínuas e descontínuas de uma mesma interface dissimilar, sem TTPS. MO de região da interface CS2 a) contínua e b) descontínua, ambas sem ataque; Mapeamentos de nanodureza obtidos para as respectivas regiões c) contínua e d) descontínua. ..... 127

Figura 82 Valores de nanodureza de região próxima à interface dissimilar A20...... 130

Figura 86 Mapeamento de dureza de região descontínua da interface CS2...... 133

Figura 87 Histograma de valores de dureza por condição de junta soldada..... 134

Figura 88 Curvas de tendência observadas no histograma de valores de nanodureza. 134 Figura 89 Análise da interface A20 por microscopia eletrônica de transmissão. a) Lamela extraída por FIB da interface dissimilar; b) Mosaico da região 1; c) Mosaico da região

Figura 90 Mosaico da interface A20 construído a partir de imagens de MET..... 137

Figura 91 Análise detalhada da região de inconel mais próxima à grade. a)Spot de difração
utilizado para fazer as imagens em campo escuro; b) Imagem observada em campo
claro; c) Imagem observada em campo escuro138
Figura 92 Análise de um dos precipitados por EDS 139
Figura 93 Curvas FxCMOD obtidas para a condição B10 140
Figura 94 Curva Jx∆a obtida para a condição B10140
Figura 95 Curvas FxCMOD obtidas para a condição A10141
Figura 96 Curva Jx∆a obtida para a condição A10141
Figura 97 Curvas FxCMOD obtidas para a condição B20 142
Figura 98 Curva Jx∆a obtida para a condição B20142
Figura 99 Curvas FxCMOD obtidas para a condição A20143
Figura 100 Curva Jx∆a obtida para a condição A20
Figura 101 Curvas FxCMOD obtidas para a condição CS1 144
Figura 102 Curva Jx∆a obtida para a condição CS1 144
Figura 103 Curvas FxCMOD obtidas para a condição CS2 145
Figura 104 Curva Jx∆a obtida para a condição CS2
Figura 105 Superfície de fratura CS2-CP4147
Figura 106 Gráfico comparativo de curvas Jx∆a para todas as condições 149
Figura 107 Curvas FxCMOD obtidas para diferentes taxas de ensaio e tempo de
hidrogenação 150
Figura 108 Pontos Jx∆a obtidos para diferentes taxas de ensaio e tempo de hidrogenação
Figura 109 Imagem obtida por MEV-FEG de superfície de fratura de clivagem
correspondente à condição B20-CP11152
Figura 110 Superfície de fratura apresentando áreas de descolamento, obtida por MEV-
tungstênio a partir da condição B10-CP13153

- Figura 113 Superfícies de fratura obtidas por MEV-FEG a partir de ensaios com menor taxa de deslocamento. Morfologia intergranular observada em A20-CP2, imagem por a) elétrons retro espalhados e b) elétrons secundários; c) Degraus de clivagem observados em A20-CP2; d) Degraus de clivagem observados em A20-CP1; e) Morfologia de descolamento observada em B10-CP3; f) Morfologia de descolamento observada em B20-CP7.
- Figura 114 Mosaico obtido por MO de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição B10-CP8, lamela retirada a 3mm de profundidade...... 158
- Figura 115 Mosaico obtido por MO de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição B10-CP13, lamela retirada a 2mm de profundidade...... 159
- Figura 116 Mosaico obtido por MO de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição A10-CP9, lamela retirada a 5mm de profundidade...... 160
- Figura 117 Mosaico obtido por MO de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição B20-CP9, lamela retirada a 4mm de profundidade...... 160
- Figura 118 Mosaico obtido por MO de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição A20-CP12, lamela retirada a 4mm de profundidade...... 161

Figura 119 Mosaico obtido por MO de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição B10-CP13, lamela retirada a 6mm de profundidade...... 161

hidrogenado. a) Juntas dissimilares com diversos tempos de TTPS [8]; b) Ensaios de

CTOD realizados no presente trabalho; c) Ensaios de CTOD com diferentes ter	npos
e temperaturas de pré-hidrogenação e ensaio [43].	. 181

- Figura 135 Compilado de resultados de CTOD. ..... 182

Figura 143 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo II, ensaio ao ar. a)
Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com ataque de nital e
ácido crômico
Figura 144 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo II, ensaio 1 ao meio.
a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com ataque de nital e
ácido crômico
Figura 145 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo II, ensaio 2 ao meio.
a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com ataque de nital e
ácido crômico
Figura 146 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo I, 10 horas de TTPS,
ensaio 1 ao meio. a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com
ataque de nital e ácido crômico
Figura 147 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo I, 10 horas de TTPS,
ensaio 2 ao meio. a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com
ataque de nital e ácido crômico
Figura 148 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo I, 20 horas de TTPS,
ensaio 1 ao meio. a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com
ataque de nital e ácido crômico 196
Figura 149 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo I, 20 horas de TTPS,
ensaio 2 ao meio. a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com
ataque de nital e ácido crômico

# ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 Reações anódicas e catódicas que podem ocorrer durante o processo de proteção
catódica [37]54
Tabela 2 Composição química dos materiais utilizados
Tabela 3 Condições de soldagem e código das juntas soldadas.       81
Tabela 4 Resultados de $J e \Delta a$ obtidos para cada corpo de prova da condição B10 140
Tabela 5 Resultados de $J e \Delta a$ obtidos para cada corpo de prova da condição A10 141
Tabela 6 Resultados de $J e \Delta a$ obtidos para cada corpo de prova da condição B20 142
Tabela 7 Resultados de $J e \Delta a$ obtidos para cada corpo de prova da condição A20 143
Tabela 8 Resultados de $J e \Delta a$ obtidos para cada corpo de prova da condição CS1 144
Tabela 9 Resultados de $J e \Delta a$ obtidos para cada corpo de prova da condição CS2 145
Tabela 10 Resultados de $J e \Delta a$ obtidos para cada corpo de prova da condição CS2 150
Tabela 11 Parâmetros obtidos após ensaio de BTD    169
Tabela 12 Comparativo de metodologias de avaliação de juntas dissimilares em meio
hidrogenado184

# ÍNDICE DE SIGLAS

CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Faces Centradas
CMOD	Crack Mouth Opening Displacement
СР	Corpo de prova
CTOD	Crack Tip Opening Displacement
HEDE	Hydrogen Enhanced Decoesion
HELP	Hydrogen Enhanced local plasticity
HEAC	Hydrogen Environment Assisted Cracking
IHAC	Internal Hydrogen Assisted Cracking
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
EDS	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
EPMA	Electron Probe Micro Analyser
MFEP	Mecânica da Fratura Elasto-Plástica
MFLE	Mecânica da Fratura Linear Elástica
ZF	Zona Fundida;
ZTA	Zona Termicamente Afetada
ZPD	Zona Parcialmente Diluída
TTPS	Tratamento térmico pós soldagem

## 1 INTRODUÇÃO

#### 1.1 Contextualização

A conjugação de materiais com diferentes composições químicas, motivada pela necessidade de associar suas diversas propriedades, como por exemplo resistência mecânica e propriedades anticorrosivas, aliado à necessidade de uni-los por soldagem, foram os fatores que motivaram o surgimento das juntas dissimilares.

Juntas soldadas dissimilares entre ligas ferríticas/bainíticas, como os aços carbono e baixa liga, e ligas austeníticas, como as ligas de níquel e os aços inoxidáveis austeníticos, estão presentes em diversos segmentos industriais, onde se destacam os segmentos de geração de energia, o petroquímico e o de papel e celulose [1]. Na década de 1940, juntas dissimilares já eram utilizadas na fabricação de caldeiras, através da utilização de aços inoxidáveis austeníticos como metal de adição sobre aços ligados ao cromo, molibdênio e vanádio [2]. Outro importante campo de utilização dessas juntas é no revestimento de vasos de pressão para serviços a elevadas temperaturas sob atmosferas ricas em hidrogênio [3].

Atualmente, juntas dissimilares do tipo aço – ligas de níquel vêm sendo amplamente empregadas pela indústria de óleo e gás em aplicações submarinas, onde são utilizadas para união entre componentes forjados e componentes revestidos com ligas resistentes à corrosão ou produzidos inteiramente a partir delas [4]. Neste contexto, destaca-se a união entre flanges (forjados) e tubulações revestidas com ligas do tipo CRA (*corrosion resistant alloy*), comumente empregados em equipamentos submarinos, como os *manifolds*.

Em aplicações submarinas, outro aspecto importante é que muitos componentes submetidos a elevados esforços mecânicos são confeccionados com aços de elevada resistência mecânica e, consequentemente, de alta temperabilidade, devido ao teor de carbono e de elementos de liga presentes. Sendo assim, a união destes materiais por soldagem demanda a realização de um tratamento térmico que seja capaz de revenir a microestrutura frágil obtida e então restabelecer a tenacidade e ductilidade da junta, além de reduzir as tensões residuais. Este tratamento térmico é denominado tratamento térmico pós soldagem (TTPS), e encontra-se ilustrado na Figura 1.



Figura 1 Ilustração de um tratamento térmico pós soldagem (TTPS) em uma junta soldada.

Em especial, a realização do TTPS em juntas dissimilares pode encontrar algumas dificuldades, como a de selecionar um parâmetro de tratamento térmico único que seja adequado para os diferentes materiais que compõem a junta. Além disso, muitas vezes é necessário realizar soldas em campo, e a necessidade de executar um tratamento térmico em campo agrega custos e tempo ao processo de instalação do equipamento. Neste cenário, surge a técnica de amanteigamento, como uma alternativa para viabilizar o TTPS em juntas dissimilares.

O amanteigamento é uma técnica em que se utiliza um material de transição depositado por soldagem sobre o metal de base antes da solda de união, com o objetivo de compatibilizar a soldagem entre materiais dissimilares. Além desta aplicação, também pode ser empregado como uma forma de evitar que o TTPS seja necessário após a soldagem de união. Desse modo, a composição química do amanteigamento deve ser compatível tanto com a do material de base quanto com a do metal de adição que será soldado a ele posteriormente.

Na união de componentes de aços de alta resistência, que requerem a realização do TTPS, o amanteigamento é utilizado como uma forma de garantir que apenas o conjunto amanteigamento/metal de base sejam submetidos ao TTPS, como ilustra a Figura 2. Isto só é possível porque a espessura do amanteigamento é dimensionada a fim de garantir que a ZTA da solda de união posterior esteja inteiramente contida nele, ou seja, que nenhuma alteração microestrutural seja provocada no metal de base por ocasião da solda de união, dispensando assim o TTPS. É importante ressaltar também que o consumível utilizado no amanteigamento não seja susceptível a precipitação de fases deletérias durante o tratamento térmico.



Figura 2 Etapas do processo de soldagem para uma junta soldada com amanteigamento: a) deposição da camada de amanteigamento; b) TTPS para recuperação da ductilidade da ZTA gerada pela soldagem anterior; c) solda de união, com a ZTA no interior da camada de amanteigamento.

Outro aspecto que justifica o uso do amanteigamento é a confecção de juntas onde apenas um dos materiais apresenta elevada resistência mecânica. Nestes casos, a temperatura e tempo de tratamento adequado ao aço de alta resistência poderiam degradar as propriedades mecânicas do outro material se não houvesse amanteigamento.

Em resumo, o amanteigamento pode viabilizar a união de materiais com diferentes históricos térmicos e até mesmo dispensar a realização do TTPS em soldas de união realizadas em campo. Geralmente são utilizadas ligas de níquel no processo de amanteigamento preferencialmente ao aço carbono, por apresentarem menor perda de resistência durante o TTPS, e por muitas vezes serem mais interessantes que aços inoxidáveis austeníticos, uma vez que esses são mais propensos à degradação das propriedades durante o tratamento térmico devido à formação de carbonetos, além de induzirem uma maior descarbonetação no metal de base [5]. As juntas dissimilares utilizadas em equipamentos submarinos são submetidas a proteção catódica como forma de prevenir a corrosão das regiões ferríticas e impedir a formação de pares galvânicos. No entanto, ao mesmo tempo que essa proteção soluciona o problema de corrosão, ela induz na superfície do material uma reação catódica que pode resultar na geração de hidrogênio, que por sua vez pode ser adsorvido e entrar na rede cristalina do material, acumulando-se nos denominados sítios de aprisionamento de hidrogênio, como por exemplo regiões de maior deformação plástica, contornos de grão, inclusões e interfaces entre diferentes microestruturas, promovendo assim um risco de fragilização por hidrogênio [4].

Na maior parte dos casos foi obtido sucesso durante a aplicação dessas juntas dissimilares. Entretanto, algumas delas, mesmo atendendo aos requisitos exigidos pelas normas internacionais vigentes para aplicação submarina, apresentaram falhas catastróficas em serviço, como as juntas do tipo AISI 8630-IN 625 que ocorreram no Mar do Norte e no Golfo do México. Em ambos os casos, observou-se uma superfície de fratura peculiar, cuja morfologia alternava regiões planas e regiões de clivagem [5].

Deste modo, diversos estudos começaram a ser desenvolvidos buscando compreender os fatores que levaram a essas falhas. Neste contexto, destacam-se os trabalhos de M. F. Gittos [3], que empenhou-se na busca por diversas metodologias que reproduzissem as mesmas superfícies de fratura daquelas encontradas nos acidentes, e Beaugrand et al. [4], que estudaram detalhadamente a microestrutura da interface de juntas AISI 8630-IN 625, buscando entender os pontos de susceptibilidade à falha por hidrogênio.

Posteriormente, Lippold et al. [6] votaram-se no sentido de compreender os efeitos do TTPS na microestrutura da interface dissimilar 8630-IN625, e verificou-se que, assim como já havia sido observado por Gittos e Gooch [7] em soldas de revestimento de metais austeníticos sobre aços Cr-Mo, um dos maiores causadores da fragilização das interfaces dissimilares era a migração de carbono que ocorria do metal de base para o metal de solda durante o TTPS. Dessa forma, o aço AISI 8630 começou a dividir espaço nas pesquisas com o aço ASTM A182 grau F22, devido ao seu menor teor de carbono e boa resistência mecânica. A partir de então, um melhor desempenho das juntas soldadas começou a ser observado [5,8].

Entretanto, ainda encontra-se dificuldade para avaliar e classificar o desempenho das diferentes juntas dissimilares em ambientes sob proteção catódica, devido à falta de uma metodologia de teste bem estabelecida e à carência de uma normatização direcionada para a região de interfaces dissimilares. Soma-se a isto o fato de que as metodologias disponíveis ainda apresentam pontos questionáveis e que, em alguns casos, implicam em baixa reprodutibilidade de resultados.

Desta forma, o presente trabalho se propõe a analisar o desempenho de interfaces dissimilares em meio hidrogenado através de duas metodologias distintas: a primeira, utilizando ensaios de mecânica de fratura em meio hidrogenado para a obtenção de curvas de resistência, podendo ser encontrada em diversos trabalhos anteriores [9–11]; já a segunda, não encontrada na literatura, utiliza ensaios de tração a baixa taxa de deformação (BTD), como forma de obtenção de parâmetros como tempo para falha, tensão máxima de resistência e redução de área. Para isso, foram utilizadas seis diferentes interfaces dissimilares, obtidas variando-se o processo de soldagem, aporte térmico, tempo de tratamento térmico pós soldagem e, em alguns casos, o material. Todas as seis condições encontram-se discriminadas e detalhadas no item 3.1 deste trabalho.

### 1.2 Objetivos

Este trabalho de mestrado tem por objetivo:

 i) Estudar comparativamente duas metodologias experimentais de avaliação de juntas soldadas dissimilares F22-IN625 e X70-IN625 submetidas à proteção catódica, sendo a primeira metodologia baseada em ensaios de mecânica da fratura e a segunda em ensaios de tração com baixa taxa de carregamento;

 ii) Analisar as vantagens e desvantagens de cada metodologia, confrontando os resultados obtidos e levando em consideração a capacidade do método de recriar as condições reais de trabalho, a reprodutibilidade dos resultados e a complexidade de montagem do ensaio e preparo do corpo de prova;

iii) A partir das propriedades mecânicas e de tenacidade à fratura obtidas anteriormente, aliadas à caracterização da interface dissimilar e sua superfície de fratura, compreender os mecanismos de falha presentes, bem como relacionar a influência das variáveis de processo (aporte térmico, tempo de alívio de tensão e processo de soldagem) à microestrutura e propriedades mecânicas da junta soldada.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1 Juntas soldadas dissimilares

A soldagem entre metais dissimilares é razoavelmente mais complexa que a soldagem de metais similares, sendo caracterizada por grandes gradientes de composição química e mudanças microestruturais ao longo da interface [12].

Existem diversos tipos de juntas dissimilares, tais como aço-alumínio e aço- ligas de cobre. No entanto, as juntas dissimilares entre aço e liga de níquel apresentam grande destaque devido à sua utilização no segmento de geração de energia, como nos setores de óleo e gás e nuclear. Neste caso, a liga de níquel pode ser utilizada como metal de adição para isolar o substrato, geralmente o aço, do contato com o ambiente, ou como uma camada intermediária entre materiais. Particularmente, esse trabalho propõe-se a estudar o uso de liga de níquel como amanteigamento de juntas de aço de elevada temperabilidade, onde se faz indispensável o uso do tratamento térmico pós soldagem (TTPS) para recuperar sua tenacidade e ductilidade.

Para que o uso de juntas dissimilares em diversas aplicações seja bem sucedido, deve-se realizar uma adequada seleção dos materiais que irão compor a junta dissimilar, bem como conhecer o comportamento metalúrgico da junta, de modo a evitar problemas durante a fabricação ou em serviço [12].

Devido a essa grande importância tecnológica e à complexidade do assunto, diversos estudos vêm sendo desenvolvidos acerca de juntas dissimilares. Neste trabalho será dado enfoque àquelas entre aços baixa liga e ligas de níquel.

Em 1992, Gittos e Gooch já estudavam a influência do TTPS na microestrutura e na tenacidade em diversas combinações de juntas dissimilares do tipo aço Cr-Mo-ligas de níquel e aço Cr-Mo-aço inox austenítico. Através de micrografias, medições de perfis de dureza, e ensaios CTOD, Gittos pôde observar um importante endurecimento na região do metal de solda próxima à linha de fusão [7]. Em 1998, Omar estudou as influências dos parâmetros de soldagem na região martensítica gerada próxima à interface dissimilar, chegando à conclusão de que através do controle da temperatura de pré

aquecimento e interpasse era possível reduzir a dureza dessa região em até 85 por cento quando o metal de adição utilizado era ENiCrFe-3 [13]. Em 1999, Lippold et al. observaram que a presença de H<sub>2</sub> no gás de proteção da solda induzia o surgimento de trincas na região martensítica de juntas dissimilares entre aço carbono e consumíveis austeníticos, e também relacionou a extensão dessa zona martensítica à composição do metal de adição, através do diagrama de Schaeffler [14]. Em 2007, DuPont et al. [1] analisaram como a elevada diluição próxima à interface dissimilar atuava na temperatura M<sub>s</sub> de transformação martensítica. Eles observaram que quanto maior o gradiente químico na interface, mais estreita seria a região martensítica da interface, logo, consumíveis a base de ligas de níquel gerariam uma região martensítica mais estreita que consumíveis austeníticos [1].

Após a ocorrência de algumas falhas catastróficas ocorridas nos anos 2000 em juntas dissimilares em presença de meio hidrogenado, as pesquisas acerca desse assunto se voltaram para a junta entre o aço AISI 8630 e a liga de níquel inconel 625. Dessa forma, diversos trabalhos começaram a ser desenvolvidos na tentativa de desvendar as causas das falhas ocorridas, uma vez que todas as juntas que falharam haviam atendido aos requisitos exigidos pelas normas internacionais vigentes. Gittos et al. [3], começaram então a desenvolver diversas metodologias de teste, com o objetivo de tentar reproduzir as mesmas superfícies de fratura daquelas encontradas nos acidentes e gerar resultados coerentes e reprodutíveis.

Em 2009, Beaugrand et al. [4] descreveram detalhadamente a microestrutura da região parcialmente diluída e da interface, e juntamente com o trabalho de J. Fenske [5], a nucleação e a propagação de trincas na interface dissimilar começaram a ser melhor compreendidas, bem como a relação microestrutural com a superfície de fratura. Neste período, aço AISI 8630 começou a dividir espaço nas pesquisas com o aço ASTM A182 Grau F22, referidos de agora em diante com a nomenclatura simplificada de 8630 e F22, respectivamente. Enquanto que o primeiro é um aço típico de construção mecânica, o segundo é também um aço baixa liga com elementos de liga (2,25% Cr e 1% Mo) em teores que o habilitam para serviço em elevadas temperaturas, sua principal aplicação até então. Um importante fator que motivou a utilização do F22 foi seu reduzido teor de carbono (aproximadamente a metade do teor encontrado no 8630), e como será visto no

item 2.1.4, essa é uma importante forma de reduzir a difusão de carbono do metal de base para o metal de solda durante o TTPS.

Além das características das juntas dissimilares na condição como soldada, é relevante a compreensão do efeito do TTPS na microestrutura e propriedades das juntas soldadas, tendo em vista a necessidade de realização deste tratamento em juntas de aço baixa liga com elevada temperabilidade. Os trabalhos mais recentes, a partir de 2013, desenvolvidos por M. F. Dodge [8,9,11,15,16], vêm apresentando importante contribuição para o entendimento do efeito do tratamento térmico pós soldagem tanto na microestrutura como nas propriedades mecânicas das juntas dissimilares.

A seguir, os fatores supra citados serão analisados em maior profundidade do item 2.1.1 ao 2.1.5, e os mecanismos de fragilização por hidrogênio em juntas dissimilares serão abordados no item 2.6.

### 2.1.1 Solidificação da poça de fusão em juntas dissimilares tipo Fe-Ni

A região da interface de juntas dissimilares apresenta características muito particulares, com mudanças abruptas de composição química e microestrutura ao longo de distâncias reduzidas [12]. Desse modo, a evolução microestrutural ao longo da linha de fusão é complexa, principalmente quando os metais dissimilares, em temperaturas próximas ao ponto de fusão, apresentam diferentes estruturas cristalinas. Esse é o caso de juntas soldadas entre aços baixa liga e ligas de níquel [12].

Nos casos onde uma liga de níquel é depositada sobre um substrato de aço baixa liga, a poça de fusão se solidificará sob uma estrutura cúbica de face centrada (CFC), conforme pode ser previsto aproximadamente pelo diagrama de fases Fe-Ni representado na Figura 3. No entanto, durante essa solidificação, o substrato de aço baixa liga vizinho à poça de fusão encontra-se sob a forma de ferrita delta, de estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC), devido às elevadas temperaturas impostas pelo ciclo térmico de soldagem nas regiões do metal de base próximas ao cordão de solda.



Figura 3 Diagrama de fases Fe-Ni calculado a partir do software Thermocalc. Adaptado de [17].

Deste modo, o crescimento epitaxial típico de juntas soldadas similares, que se inicia na ZTA do metal de base e apresenta crescimento colunar dos grãos perpendicularmente à linha de fusão, é suprimido, e em vez disso, o metal de solda se solidifica de modo heterogêneo nas bordas da poça de fusão, formando assim uma microestrutura quase paralela à linha de fusão [12]. A Figura 4 apresenta os dois tipos de solidificação descritos, epitaxial e heterogêneo, e os respectivos tipos de contornos resultantes de cada um deles.



Figura 4 Representação esquemática da solidificação da poça de fusão em juntas similares e dissimilares. Adaptado de [12].

Seguindo o resfriamento do cordão de solda, o substrato vizinho ao cordão sofre então uma transformação de fase, passando de ferrita delta à austenita, como pode ser observado pela linha azul diagrama Fe-Ni da Figura 3. Neste momento, a linha de fusão, que antes era formada de uma interface CCC-CFC, se transforma em uma interface CFC-CFC de alto ângulo e elevada energia. Essa interface é móvel, e devido a gradientes composicionais, de temperatura e diferenças de parâmetro de rede, ela é capaz de avançar em direção ao metal de solda até que a temperatura caia o suficiente de modo a não permitir mais esse avanço, formando assim os contornos tipo II [12,18].

Prosseguindo o resfriamento, os grãos de austenita do substrato se transformam então em martensita, para compor a microestrutura final da zona de transição [12]. Todas essas etapas encontram-se ilustradas na Figura 5.


Metal de base Aço-carbono/ baixa liga

Figura 5 Esquema da evolução microestrutural na linha de fusão de juntas dissimilares. As linhas curvas representam as isotermas referentes às temperaturas de transformação. Adaptado de [12,18].

Os contornos do tipo II apresentam grande importância, por estarem associados à maioria das falhas envolvendo juntas dissimilares em serviço. Isso ocorre, pois, esse tipo de contorno apresenta baixa resistência mecânica, além de uma morfologia praticamente planar com regiões martensíticas, tornando essa região um caminho preferencial para a propagação de trincas. A superfície de fratura que está correntemente relacionada a esse tipo de contorno denomina-se "*disbounding*", ou descolamento [12,14].

## 2.1.2 Macro-segregações

Na soldagem de juntas dissimilares as regiões próximas à linha de fusão costumam apresentar composição química, microestrutura e propriedades mecânicas consideravelmente diferentes daquelas apresentadas pelo centro do cordão de solda [19]. Essa variação composicional é considerada uma macro-segregação, e foi observada pela primeira vez, por Savage et al. [20]. Em seu trabalho, W. F. Savage descreveu uma região próxima à linha de fusão que não se misturava significativamente com o metal de solda, permanecendo assim com uma composição química muito próxima àquela do metal de base. A essa região foram atribuídas diversas denominações, dentre elas: *zona de mistura parcial, zona de mistura intermediária ou zona de depleção do metal de solda* [19].

A Figura 6 ilustra esquematicamente essa região. As setas indicam o fluxo (ou correntes de convecção) de metal de solda durante a soldagem, que não é forte o suficiente para homogeneizar toda a parcela de metal de base fundido com o metal de solda, mas é o bastante para movimentar algumas regiões do metal de base fundido em direção ao interior do cordão, levando à formação dessas heterogeneidades.



Figura 6 Zona parcialmente diluída ao longo da linha de fusão. Adaptado de [19].

#### 2.1.2.1 Mecanismo de formação das macrossegregações

Macrossegregações podem surgir próximas à linha de fusão de juntas soldadas dissimilares mesmo quando o metal de adição e o metal de base estiverem completamente misturados na poça de fusão. Essas regiões surgem a partir de uma diferença na temperatura liquidus entre o metal de solda e o metal de base. S. Kou e Y. K. Yang contribuíram significativamente para a compreensão das macrossegregações através de trabalhos nos quais são propostos os mecanismos para a formação dessas regiões [21,22].

Tais mecanismos de formação são dependes da relação entre a temperatura liquidus do metal de solda ( $T_{LS}$ ) e a temperatura liquidus do metal de base ( $T_{LB}$ ). No presente trabalho será estudado somente o mecanismo de formação onde  $T_{LB}>T_{LS}$ , por ser essa a condição encontrada nas juntas dissimilares entre aço e inconel.

A Figura 7.a) ilustra uma poça de fusão oriunda de uma solda entre metais similares. Observa-se que, como o metal de base e o metal de adição apresentam mesma composição química, a temperatura liquidus do metal de base  $(T_{LB})$  é igual a temperatura liquidus do metal de solda  $(T_{LS})$ . Define-se frente de fusão como a região dianteira da poça de fusão onde o metal de base se funde completamente, frente de solidificação como a região posterior da poça de fusão onde o metal de solda onde o metal de solda onde o metal de solda inicia seu processo de solidificação e zona pastosa como aquela em que a solidificação está acontecendo, ou seja, onde metal nos estados líquido e sólido coexistem.



Figura 7 Mecanismo de solidificação da poça de fusão em uma solda a) similar e b) dissimilar. Adaptado de [22].

Já a Figura 7.b), ilustra uma situação de soldagem dissimilar, onde o metal de adição é tal que  $T_{LS} < T_{LB}$ . Dessa forma, assumindo a homogeneidade de composição da poça de fusão, a frente de solidificação se dará sobre uma isoterma de temperatura  $T_{LS}$ .

Adjacente à linha de solidificação haverá uma faixa estreita de metal líquido cuja temperatura será superior a  $T_{LS}$ , mas inferior a  $T_{LB}$ . Essa região será importante para o entendimento do mecanismo de formação das zonas descontínuas que será descrito adiante [22].

Como a poça de fusão é considerada homogênea, suas bordas deveriam estar a uma mesma temperatura  $T_{LS}$ . No entanto, não é isso que se observa. A frente de fusão continuará sobre uma isoterma de temperatura  $T_{LB}$ , pois o metal que está à frente da poça de fusão ainda não se misturou ao metal de adição, sendo, portanto, composto puramente por metal de base, necessitando assim ser levado até  $T_{LB}$  para se fundir completamente [22].

De acordo com os princípios da mecânica dos fluidos, pela condição de não escorregamento, a velocidade de um fluido em contato com uma parede deve apresentar a mesma velocidade dessa parede. Reportando esse princípio à poça de fusão em questão, uma camada de metal de solda líquido estagnada ou de fluxo laminar deve se formar próxima às paredes da poça de fusão, e devido à sua proximidade com o metal de base, essa camada de fluido apresenta pouca mistura com o metal de adição [22].

Como consequência desse gradiente composicional entre o fluido laminar e o seio da poça de fusão, a frente de solidificação da poça passa a não ocorrer mais sob uma isoterma de temperatura  $T_{LS}$ , mas sim em uma faixa de temperaturas entre  $T_{LB}$  e  $T_{LS}$ , onde quanto maior a proximidade à parede da poça de fusão, mais próximo de  $T_{LB}$  estará a temperatura de solidificação. Essa temperatura por sua vez diminui à medida que se aproxima do bulk da poça de fusão, onde a temperatura de fusão será  $T_{LS}$  [22].

Como pode ser observado na Figura 8, a camada de metal líquido sob fluxo laminar se solidifica então paralelamente à linha de fusão, formando uma camada rica em metal de base denominada "região não misturada", "zona de deficiência de metal de adição" ou "zonas de praia". A espessura dessa camada pode variar ao longo da linha de fusão devido a flutuações de aporte térmico ou mudanças de direção no gradiente de temperatura [22].



Figura 8 Mecanismo de formação das macro-segregações contínuas ou também denominadas tipo "praia". Adaptado de [8].

Quando as forças convectivas atuantes sobre a poça de fusão forem mais intensas, pode ocorrer um arrastamento de metal líquido da camada estacionária ou de fluxo laminar para o interior da poça de fusão, conforme ilustra a Figura 9. Como foi dito anteriormente, existe uma faixa da poça de fusão adjacente à linha de solidificação que se encontra a uma temperatura superior a  $T_{LS}$  mas ainda inferior a  $T_{LB}$ , já que  $T_{LB}>T_{LS}$ . Dessa forma, se uma porção de material líquido da camada estacionária, cuja composição é aproximadamente a mesma do metal de base, for arrastada por convecção para a região da poça de fusão onde T< $T_{LB}$ , então ocorrerá um rápido resfriamento e solidificação desse material antes mesmo que haja alguma mistura significativa com o metal de solda. No entanto, se a porção de material da camada estacionária for arrastada para uma região da onde T>T<sub>LB</sub>, então ele se diluirá no metal de solda com a ajuda da convecção e não contribuirá para a formação de macro-segregações [22].



Figura 9 Mecanismo de formação das macro-segregações descontínuas ou também denominadas tipo "península" ou "ilhas". Adaptado de [8].

# 2.1.2.2 Efeito das macro-segregações no desempenho das juntas soldadas

As macrossegregações podem apresentar um efeito deletério para o desempenho de juntas soldadas dissimilares, tendo sido associadas em casos anteriores a fenômenos de fragilização por hidrogênio, corrosão e corrosão sob tensão. Especificamente no caso de juntas soldas entre aço e ligas de níquel, no interior das regiões de macrossegregação descontínua observa-se a formação uma microestrutura martensítica frágil, devido ao alto teor de diluição e elevada taxa de resfriamento a qual foi submetida durante a solidificação [21].

Deste modo, devido à natureza frágil dessas regiões, pode-se esperar que a propagação de uma trinca através das macrossegregações requeira menos energia do que sua propagação no metal base ou no metal de solda. Como tais regiões frágeis apresentam uma característica de descontinuidade ao longo da linha de fusão, uma vez nucleada a trinca em seu interior, ela irá se propagar ao longo da região martensítica até encontrar

um material de maior tenacidade, onde terá sua propagação interrompida caso o tamanho dessa trinca não tenha atingido o tamanho crítico [5].

Como foi visto anteriormente, a formação das macrossegregações não pode ser evitada nem mesmo quando ocorre uma mistura perfeita dos metais líquidos na poça de fusão. No entanto, pode-se reduzir seu efeito deletério quando, através de um controle adequado dos parâmetros de soldagem, restringe-se seu comprimento máximo, de modo que este seja inferior ao comprimento crítico de propagação da trinca no material [5]

Os efeitos dos parâmetros de soldagem sobre as características das interfaces dissimilares serão vistos em maior detalhe na seção 2.1.5.

#### 2.1.3 Microestrutura de juntas dissimilares Fe-Ni e efeito do TTPS

Inicialmente, o estudo de juntas dissimilares do tipo Fe-Ni era voltado para a aplicação em estruturas revestidas, como no trabalho desenvolvido por Gittos e Gooch [7] sobre a interface dissimilar entre aços carbono ou aços 2,25Cr-1Mo e metais de solda austeníticos.

Observou-se que a microestrutura da interface dissimilar era constituída por uma estreita faixa martensítica na região de elevada diluição adjacente a uma faixa de aspecto claro e liso no metal de solda, denominada *"featureless zone"*. Após 30 horas de tratamento térmico a 690°C, realizado a fim de revenir a martensita, observou-se um aumento de dureza em algumas regiões da zona parcialmente diluída [7].

Esse aumento de dureza foi relacionado ao fenômeno de difusão de carbono do metal de base para o metal de solda e à formação de martensita não revenida durante o TTPS. A difusão de carbono para o metal de solda austenítico, onde seu coeficiente de difusão é baixo, levaria à supersaturação e posterior precipitação de carbonetos no metal de solda, aumentando a dureza dessa região e reduzindo sua ductilidade. Além disso, a intensa diluição em algumas regiões próximas a linha de fusão leva a um abaixamento da temperatura  $A_{C1}$  e consequente estabilização da austenita a temperaturas inferiores àquela

na qual o TTPS é realizado. Dessa forma, ocorre a formação de martensita não revenida durante o resfriamento [7].

Alguns anos mais tarde, pesquisas voltadas para juntas dissimilares em aplicações submarinas começaram a ganhar importância. Beaugrand et al. [4] desenvolveram um estudo detalhado sobre a microestrutura da primeira camada de amanteigamento produzida por TIG *hot wire* com consumível inconel 625 sobre o aço forjado 8630 e submetida a um determinado TTPS. Observou-se que a interface dissimilar apresentava algumas regiões de macrossegregação, ou também denominadas "redemoinhos", compostas basicamente do metal de base e localizadas, principalmente, entre passes adjacentes. Essas estruturas também foram observadas ao longo de um mesmo passe, geradas por variações periódicas na penetração da solda e perturbações no arco elétrico [4].

Neste mesmo estudo, constatou-se que a microestrutura ao longo da interface dissimilar seria composta por sete diferentes zonas morfológicas, que se encontram apresentadas esquematicamente na Figura 10 e estão descritas a seguir, ordenadas do bulk do metal de base ao bulk do metal de solda:



Figura 10 Desenho esquemático da micrografia da interface dissimilar entre aço baixa liga (F22 ou 8630) e inconel 625. Adaptado de [4].

- Metal de base forjado de estrutura ferrítica, com pequena fração de carbonetos e inclusões;
- Ainda no metal de base, na ZTA de grãos grosseiros, observa-se algumas regiões denominadas *"fingers*", compostas de metal de adição que, quando fundido, penetrou no metal de base através dos contornos de grão de austenita prévia;
- Estreita faixa de metal de base descarbonetada, adjacente à toda extensão da linha de fusão;
- Ripas de martensita encontradas no interior das macrossegregações, que se estendem pela zona de diluição parcial e também podem estar localizadas em uma estreita faixa de metal de base próxima à interface;
- Região austenítica de solidificação planar imediatamente adjacente à interface, do lado do amanteigamento, aparentemente constituída por uma microestrutura única e homogênea, de aspecto liso;
- Região austenítica de solidificação dendrítica contendo carbonetos de nióbio e molibdênio interdendríticos;
- Bulk da primeira camada do metal de solda, apresentando menor população de carbonetos.

Alexandrov et al. [6] também exploraram a interface dissimilar 8630-IN625, soldada pelo processo TIG *hot wire* e submetida a um TTPS de 677°C por 8 horas. Utilizando a técnica de seccionamento de baixo ângulo, investigou-se a região austenítica de solidificação planar, uma vez que foi observado o trincamento assistido por hidrogênio nessa região durante serviço sob proteção catódica.

As principais regiões encontradas na interface foram semelhantes àquelas descritas por Beaugrand et al. [4], exceto pela zona de crescimento celular dendrítico que foi acrescentada às demais, localizada entre as regiões 5 e 6 descritas anteriormente. A Figura 11 ilustra a interface dissimilar e suas principais regiões morfológicas, antes e depois do TTPS.



como soldado

após TTPS

Figura 11 Interface dissimilar entre o aço 8630 e inconel 625. Zonas associadas: 1a) ZTA de grãos grosseiros constituída por martensita e bainita; 1b) ZTA de grãos grosseiros pós TTPS constituída por martensita revenida e ferrita; 2) Região de crescimento planar; 3) Região de crescimento celular dendrítico; 4) Região de crescimento colunar dendrítico; 5) Penetração de metal de solda nos contornos de grão. Adaptado de [6].

Foram realizados mapeamentos de microdureza a fim de se determinar a variação de dureza ao longo da interface dissimilar após a realização do TTPS. A ZTA do metal de base exibiu um perfil uniforme de dureza de aproximadamente  $250HV_{0,1}$ , com algumas regiões, mais próximas à interface, chegando a um mínimo de  $120HV_{0,1}$ , devido ao revenimento da martensita e à depleção de carbono. Já o metal de solda apresentou um valor médio de dureza em torno de  $300HV_{0,1}$ , no entanto na região de solidificação planar foi observado um aumento significativo de dureza, chegando a valores de até  $800HV_{0,1}$ [6]. A Figura 12 ilustra um dos mapeamentos realizados, onde é evidenciada essa grande variação de dureza ao longo da interface dissimilar.



Figura 12 Mapeamento de dureza na interface após TTPS. Adaptado de [6].

Através da análise química por EDS, pode-se verificar uma estreita faixa no interior da região planar onde os gradientes de concentração química de níquel e cromo variaram de praticamente zero para 30% e 10% em peso, respectivamente. Essa variação corresponde a uma mudança de diluição de 100%, no aço, a 60%, ao final dessa banda, como pode ser observado na Figura 13.



Figura 13 Análise composicional em linha realizada por XEDS. a) Seção transversal normal após TTPS e b) Seção transversal realizada por LAMS após TTPS. Adaptado de [6].

Devido a essa zona de mistura, que levou a mudança de composição química, previu-se por meio de simulações computacionais que algumas regiões da interface apresentariam teores de austenita retida após a soldagem, variáveis com o teor de diluição no ponto. Aliado a isso, o abaixamento das temperaturas  $A_{C1}$  e  $A_{C3}$ , também causado pela diluição, contribuiu para que, durante o TTPS, a microestrutura martensítica existente nas macro-segregações sofresse uma reversão total ou parcial para a fase austenítica [6]. A Figura 14 ilustra o abaixamento da temperatura A3 para uma região com 70% de diluição. É previsto que martensita seja formada nos pontos da interface onde pelo menos A1 esteja abaixo da temperatura de TTPS e cujo  $M_s$  esteja acima da temperatura ambiente.



Figura 14 Histórico de TTPS de uma junta dissimilar 8630-IN625. Variação da temperatura A3 com a diluição, prevista pelo software Thermo-Calc<sup>TM</sup>. Adaptado de [6].

Devido ao elevado teor de elementos de liga, essa austenita formada durante o TTPS, geralmente formada nas regiões de macro-segregação ou "redemoinhos", se transformará em martensita não revenida em temperatura ambiente, mesmo sob condições de resfriamento lento. Desta forma, consegue-se explicar a elevada dureza encontrada na região de macro-segregação da Figura 12.

Separadamente, foi realizada a análise da variação de concentração de carbono ao longo da interface dissimilar pela técnica de EPMA (*Electron Probe Micro Analyser*/Micro Análise por Sonda Eletrônica), uma vez que seu reduzido peso atômico inviabiliza sua detecção pelo método de EDS. O menor potencial químico do carbono na matriz austenítica do Inconel, comparativamente à matriz ferrítica do aço, aliado à elevada difusividade deste elemento na ferrita possibilita a migração de carbono do aço em direção ao inconel durante o TTPS, e seu acúmulo em regiões próximas a interface se dá devido à baixa mobilidade do carbono na austenita [6].

O resultado deste perfil de distribuição de carbono após o TTPS pode ser verificado na Figura 15, onde um pico de aproximadamente 1,5% em peso de carbono encontra-se localizado próximo à interface dissimilar, em uma região correspondente à zona de solidificação planar.



Figura 15 Análise por EPMA da distribuição de carbono ao longo da interface dissimilar pós TTPS. Adaptado de [6].

Deste modo, é a elevada concentração de carbono na zona planar a responsável pelo aumento acentuado de dureza observado anteriormente, levando assim a um aumento de susceptibilidade à fragilização por hidrogênio dessa região.

Como forma de contornar os obstáculos encontrados na soldagem de juntas dissimilares entre o aço 8630 e o metal de adição IN625, começou-se a desenvolver pesquisas substituindo o forjado 8630 pelo F22, cujo teor de carbono é aproximadamente metade do primeiro. Dodge et al. [8,10,15,23] e J. A. Fenske [5,24] desenvolveram trabalhos comparativos entre as juntas dissimilares 8630-IN625 e F22-IN625, observando a relação entre condições de TTPS, desempenho em meio hidrogenado e microestrutura.

Dodge et al. [16] analisaram tempos de TTPS de 0, 1, 10, 100 e 1000 horas, em temperaturas tipicamente utilizadas na indústria, de 675°C para a junta de 8630 e de 650°C para a de F22. Embora o tempo de tratamento térmico empregado, tipicamente para estes aços, esteja na faixa de 5 a 20 horas, essa gradação de 0 a 1000 horas foi realizada com o

objetivo de observar a evolução microestrutural e o efeito do superenvelhecimento nas juntas estudadas.

Observou-se a microestrutura das juntas dissimilares para três diferentes tempos de TTPS: primeiramente foi analisada a microestrutura da situação que apresentou menor resistência à fragilização por hidrogênio nos ensaios de CTOD em meio hidrogenado, que em ambos os casos foi a situação sem TTPS; em seguida, foram analisadas as condições de melhor desempenho nos ensaios CTOD, que para o F22 correspondeu a 10 horas de TTPS e no caso do 8630 correspondeu a 1 hora de TTPS; finalmente, foram estudadas também as microestruturas superenvelhecidas, onde a resistência ao hidrogênio voltou a cair, sendo essa condição correspondente a 100 horas para o F22 e 10 horas para o 8630 [16]. A Figura 16 apresenta as imagens de MET obtidas para cada uma das situações descritas anteriormente.



Figura 16 Comparativo de microestruturas analisadas por MET para diferentes tempos de TTPS. Adaptado de [16].

As microestruturas obtidas das juntas de F22 e de 8630 se apresentaram muito similares, exceto pelo tempo de TTPS que variou de uma ordem de grandeza entre elas. Na condição como soldada, podem ser observadas ripas de martensita não revenida paralelas à linha de fusão. Já na condição intermediária, observa-se uma região escura referente à martensita revenida, adjacente a uma região clara referente à zona de solidificação planar localizada no IN625. Na situação superenvelhecida, verifica-se que a martensita foi praticamente eliminada do metal de base, enquanto na zona planar observa-se o surgimento de precipitados intragranulares do tipo M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, orientados paralela e perpendicularmente à linha de fusão [16].

Com base no exposto anteriormente, pode-se associar o fenômeno de fragilização por hidrogênio a dois mecanismos competitivos relacionados ao tratamento térmico das juntas dissimilares. Em um deles, maiores tempos de tratamento térmico pós soldagem (TTPS) promovem o aumento da tenacidade devido ao revenimento da martensita formada na ZTA do material de base, enquanto o segundo mecanismo é responsável pela formação de carbonetos na zona planar devido à difusão do carbono. Sendo assim, o máximo desempenho nos ensaios CTOD está relacionado à ausência de carbonetos do tipo M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> [16].

O estudo desenvolvido por Dodge et al. [16] indicou que as juntas dissimilares de 8630 apresentaram uma significativa precipitação de carbonetos com 10 horas de TTPS, enquanto as juntas de F22 não apresentaram. Segundo o estudo, esta foi a explicação para o desempenho fracto-mecânico superior dessas juntas de F22 frente às juntas de 8630 tratadas nestas condições. Por outro lado, este trabalho de Dodge et al. [16] não aborda o tema de formação de martensita não revenida durante o tratamento térmico por abaixamento local da temperatura de austenitização.

Dessa forma, conclui-se que a reduzida atividade de carbono no F22 comparativamente ao 8630, nas temperaturas típicas de TTPS, promove uma atenuação do fenômeno de difusão e acúmulo de carbono na zona planar do metal de solda, retardando assim a formação de carbonetos do tipo M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, deletérios à tenacidade da junta soldada [15]. Sendo assim, a substituição do 8630 pelo F22 passou a ser considerada uma solução para os problemas de fragilização por hidrogênio que estavam ocorrendo na zona planar de juntas dissimilares sob proteção catódica.

Algumas outras soluções também vêm sendo estudadas, como a utilização de outros processos de soldagem ou metais de adição que gerem uma interface dissimilar mais reduzida, que apresente uma menor extensão martensítica e menor propensão à difusão de carbono para a região planar. Os efeitos de composição química do consumível e dos parâmetros de soldagem nas propriedades das interfaces dissimilares será mais detalhada nos itens 2.1.4 e 2.1.5.

# 2.1.4 Influência da composição química dos metais de base e de adição na microestrutura da junta dissimilar

Estudos acerca de juntas soldadas dissimilares utilizando aço carbono baixa liga como metal de base e aços inoxidáveis austeníticos ou ligas de níquel como metais de adição vêm constatando que as interfaces dissimilares mais susceptíveis ao trincamento por hidrogênio são aquelas que utilizam aços inoxidáveis austeníticos [1,7,14,15].

Rowe et al. [14], estudando a soldagem do aço A36 com diversos metais de adição (308, 309LSi e ERNiCr-3), verificou que a junta soldada de maior resistência ao trincamento por hidrogênio foi aquela que utilizou a liga de níquel como consumível, ou seja, o eletrodo ERNiCr-3 (inconel 625). Gittos et al. [7] constataram que dentre todas as juntas dissimilares entre um aço 2,25Cr-1Mo e os metais de adição 309L, 309Mo, 309Nb e 308L, aquela que apresentou maior faixa de microestrutura martensítica era referente ao metal de adição 308L, ao passo que a junta cujo consumível era uma liga de níquel (ERNiCr-3) apresentou a faixa de martensita mais estreita.

Nesse contexto, a utilização de diagramas constitucionais pode ser uma interessante ferramenta para previsão de microestruturas e consequentemente, de algumas propriedades de juntas dissimilares. A utilização de diagramas constitucionais para previsão de microestruturas do metal de solda em aços inoxidáveis vem sendo objeto de estudo há mais de 50 anos. Dentre os diagramas desenvolvidos, destaca-se o diagrama de Schaeffler [25].

Mesmo tendo sido construído com base em aços inoxidáveis, este diagrama vem sendo utilizado para prever também a microestrutura de diversas combinações de juntas dissimilares, incluindo aquelas entre aços carbono baixa liga e ligas de níquel [12].

Como pode-se observar na Figura 17, o eixo referente ao  $Ni_{eq}$  no diagrama de Schaeffler não engloba a composição das ligas de níquel. No entanto, é permitido que sejam feitas retas virtuais a fim de se determinar o efeito aproximado da diluição do metal de base na microestrutura a ser formada na região do cordão de solda adjacente à linha de fusão [12]. Tomando-se como exemplo os materiais indicados na Figura 17, pode-se observar que, para uma junta soldada dissimilar entre aço carbono e a liga de níquel ERNiCr-3 (inconel 625), deve-se ter uma diluição superior a 78% para que alguma microestrutura martensítica seja formada. Tal nível de diluição não costuma ser observado no interior do metal de solda, no entanto, na zona de transição entre os dois metais, observa-se valores de diluição consideráveis, possibilitando assim que regiões martensíticas sejam formadas nas proximidades da linha de fusão [12]. Por outro lado, se a solda for realizada entre um aço carbono e um aço inoxidável austenítico como o 309L, por exemplo, verifica-se que com apenas 33% de diluição já é prevista a formação de microestrutura martensítica no cordão de solda.

Deste modo, a faixa de diluição que corresponde à formação de uma microestrutura martensítica é muito mais ampla quando o metal de adição utilizado é um aço inoxidável austenítico, comparativamente às ligas de níquel. Sendo assim, conclui-se que quanto maior for a diluição mínima requerida pelo diagrama de Schaeffler para formação de martensita, menor será a faixa martensítica formada na interface dissimilar e portanto menor será a susceptibilidade da microestrutura ao trincamento por hidrogênio [14].





Figura 17 Diagrama de Schaeffler apresentando valores de diluição mínima para a formação de martensita. Adaptado de [14].

A Figura 18, retirada do trabalho de DuPont et al. [1] ilustra duas faixas de microestrutura martensítica formada pela deposição de (a)309L e (b)IN625 sobre o metal de base A285. Enquanto a largura a primeira camada varia de 1 a  $3\mu$ m para o IN625, no aço inoxidável 309L sua largura varia de 30 a  $37 \mu$ m, cerca de 10 vezes maior, confirmando assim as previsões com base no diagrama de Schaeffler.



Figura 18 Espessura da camada martensítica formada pela deposição de (a) 309L e (b)inconel 625 sobre o aço A285. Adaptado de [1].

Uma segunda forma de compreender a influência da composição química na extensão da faixa martensítica baseia-se na temperatura de transformação martensítica M<sub>s</sub>. Através dos diagramas composicionais da Figura 19 obtidos pela técnica de EPMA, nota-se que devido às diferenças de composição química entre metal de base e metal de solda, existe um gradiente composicional ao longo da interface dissimilar que é tão maior quanto mais distintas forem as composições dos materiais que estão sendo soldados.



Figura 19 Perfil de composição química obtido por análise EPMA ao longo da interface dissimilar formada pela deposição de (a) 309L e (b)inconel 625 sobre o aço A285. Adaptado de [1].

DuPont et al. [1] associaram através da Equação (1) uma temperatura Ms para cada ponto da interface dissimilar, de modo que o início da faixa de microestrutura martensítica seja marcado pela interface adjacente ao metal de base, e seu fim esteja relacionado ao ponto onde Ms atinge a temperatura ambiente, a partir do qual não haverá mais transformação martensítica uma vez que o resfriamento da junta soldada não atinge temperaturas abaixo da ambiente. Deste modo, quanto mais abrupto for o gradiente de composição química ao longo da interface dissimilar, mais estreita será a faixa de composição martensítica.

$$M_{S}(^{o}C) = 540 - (497\%C + 6,3\%Mn + 36,3\%Ni + 10,8\%Cr + 46,6\%Mo)$$
(1)

A mesma lógica utilizada nos exemplos anteriores pode ser aplicada quando o mesmo metal de solda é utilizado em diferentes metais de base, como no caso das juntas dissimilares 8630-IN625 e F22-IN625, onde observa-se que o maior teor de Ni<sub>eq</sub> do forjado 8630 confere a essa junta dissimilar uma faixa de martensita mais estreita que aquela apresentada pela junta F22-IN625 [15].

Observa-se que muitos esforços foram desenvolvidos com o objetivo de compreender as influências da composição química dos materiais na extensão da faixa martensítica que se desenvolve adjacente à linha de fusão em juntas dissimilares. No entanto, poucos estudos se propuseram a buscar formas de reduzir a migração e acúmulo de carbono na zona de solidificação planar durante TTPS. Recentemente, Bourgeois et al. [24] iniciaram simulações computacionais em juntas dissimilares do tipo F22-IN625 com o intuito de verificar se um aumento no teor de carbono do IN625 seria capaz de reduzir a difusão de carbono do metal de base para o metal de solda durante o TTPS, gerando assim um menor pico de concentração de carbono na região planar. No entanto, essa alteração no teor de carbono do IN625 se mostrou pouco eficiente na redução da difusão deste elemento para a zona planar.

# 2.1.5 Influência dos parâmetros de soldagem na microestrutura de juntas dissimilares

A. A. Omar [13] desenvolveu um estudo a fim de analisar os efeitos dos parâmetros de soldagem e do consumível na extensão da zona de elevada dureza de juntas dissimilares. Foi possível verificar que, uma vez controlada a velocidade de resfriamento do cordão de solda por meio da temperatura de pré-aquecimento e da temperatura de interpasse, era possível reduzir significativamente a extensão e a dureza das denominadas "zonas endurecidas".

Observa-se pelas Figura 20 e Figura 21 a forte influência da temperatura de préaquecimento no comprimento e na dureza das "zonas endurecidas". Além disso, pela Figura 21 é possível verificar que as juntas soldadas com o eletrodo ENiCrFe-3 podem chegar a atender ao requisito NACE de dureza (HV<250) caso as temperaturas de préaquecimento e interpasse sejam controladas e otimizadas durante todo o processo de soldagem, de modo a garantir a velocidade de resfriamento ideal para evitar a formação de martensita e ao mesmo tempo impedir a precipitação de intermetálicos [13].



Figura 20 Efeito da temperatura de pré-aquecimento e da espessura na extensão da região endurecida, em soldas dissimilares A36-E309 e A36-ENiCrFe-3. Adaptado de



Figura 21 Efeito da temperatura de pré-aquecimento e da espessura nos valores de dureza das juntas soldas dissimilares A36-E309 e A36-ENiCrFe-3. Adaptado de [13].

Beaugrand et al. [9], em busca de um procedimento de soldagem capaz de gerar juntas dissimilares mais resistentes à fragilização por hidrogênio, estudaram juntas do tipo 8630/IN625 produzidas por TIG, TIG *hot wire* e fricção. [5]

Foi constatado que nos processos a arco elétrico, a utilização de corrente pulsada promovia uma redução significativa da faixa de solidificação planar, sendo que para baixos aportes térmicos, essa faixa tornava-se imperceptível. Por outro lado, os processos a corrente constante exibiram uma maior zona de crescimento planar. Além disso, a aplicação de uma corrente constante minimizou as perturbações na poça de fusão, gerando assim uma interface com menor número de macrossegregações intrapasse [9].

Quanto ao aporte térmico, verificou-se que baixos aportes térmicos favoreciam a formação de martensita, localizada principalmente no interior das macrossegregações intra e interpasse. De um modo geral, observou-se processos com baixo aporte térmico favoreciam a formação das macrossegregações, ao passo que elevados aportes térmicos exibiam uma interface mais uniforme, apresentando uma menor quantidade de "redemoinhos" [9].

Desta forma, conclui-se que, para os processos a arco elétrico, torna-se difícil reduzir simultaneamente a microestrutura martensítica e a extensão da zona planar através somente do controle dos parâmetros de solda. Se for utilizado um elevado aporte térmico, a formação martensítica será desfavorecida, mas o elevado gradiente térmico gerado na poça de fusão levará a formação de uma zona de solidificação planar mais pronunciada. No caso contrário, quando se emprega um baixo aporte de calor, o gradiente térmico através da poça de fusão será menor, favorecendo logo a solidificação celular dendrítica e reduzindo a extensão da zona planar. Entretanto, a velocidade de resfriamento será maior, favorecendo assim a microestrutura martensítica [9].

Processos de união no estado sólido podem ser muito interessantes quando desejase unir metais dissimilares, e no trabalho de Beaugrand et al. constatou-se que a junta soldada pelo processo de fricção e submetida a um TTPS de 593°C por 10h apresentou o melhor desempenho dentre as juntas ensaiadas, quando comparadas as curvas J-R [9]. No entanto, deve ser considerada a complexidade de se realizar ensaios de tenacidade a fratura em juntas por fricção, devido à dificuldade de posicionamento do entalhe, uma vez que a interface entre os dois metais é muito irregular, podendo levar a uma grande dispersão de dados.

Quando o processo exigir proteção gasosa, recomenda-se utilizar um gás 100% inerte, sem a presença de  $H_2$  para evitar a entrada de hidrogênio atômico na poça de fusão [14], que poderia levar a um trincamento do cordão de solda antes mesmo de este ser submetido à proteção catódica.

#### 2.2 Mecânica da fratura

A mecânica da fratura é a ferramenta que permite tratar de forma quantitativa os defeitos e trincas existentes em um material [26]. Através do conhecimento da tenacidade à fratura do material juntamente com as equações da mecânica da fratura, tornou-se possível fazer previsões quanto ao tamanho máximo de defeito permissível em uma estrutura sob carregamento conhecido, ou o inverso, encontrar a carga máxima suportada para que não haja fratura em uma estrutura cuja distribuição de defeitos é conhecida.

Os primeiros cálculos realizados na tentativa de prever a tensão de fratura dos materiais chegavam em tensões muito superiores do que aquelas observadas experimentalmente, uma vez que tais cálculos eram baseados em uma estrutura cristalina perfeita, sem considerar os defeitos inerentes dos materiais [26]

Griffith, em 1920, foi o primeiro a relacionar tensão de fratura e tamanho de defeito, através de seu modelo do balanço energético [27]. Segundo ele, uma trinca préexistente em um material seria capaz de se propagar sob tensão somente se a energia elástica liberada com a propagação da trinca fosse superior ao trabalho necessário para criar uma nova superfície de fratura. Sua teoria apresentava previsões bem próximas àquelas encontradas experimentalmente quando o material ensaiado era o vidro, no entanto, para materiais metálicos essa previsão era falha, pois previa tensões de fratura muito abaixo daquelas observadas na prática [26].

Após a segunda guerra mundial, devido ao grande número de falhas ocorridas nos navios Liberty, o assunto começou a ganhar importância, deixando de ser uma assunto acadêmico para tomar uma grande importância tecnológica [27]. Orowan e Irwin, em 1949, observaram independentemente que o trabalho de deformação plástica do material deveria ser incluído no balanço energético, e então a teoria e prática começaram enfim a se aproximar [27]. Poucos anos depois, Irwin, com o auxílio da análise de tensões nas vizinhanças de uma trinca aguda e vazante desenvolvida por Westergaard, apresentou uma nova abordagem sobre o problema, através da criação do fator de intensidade de tensões (K) atuante na ponta da trinca [26,27]. Surge assim a mecânica da fratura linear elástica.

### 2.2.1 Mecânica da fratura linear elástica

Os materiais de elevada resistência mecânica tendem a apresentar baixa resistência à propagação de trincas, de modo que trincas e outros concentradores de tensão podem criar condições para a fratura catastrófica deste material, mesmo abaixo das tensões para as quais foram projetados, ou seja, sua resistência remanescente é reduzida drasticamente quando em presença de trincas e defeitos [28].

A mecânica da fratura linear elástica tem o objetivo de compensar as limitações dos conceitos tradicionais de projeto, baseados em limite de escoamento, limite de resistência, flambagem, dentre outros que não levavam em consideração o efeito da presença de defeitos nas estruturas [28,29].

Através do fator de intensidade de tensão definido por Irwin, foi possível relacionar o fator de Griffith, que trata a propagação da trinca sob o ponto de vista energético, com um novo parâmetro, o fator de intensidade de tensão, que descreve todo campo de tensões atuante na ponta da trinca, sendo assim mais tangível do ponto de vista de engenharia.

Como pode-se observar na Equação (2), o fator de intensidade de tensão envolve um termo correspondente à tensão aplicada externamente ( $\sigma$ ), um outro fator correspondente à dimensão da trinca (a) e um fator relativo à geometria do componente e disposição da trinca (Y). O índice I representa o modo de carregamento em tração, o mais utilizado dentre os 3 modos de carregamento possíveis e também o mais crítico.

$$K_I = Y \cdot \sigma \sqrt{\pi a} \tag{2}$$

Esse fator de intensidade de tensão na ponta de uma trinca pode variar conforme o nível de carregamento aplicado e com o comprimento do defeito. No entanto, existe um único valor crítico de  $K_I$  a partir do qual ocorrerá a propagação instável da trinca. Esse fator, denominado  $K_{IC}$ , é inerente de cada material e independe da geometria do componente, sendo assim uma propriedade intrínseca denominada tenacidade à fratura.

Para que aplicação da MFLE seja válida, e para que  $K_{IC}$  realmente represente uma propriedade do material independente da geometria do corpo de prova, é necessário que o raio da zona plástica na ponta da trinca seja pequeno suficiente em relação à sua espessura para que nele reine um estado triaxial de tensões. Ou seja, a pequena zona plástica existente na ponta da trinca deve estar envolvida por uma quantidade significativa de material no regime elástico de modo que esta região plástica esteja sob um estado plano de deformação.

No entanto, a utilização de  $K_{IC}$  não é adequada para materiais que apresentem elevada plasticidade, pois neste caso, seriam necessários corpos de prova de dimensões

muito elevadas para se alcançar um estado triaxial de tensões na ponta da trinca. Deste modo, foram desenvolvidos novos métodos para avaliar os materiais cuja zona plástica não permite o tratamento por  $K_{IC}$ , e estes métodos serão apresentados a seguir nos itens 2.2.2 e 2.2.3.

#### 2.2.2 Mecânica da fratura elasto-plástica

Assim como a MFLE surgiu com o objetivo de compensar as limitações dos conceitos tradicionais da mecânica dos sólidos, a MFEP foi desenvolvida para suprir as limitações na aplicação da MFLE em materiais dúcteis, onde o raio da zona plástica existente na ponta da trinca é grande o suficiente em relação à espessura de modo que o estado de tensões ao qual está submetido seja biaxial [29].

Durante os anos de 1960 e 1961 diversos pesquisadores se voltaram para o desenvolvimento de análises para corrigir a plasticidade observada na ponta das trincas de materiais mais dúcteis e tenazes. Dentre esses pesquisadores estão Irwin, Dugdale, Barenblatt e Wells [27].

Wells observou que a MFLE não era aplicável aos aços de média e baixa resistência, mas notou que as faces da trinca se afastavam com a deformação plástica, sendo ela também responsável pelo embotamento da ponta da trinca, antes afiada. Tais observações deram origem ao parâmetro hoje conhecido como CTOD. Em 1968, Rice desenvolveu outro parâmetro para caracterizar o comportamento não linear na ponta da trinca, expressando a energia liberada com a propagação através de uma integral em linha ao redor desta. Tal parâmetro ficou conhecido como integral J [27]. Esses parâmetros elasto-plásticos serão introduzidos nas seções 2.2.2.1 e 2.2.2.2 a seguir.

#### 2.2.2.1 CTOD

O parâmetro Crack Tip Opening Displacement ou CTOD, comumente representado pela letra delta minúscula,  $\delta$ , representa a distância entre as duas superfícies da trinca, medida na ponta da trinca, conforme ilustrado na Figura 22 [27,29,30].



Figura 22 Representação do parâmetro CTOD. Trinca inicialmente afiada que sofreu embotamento pela deformação plástica. Adaptado de [27].

A zona plástica formada na ponta da trinca é tão significativa que permite que suas duas paredes se separem sem que haja propagação da mesma, até que seja atingido um valor crítico, a partir do qual começa a haver propagação [29,30].

O modelo de Irwin considera que a existência da zona plástica leva a trinca a se comportar como se fosse maior do que sua dimensão física real a, ou seja, o tamanho efetivo da trinca passaria a ser  $a + r_p$ , sendo  $r_p$  o raio da zona plástica, de modo que a essa região atuaria como se fizesse parte da trinca [27,31,32].

Desta forma, Wells considerou uma trinca virtual de comprimento efetivo  $a + r_p$ e, utilizando a expressão de Irwin para o afastamento entre as superfícies da trinca em materiais elásticos, calculou o valor de CTOD como sendo a abertura entre as paredes da trinca virtual na ponta da trinca real [27,29]. Através desse modelo, foi possível relacionar o valor de CTOD com o fator de intensidade de tensões, para uma trinca vazante de comprimento 2*a* remotamente solicitada, conforme a Equação (3) [27,30]. Para clarificar a explicação, a Figura 23 ilustra o tamanho da trinca real, virtual, e os valores de CMOD e CTOD na trinca.

$$\delta = \frac{4}{\pi} \cdot \frac{K_I^2}{E \,\sigma_{LE}} \tag{3}$$

Onde *E* é o módulo de elasticidade do material e  $\sigma_{LE}$  representa seu limite de escoamento.

Tal relação é válida somente para situações cuja plasticidade na ponta da trinca é pequena comparativamente ao tamanho da trinca ( $r_p \ll a$ ). Pode-se observar que o valor de CTOD é tão maior quanto maior o valor de  $K_I$ , o que é coerente com a observação de Wells de que o embotamento na ponta da trinca seria tão maior quanto mais tenaz fosse o material. Além disso, observa-se também que tanto o limite de escoamento quanto o módulo de elasticidade são inversamente proporcionais a  $\delta$  e portanto, quanto maior a resistência e rigidez do material, menor sua tenacidade.



Figura 23 Relação entre CMOD, CTOD, tamanho de trinca real e tamanho de trinca virtual ou efetivo. Adaptado de [30].

Um segundo modelo, desenvolvido por Dugdale, Burdekin e Stone, propõe uma alternativa mais abrangente para a análise do CTOD. Neste modelo define-se uma trinca vazante de comprimento real 2a, em uma chapa infinita, remotamente carregada sob uma

tensão trativa e uniforme  $\sigma$ . Considera-se também a ideia de uma trinca virtual ou efetiva maior que a trinca real, de modo a abranger a zona plástica de comprimento  $\rho$ , conforme mostra a Figura 24 [29,31].



Figura 24 Modelo de Dugdale para zona plástica de uma trinca submetida a um estado biaxial de tensões. Adaptado de [27].

Dugdale propôs um método para cálculo de  $r_p$  para o caso de um estado biaxial de tensões reinante nessa região. Em seu modelo, toda a extensão da zona plástica estaria sob uma tensão uniforme, compressiva e uniaxial de módulo igual ao limite de escoamento do material, se opondo à abertura da trinca nessa região, de modo a anular o valor do coeficiente de intensidade de tensão *K* local [31,32]. Para este modelo, considera-se que o material não apresente endurecimento por deformação.

A partir deste modelo, Burdekin e Stone definiram CTOD como sendo a abertura entre as superfícies da trinca virtual na ponta da trinca real, obtendo assim a Equação (4) para  $\delta$  [27,28,30,32]:

$$\delta = \frac{8\sigma_{LE}a}{\pi E} \ln \sec\left(\frac{\pi}{2}\frac{\sigma}{\sigma_{LE}}\right) \tag{4}$$

Expandindo o termo ln *sec* em uma série de potências de  $\left(\frac{\pi}{2}\frac{\sigma}{\sigma_{LE}}\right)$ , e aplicando a aproximação  $\sigma/\sigma_{LE} \rightarrow 0$  (condição de carregamento elástico, necessária para validade do modelo de Wells), chega-se a Equação (5) [27,28,30]:

$$\delta = \frac{K_I^2}{E\sigma_{LE}} \tag{5}$$

Comparando as equações (4) e (5) para CTOD, observa-se grande concordância entre elas, exceto por uma ligeira diferença de um fator  $4/\pi$ , oriunda dos diferentes modelos aplicados para a correção de plasticidade [30].

Em laboratório, o valor de CTOD é obtido indiretamente, por meio da leitura do deslocamento das superfícies do material na borda da trinca, ou seja, o CMOD (*Crack Mouth Openning Displacement*), que será visto em detalhes no tópico 3.3.4. A partir de metodologias de ensaio normatizadas, é possível encontrar os valores de CTOD crítico  $(\delta_c)$  ou de iniciação  $(\delta_i)$ , a partir do qual ocorrerá propagação de trinca, bem como CTOD de carga máxima  $(\delta_m)$ , muito utilizado para materiais com tenacidade elevada. Uma vez determinados os valores de  $\delta$ , e com a curva de projeto em mãos, pode-se encontrar então a deformação crítica para um determinado tamanho de defeito, ou o defeito máximo permitido para uma determinada deformação aplicada, de modo a evitar a propagação de trincas.

#### 2.2.2.2 Integral J

O conceito de integral J, proposto inicialmente por J. R. Rice em 1968, apresenta uma outra alternativa para avaliação de estruturas quanto à possibilidade de fratura [28]. Com um enfoque da fratura essencialmente mecânico, esse parâmetro desconsidera os aspectos metalúrgicos e microestruturais do material [28,29]. Ao contrário do CTOD, encontra-se fundamentado em uma forte base matemática, fato que o torna muito útil para desenvolvimentos analíticos e métodos numéricos [29].

A fundamentação matemática de J se baseia em uma integral de contorno inicialmente desenvolvida por Eshelby para aplicação em discordâncias, e posteriormente

Rice aplicou essa ferramenta matemática às trincas[30,31]. Pelo teorema da conservação de energia demonstra-se que essa integral é independente da trajetória, e pode ser determinada a partir de uma análise de tensões, onde  $\sigma$  e  $\epsilon$  são definidos ao longo de um contorno arbitrário aplicado nas vizinhanças da ponta de uma trinca bidimensional [27,33], como observa-se na Figura 25.



Figura 25 Integral de contorno ao redor da ponta da trinca. Adaptado de [31].

Para viabilizar seus cálculos, Rice assumiu como válida a Teoria da Plasticidade da Deformação, ou seja, que as tensões e deformações apresentadas por um material no regime elasto-plástico poderiam ser consideradas as mesmas de um material no regime elástico não linear [33][27][31], uma vez que esses dois tipos de material apresentam o mesmo comportamento em carregamento, diferindo somente na resposta ao descarregamento [27]. A integral J é dada pela Equação 6:

$$J = \int_{\Gamma} \left( W dy - \vec{T} \frac{\partial \vec{u}}{\partial x} ds \right)$$
(6)

Onde:  $\Gamma$  é o contorno aleatório nas vizinhanças da trinca, de sentido anti-horário;

 $\vec{T}$  é o vetor de tensão, perpendicular ao contorno Γ, apontando para fora dele; W é a energia de deformação por unidade de volume,  $W(\varepsilon) = \int_0^{\varepsilon} \sigma_{ij} \cdot d \varepsilon_{ij}$ ; ds é um elemento de comprimento ao longo do contorno  $\Gamma$ ;

 $\vec{u}$  é o deslocamento na direção x

Portanto, fisicamente J mede a taxa de liberação de energia quando a trinca se propaga, sendo válido mesmo nos casos em que os efeitos da plasticidade não são negligenciáveis [29,31,32]. Rice também apresentou uma definição alternativa para J como sendo a diferença de energia potencial entre dois corpos identicamente carregados, com trincas de comprimento a e a + da [30,33].

Ao ser usado como critério de falha,  $J_{IC}$  apresenta o mesmo sentido físico que  $G_{IC}$  da teoria de Griffith, uma vez que ambos representam o valor de energia crítico associado ao início do crescimento da trinca. No entanto,  $J_{IC}$  é mais abrangente, por ser aplicável também aos casos com deformação plástica importante na ponta da trinca [31], como ilustra a Figura 26.



Figura 26 Modificações na ponta da trinca ao longo de um carregamento crescente. Adaptado de [31].

É importante lembrar que, para a integral J ser definida, Rice utilizou a Teoria da Plasticidade da Deformação, ou seja, um material no regime elasto-plástico poderia ser considerado como elástico não linear. Entretanto, no caso de uma propagação lenta e estável da trinca, pode ocorrer a relaxação de tensões em sua ponta, de modo que a ocorrência de pequenos descarregamentos viole esse postulado. Por essa razão, o uso da integral J deveria se limitar à iniciação da propagação da trinca, seja esse processo estável ou instável [30,31].

Para contornar essa limitação, pode-se utilizar a Teoria da Plasticidade Incremental, onde o comportamento do material sob carregamento é considerado elástico não linear, e o descarregamento, como elasto-plástico [31].

## 2.2.3 Curvas de resistência

A curva-R caracteriza a resistência de um material à propagação de uma trinca em função do seu tamanho [30]. Para materiais mais frágeis, onde o estado de tensão na ponta da trinca é triaxial, a resistência R pode ser considerada praticamente independente do comprimento da trinca. Já nos casos de materiais mais tenazes, onde a trinca se encontra sob um estado de tensão plana, observa-se que R experimenta um aumento com o tamanho da trinca [31], como pode-se observar na Figura 27.



Figura 27 Curvas de resistência esquemáticas para materiais (a) Frágeis e (b) Dúcteis. Adaptado de [30].

Isso ocorre pois, se uma carga constante  $\sigma_1$  for aplicada a um material dúctil contendo um defeito de comprimento  $a_1$ , sendo  $\sigma_1 > \sigma_{iniciação}$  para este determinado defeito, ele sofrerá uma pequena propagação que logo será interrompida por sua própria zona plástica, atingindo assim um comprimento  $a_2$ . Desta forma, é necessário aumentar a carga para que a propagação continue, mesmo que  $a_2 > a_1$ . Ou seja, a tensão para promover a propagação da trinca aumenta simultaneamente com o tamanho da trinca, até que um limite crítico seja atingido e ocorra assim a propagação instável [31].

A Figura 28 ilustra a relação dos fenômenos ocorridos na ponta da trinca e a curva de resistência. Pode-se observar que nos estágios iniciais, a curva R apresenta-se quase vertical, e um pequeno aumento aparente de trinca se dá devido ao embotamento da ponta da trinca. Uma vez atingido  $J_{IC}$ , a trinca começa a se propagar, mas como R é crescente, essa propagação se dá de forma estável [27].


Figura 28 Curva esquemática J-R de um material dúctil [27].

Dessa forma, a curva-R fornece uma descrição completa sobre o comportamento de fratura de um material. A tangente é um indicativo da estabilidade do crescimento da trinca naquele ponto, e pode ser quantificada por um coeficiente adimensional denominado módulo de rasgamento,  $T_R$ , dado pela equação 7 [27,32]:

$$T_R = \frac{E}{\sigma_o^2} \frac{dJ_R}{da} \tag{7}$$

No item 3.3.5 será visto em detalhe como construir a curva de resistência, seus requisitos de validação e quais informações podem ser obtidas a partir dela.

# 2.3 Corrosão eletroquímica do ferro em meio aquoso

Segundo Herbert H. Uhlig, a corrosão é um ataque destrutivo de um metal que ocorre devido a reações químicas ou eletroquímicas dele com o meio [34]. No caso da corrosão eletroquímica, quatro fatores são essenciais para que o processo corrosivo aconteça, são eles [35]:

- Reação anódica (ou de oxidação)
- Reação catódica (ou de redução)
- Transferência de elétrons entre o anodo e o catodo
- Condução de íons através do eletrólito

No caso da corrosão em tubulações de aço imersas em ambientes marinhos, a reação anódica ocorre na superfície do aço, com a dissolução do ferro, segundo a seguinte equação de oxidação:

$$Fe \rightarrow Fe^{2+} + 2e^{-}$$

Para potenciais mais elevados, o número de oxidação do ferro pode chegar a +3, conforme a seguinte equação:

$$Fe^{2+} \rightarrow Fe^{3+} + e^{-}$$

Simultaneamente, enquanto os átomos de ferro presentes na estrutura do material se oxidam, espécies do meio sofrem redução, segundo as seguintes equações:

Meio aquoso neutro não aerado:  $2H_2O + 2e^- \rightarrow H_2 + 2OH^-$ 

Meio aquoso neutro aerado:  $1/2 O_2 + H_2 O + 2e^- \rightarrow 2OH^-$ 

Tais reações introduzem os íons  $Fe^{2+}$ ,  $Fe^{3+} e OH^-$  na solução, no caso, a água do mar, podendo se combinar sob a forma de  $Fe(OH)_2$  e  $Fe(OH)_3$  precipitados. Como tais hidróxidos não apresentam a capacidade de formação de uma película contínua e protetora na superfície do ferro, o processo de corrosão continua a ocorrer [35]. No caso de tubulações em meios marinhos, pode-se observar desde perda de espessura, quando a corrosão for uniforme, até pites e perfurações, provocando vazamentos, quando esta corrosão ocorrer de forma localizada.

Para evitar este tipo de problema, deve-se atuar no sentido de controlar a corrosão, e isso é possível quando um ou mais dos quatro fatores essenciais para ocorrer a corrosão eletroquímica são inibidos.

A figura Figura 29 ilustra o Diagrama de Pourbaix do ferro em meio aquoso a  $25^{\circ}$ C. Esse diagrama é construído a partir de todas as reações possíveis associadas com o ferro em meio aquoso, e através de equações termodinâmicas é possível prever os compostos mais estáveis para as determinadas condições de pH e potencial. As regiões brancas são aquelas em que a espécie mais estável é um íon, ou seja, nessas regiões o ferro sofrerá corrosão. Nas regiões em tom de cinza escuro, o produto de corrosão do ferro é sólido, ou seja, existe a possibilidade de passivação, caso os produtos formados sejam protetores. Finalmente, a região cinza clara é denominada região de imunidade, ou seja, o ferro não sofre corrosão frente à água, uma vez que a espécie mais estável termodinamicamente é  $Fe^{0}$ .



Figura 29 Diagrama de Pourbaix do ferro em presença de água a 25°C [36].

# 2.4 Proteção catódica

A proteção catódica é uma importante técnica de prevenção e controle de corrosão, que vem sendo aplicada com sucesso no combate à corrosão de instalações metálicas enterradas, submersas e em contato com eletrólitos, como gasodutos, plataformas submarinas de prospecção e produção de petróleo, tubulações, navios, dentre outros [37].

Esta técnica foi reportada pela primeira vez em 1824, quando o Sr. Humphry Davy observou que o cobre poderia ser protegido da corrosão quando acoplado a ferro ou zinco. Já a proteção catódica por corrente impressa foi aplicada pela primeira vez em torno do ano de 1910, nos EUA e na Inglaterra, em estruturas enterradas [34].

A proteção catódica consiste em levar a estrutura que se deseja proteger a potenciais baixos o suficiente de modo a atingir a região de imunidade no diagrama de Pourbaix, representada pela área azul na Figura 30.



Figura 30 Diagrama de Pourbaix do ferro em meio aquoso com critério de proteção catódica de -0,53V. Adaptado de [36].

Nesta região, a espécie mais estável termodinamicamente é o ferro metálico. Desta forma, ao contrário do que ocorre na corrosão, o metal é protegido e quem passa a sofrer oxidação são as espécies presentes no meio.

Embora essa técnica seja eficiente na proteção de estruturas metálicas completamente expostas ao meio, ela se torna mais econômica e simples quando a superfície a proteger já se encontra previamente revestida. Nestes casos, a proteção catódica irá atuar de forma complementar, nas regiões de falha do revestimento, como poros e fissuras [37].

A proteção catódica pode se dar de duas formas: proteção galvânica ou por anodo de sacrifício e proteção por corrente impressa. Essas duas variações da técnica serão detalhadas nos tópicos 3.4.1 e 3.4.2.

# 2.4.1 Proteção catódica galvânica

O anodo de sacrifício confere proteção a uma estrutura metálica através da formação de um par galvânico com esta, no qual a estrutura protegida atua como o catodo do par galvânico. Para isso, o anodo de sacrifício deve ser constituído de um material de menor potencial de corrosão que aquele do metal a ser protegido, de modo a se oxidar preferencialmente a este [38].

Um aspecto interessante desta técnica é sua versatilidade de poder ser empregada onde não é possível ter acesso a fontes de energia. Além disso, tal técnica dispensa o uso de equipamentos, e por isso é muito utilizada em aplicações de pequeno porte, o que não a impede de ser aplicada também em outros casos de maior porte como cascos de navio e plataformas offshore. Os metais mais utilizados como anodo de sacrifício são zinco, alumínio e magnésio [36].

## 2.4.2 Proteção catódica por corrente impressa

No caso de proteção por corrente impressa, utiliza-se uma fonte externa de eletricidade acoplada a um retificador, que imprime determinada corrente elétrica entre os anodos inertes e a estrutura a ser protegida [39]. Também é utilizada como aliada à proteção por revestimento, atuando nas regiões de defeito deste. Com o passar do tempo, ocorre a degradação dos revestimentos, e uma maior área de material passa a entrar em contato com o meio, levando assim a uma maior demanda por corrente elétrica, para que a densidade de corrente sobre toda a superfície exposta possa se manter constante [36].

Ao contrário da proteção galvânica, onde o potencial imposto pelos anodos de sacrifício é constante, a corrente impressa permite ajustar o potencial ou a corrente de proteção de modo a otimizar as condições eletroquímicas de proteção. Além disso, esse método é mais adequado para a proteção de estruturas com elevada área superficial, e necessitam de menor manutenção pois na maioria das vezes os anodos utilizados por essa técnica são inertes, como platina e grafite [38].

A Tabela 1 traz as reações anódicas e catódicas que podem ocorrer durante o processo de proteção catódica. Observa-se que em todos os casos, hidroxila é gerada no catodo. Esse aumento na concentração de hidroxila pode levar a uma elevação localizada de pH na superfície do catodo, podendo levar o material para uma região de corrosão no diagrama de Pourbaix (ex.: metais anfóteros e ferro quando pH>12, para uma determinada faixa de potencial). Outro fenômeno observado na superfície do catodo, em meios não aerados, é a geração de hidrogênio, que em alguns casos também pode causar danos à microestrutura do material, como será visto no tópico 2.5.

		Áros spádics	Área catódica				
		Area anodica	Meio aerado	Meio não aerado			
Proteção	Eletrodo de Al	$Al \to Al^{3+} + 3e^-$					
por anodo de	Eletrodo de Mg	$Mg \rightarrow Mg^{2+} + 2e^{-}$	$H_20 + 1/20_2 + 2e^- \rightarrow 20H^-$	$\begin{array}{c} 2H_2 O+2e^- \rightarrow \\ H_2+2 O H^- \end{array}$			
sacrifício	Eletrodo de Zn	$Zn \rightarrow Zn^{2+} + 2e^{-}$	-				
	Oxidação da água	$H_2 0 \rightarrow 2H^+ + 1/20_2 + 2e^-$					
Proteção	Eletrodo		-				
por corrente	de grafite <sup>(*)</sup>	$M \rightarrow M^{n+} + ne^-$	$\begin{array}{c} H_2 O + 1/2O_2 + 2e^- \rightarrow \\ 2OH^- \end{array}$	$\begin{array}{c} 2H_2O+2e^- \rightarrow \\ H_2+2OH^- \end{array}$			
impressa	Eletrodo de metal nobre <sup>(*)</sup>	$C + O_2 \rightarrow CO_2$					

Tabela 1 Reações anódicas e catódicas que podem ocorrer durante o processo de proteção catódica [37].

<sup>(\*)</sup> Reações secundárias, quando o eletrodo não for totalmente inerte. Idealmente, para um eletrodo perfeitamente inerte, tais reações não ocorreriam.

# 2.5 Fragilização por hidrogênio

O ingresso de hidrogênio atômico na estrutura cristalina de um material pode levar a sérios danos em seu desempenho. Tal fenômeno pode ocorrer não somente nos aços como também em diversos outros tipos de liga, como alumínio, titânio e níquel [27].

O efeito deletério do hidrogênio sobre as propriedades mecânicas dos metais foi relatada pela primeira vez em 1875 por W. H. Johnson [40]. Em seu trabalho, Johnson observou um importante decréscimo de tenacidade e tensão de ruptura em fios de aço que foram imersos temporariamente em soluções de ácido clorídrico e sulfúrico. Também observou-se que logo após a fratura, se a superfície fosse umedecida, a formação de bolhas era observada, e que esse efeito deletério era temporário, sendo a ductilidade e a

resistência mecânica recuperadas gradativamente após a retirada do material do meio ácido [40].

Sugere-se que a fragilização por hidrogênio seja dividida em duas categorias: fragilização assistida pelo hidrogênio do meio (HEAC) e fragilização assistida pelo hidrogênio do interior do material (IHAC) [27]. No primeiro grupo, o hidrogênio atômico é formado na superfície do material, como nos casos em que há exposição direta à atmosfera de H<sub>2</sub>, vapor de água ou quando o material encontra-se sob proteção catódica. No segundo grupo, o hidrogênio responsável pela fragilização já se encontra dissolvido no material, como é o caso de juntas soldadas onde no momento da solda houve ingresso de hidrogênio atômico na poça de fusão, oriundo da humidade atmosférica ou do fluxo de solda, e no momento da solidificação esse hidrogênio permaneceu no cordão de solda.

Neste trabalho, por se tratar de estruturas submetidas à proteção catódica, será dada mais atenção aos casos de fragilização associada à proteção catódica, onde o hidrogênio atômico que ingressa pela superfície do material (catodo) é produto da reação de redução que se dá em sua superfície. Tal mecanismo de ingresso de hidrogênio será explicado mais detalhadamente no item a seguir.

# 2.5.1 Ingresso do hidrogênio nos metais por proteção catódica

A entrada de hidrogênio na estrutura metálica é a primeira etapa de um processo que pode levar à fragilização por hidrogênio, sendo essencial para a ocorrência deste fenômeno [41]. Apesar de existirem diversos modos de ingresso, neste item será tratado especificamente da entrada de hidrogênio promovida pela proteção catódica em eletrólitos aquosos.

Primeiramente ocorre a evolução do hidrogênio na superfície do metal. Acreditase que esse fenômeno ocorra em duas etapas sucessivas, onde a primeira etapa, comum a todos os metais, consiste ou na descarga dos prótons hidratados (quando em meio ácido) ou na eletrólise da água (quando em meio neutro ou alcalino), conforme as equações 1 e 2 respectivamente [41]:

1ª Etapa da evolução do hidrogênio:

Meio ácido:  $H_3O^+ + M + e^- \rightarrow MH_{ads} + H_2O$ 

Meio básico:  $H_2O + M + e^- \rightarrow MH_{ads} + OH^-$ 

Na segunda etapa ocorre o desprendimento dos átomos de hidrogênio da superfície metálica, e esse mecanismo depende da natureza do eletrodo e da densidade de corrente catódica, e pode se dar por meio de dessorção química ou eletroquímica, conforme as equações 3, 4 e 5 [41]:

2<sup>a</sup> Etapa da evolução do hidrogênio:

Dessorção química:  $MH_{ads} + MH_{ads} \rightarrow H_2 + 2M$ 

Dessorção eletroquímica em meio ácido:  $MH_{ads} + H_3O^+ + e^- \rightarrow H_2 + H_2O + M$ 

Dessorção eletroquímica em meio básico:  $MH_{ads} + H_2O + e^- \rightarrow H_2 + OH^- + M$ 

No entanto, uma parcela do hidrogênio que foi adsorvido na superfície do catodo é absorvida e consegue penetrar na estrutura cristalina do metal. A taxa de hidrogênio absorvida é dependente de muitas variáveis como natureza do metal ou liga, sua composição química, seu histórico termomecânico, condições superficiais, composição do eletrólito, pressão, temperatura, potencial do eletrodo e corrente catódica.

Existem dois modelos propostos para explicar essa entrada do hidrogênio através da superfície metálica. O primeiro, desenvolvido por Bockris, considera um estágio intermediário no processo de evolução do hidrogênio, através do qual o hidrogênio eletrolítico adsorvido entra em equilíbrio com o hidrogênio absorvido pelo metal, segundo a sequência de equações de 6 a 8 [41]. Neste modelo, a taxa de permeação de hidrogênio seria proporcional à área do eletrodo recoberta por átomos de hidrogênio adsorvido:

$$H_{3}O^{+} + M + e^{-} \xrightarrow{k_{1}} MH_{ads} + H_{2}O$$
$$MH_{ads} \xleftarrow{k_{2}} MH_{abs}$$
$$MH_{ads} + MH_{ads} \xrightarrow{k_{3}} H_{2} + 2M$$

Já no segundo modelo, proposto por Bagotskaya e Frumkin, propõe-se que a reação de absorção do hidrogênio se dê no mesmo ato elementar de descarga dos prótons hidratados. Desta forma, a reação de absorção e adsorção ocorrem em paralelo, independentemente. As reações propostas são representadas pelas equações de 9 a 11 [41]:

$$H_{3}O^{+} + M + e^{-} \xrightarrow{k_{1}} MH_{ads} + H_{2}O$$
$$H_{3}O^{+} + M + e^{-} \xleftarrow{k_{4}} MH_{abs} + H_{2}O$$
$$MH_{ads} + MH_{ads} \xrightarrow{k_{3}} H_{2} + 2M$$

# 2.5.2 Comportamento do hidrogênio na rede cristalina

Não há um único modelo ou teoria que seja capaz de explicar todos os efeitos associados ao hidrogênio nos diversos materiais. No entanto, em quase todas as teorias se reconhece que uma das características mais importantes do hidrogênio é sua elevada difusividade nos materiais, mesmo a temperatura ambiente, devido ao seu pequeno raio atômico [30].

Em geral, o hidrogênio tende a se concentrar em regiões de defeitos e descontinuidades do material, como discordâncias, contornos de grão, inclusões, como mostra a Figura 31.



Figura 31 Representação esquemática dos defeitos em um metal e a distribuição dos átomos de hidrogênio na estrutura: (a)Interstícios da matriz; (b) Sítios de armadilhas superficiais; (c) Camada sub superficial; (d)Contornos de grão; (e)Discordâncias; (f)Lacunas [41].

Em uma estrutura sob solicitação mecânica não uniforme, há uma força motriz de migração de hidrogênio, que é função do volume do átomo de hidrogênio na rede ( $\Omega$ ), e do gradiente da componente de tensão hidrostática na rede cristalina ( $\sigma_p$ ). A expressão que rege a concentração local de hidrogênio ( $C_H$ ) no sistema BCC do ferro (ferrita), está descrito na Equação (8), onde  $C_0$  é a concentração de equilíbrio de hidrogênio na rede sem solicitação mecânica [30]:

$$ln\frac{C_H}{C_0} = \frac{\Omega\sigma_p}{RT} \tag{8}$$

Do ponto de vista físico, está provado que as maiores concentrações de hidrogênio estarão localizadas onde houver maior intensidade de tensão hidrostática. No caso em que o material apresente trincas, essa região de concentração se dará na ponta da trinca.

Do ponto de vista físico, pode-se entender que o aumento localizado de tensão hidrostática gerado na ponta da trinca tende a expandir a rede cristalina, elevando localmente a solubilidade do hidrogênio [27], conforme ilustra a Figura 32.

Deste modo, a elevada concentração de hidrogênio na ponta da trinca leva a uma fragilização da região vizinha. Essa fragilização, associada ao elevado nível de tensões local, resulta em microtrincas que vão evoluindo até se conectarem à trinca principal, levando assim a um processo de propagação gradativo e contínuo, pois uma nova atmosfera de hidrogênio irá se formar na ponta desta trinca e o processo prossegue de maneira cíclica [27].



**HEAC:** fragilização assistida pelo hidrogênio do meio **IHAC:** fragilização assistida pelo hidrogênio interno ao material

Figura 32 Desenho esquemático de um processo de fratura assistida pelo hidrogênio, que pode ser oriundo de fontes externas ou encontrar-se dissolvido no interior do material. Adaptado de [27].

## 2.5.3 Mecanismos de fragilização por hidrogênio

Nos tópicos anteriores, 2.5.1 e 2.5.2, foi visto como o hidrogênio passa do meio até a ponta da trinca. Neste tópico serão expostos brevemente cinco modelos propostos para explicar o fenômeno de fragilização que ocorre através da interação do hidrogênio com a rede cristalina.

#### Teoria da Decoesão interfacial (DHE-Hydrogen Enhanced Decohesion)

Teoria originalmente proposta por Troiano, defende que o hidrogênio se difunde pela estrutura até as regiões de triaxialidade de tensões, causando uma redução localizada na força de coesão da rede. No entanto, os mecanismos envolvidos ainda não estão claros [30].

#### <u>Teoria da pressão</u>

Após entrarem na estrutura sob a forma atômica, os átomos de hidrogênio se recombinariam em sítios preferenciais, como vazios, contornos de grão e inclusões, formando moléculas de H<sub>2</sub>, e causando um aumento na pressão interna. Quando esse aumento de pressão interna excede um valor crítico, então ocorre o trincamento induzido por hidrogênio (HIC-*hydrogen induced cracking*) [30].

A solubilidade do hidrogênio é fortemente influenciada pela presença de defeitos e impurezas no material. Deste modo, apesar de sua solubilidade no aço ser pequena, uma quantidade considerável de H pode ser acomodada nas regiões de defeitos e descontinuidades [30].

#### Energia de superfície

Segundo esta teoria, o hidrogênio atua reduzindo a energia superficial do material deste modo, pelo critério do balanço energético de Griffith, a energia necessária para a trinca se propagar também será menor [30].

# <u>Plasticidade local aumentada pelo hidrogênio (HELP- Hydrogen Enhanced Local</u> <u>Plasticity)</u>

Bachem propôs um modelo no qual o hidrogênio facilitaria a movimentação de discordâncias, causando então um aumento de plasticidade localizado. Esse fenômeno facilitaria então a deformação, e o crescimento da trinca ocorreria através de uma severa deformação localizada na ponta da trinca [30].

# 2.6 Fragilização por hidrogênio em juntas dissimilares

Em juntas soldadas similares, como por exemplo as soldas em aço-carbono, observa-se que as trincas causadas assistidas por hidrogênio geralmente se iniciam na ZTA de grãos grosseiros, por ser uma região que conjuga microestrutura susceptível, tensões residuais e hidrogênio supersaturado [19]. No entanto, quando se trata de juntas dissimilares Fe-Ni, verifica-se que esse processo de fragilização afeta principalmente a região de macro-segregações localizadas na zona de mistura parcial e a região de solidificação planar austenítica [5].

A martensita não revenida que se origina no interior das macro-segregações após o TTPS, como consequência do teor de diluição e do abaixamento de A1 e A3 localizado, resulta na formação de ilhas de microestrutura frágil ao longo da zona de mistura parcial descontínua. Deste modo, essa microestrutura frágil dá origem a superfícies de fratura com aspecto lisos, conhecidas como *"disboundings"* ou descolamento, cuja ocorrência é observada tanto na ausência de hidrogênio quanto em meio hidrogenado, sendo que no último caso o processo de fragilização é intensificado [5].

Devido às diferenças de difusividade e solubilidade do hidrogênio na ferrita e na austenita, a interface dissimilar se torna uma região preferencial de acúmulo deste elemento, independentemente do sentido em que esteja ocorrendo a difusão. Caso a difusão de hidrogênio se dê no sentido aço carbono→inconel, a reduzida difusividade e elevada solubilidade deste elemento na estrutura austenítica acarretará em um acúmulo de hidrogênio na interface, uma vez que o volume de hidrogênio chegando à interface pelo lado do aço seria superior à capacidade da austenita absorvê-lo. Por outro lado, se essa difusão se der no sentido inconel→aço carbono, ou se a estrutura estiver saturada em hidrogênio, a diferença de solubilidade nas estruturas CCC e CFC irá dar origem a uma interface de elevado gradiente de concentração de hidrogênio, de modo que o inconel se torne uma fonte de H para regiões adjacentes à interface como as zonas de mistura parcial [5].

Acredita-se então que o acúmulo de hidrogênio na região de interface promova uma redução de suas tensões coesivas, facilitando assim a propagação da trinca nessa região [5]. Apesar da relação entre forças coesivas e pressão local de hidrogênio ainda não ser bem conhecida, o fato de o hidrogênio atuar reduzindo a tenacidade da interface pode ser quantificada através da comparação entre ensaios de CTOD realizados em diferentes condições, como mostra a Figura 33, obtida a partir de um trabalho realizado por M. Milititsky e M.F. Gittos [42]. Neste trabalho, juntas soldadas do tipo 8630-IN625 são submetidas a ensaios ao ar e em meio hidrogenado (NaCl 3,5%), ambos realizados a 4°C. No caso dos testes em meio, as amostras foram submetidas a 48 horas de hidrogenação antes do início do ensaio [42]. Pode-se observar que as amostras ensaiadas em meio hidrogenado apresentaram tenacidades consideravelmente inferiores àquelas testadas ao ar, não deixando assim dúvidas da influência do hidrogênio nesse processo de propagação da trinca.



Figura 33 Comparativo entre curvas de resistência de juntas dissimilares do tipo 8630/IN625, ao ar e em meio hidrogenado. Adaptado de [42].

A segunda região altamente susceptível à fragilização por hidrogênio em juntas dissimilares Fe-Ni é a zona de crescimento planar. A propagação da trinca por essa região é facilitada devido ao acúmulo de hidrogênio ao redor dos precipitados M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, que atua no sentido de reduzir as forças de coesão entre matriz e precipitado, e também da própria matriz, causando assim a nucleação de vazios ou microtrincas.

Quando a densidade de carbonetos for elevada, por exemplo no caso da junta 8630-IN625 após 10 horas de TTPS, e como as dimensões desses precipitados é reduzida, a fratura entre os vazios formados tende a ocorrer antes mesmo que eles cresçam e coalesçam, de modo que a superfície de fratura guarde a mesma morfologia da superfície dos carbetos, que por sua vez crescem preferencialmente segundo direções cristalográficas perpendiculares e paralelas à superfície da trinca (<100>). No caso da junta F22-IN625 após 15 horas de TTPS, a densidade de carbonetos ainda é baixa, uma vez que a migração de carbono durante o tratamento térmico é menos intensa comparativamente àquela que ocorre quando utiliza-se o metal de base 8630, e nesse caso, a susceptibilidade ao trincamento por hidrogênio irá diminuir [5].

Verifica-se então, que o tratamento térmico ideal é aquele que consegue equilibrar o revenimento da ZTA com um grau de difusão de carbono que não seja suficiente para induzir a precipitação de carbonetos na região planar, conforme esquematizado na Figura 34 [8].



Figura 34 Ilustração representativa do processo competitivo que ocorre durante TTPS em juntas dissimilares entre F22/8630 e IN625. Adaptado de [8].

Beaugrand et al. [4], analisando as superfícies de fratura de juntas do tipo 8630/IN625 geradas após os ensaios de CTOD em ambiente hidrogenado para determinação de  $K_Q$  (máximo fator de intensidade de tensão), observaram dois padrões de fratura que se repetiam em diversas regiões da superfície dos corpos de prova. Essas superfícies características encontram-se descritas a seguir:

• Superfície de clivagem em degraus (*terrace like cleavage*): apresenta facetas de clivagem aproximadamente paralelas ao plano da interface, em diversos níveis em relação à superfície, que se conectam umas às outras através de facetas menores

aproximadamente perpendiculares à elas, formando uma morfologia similar à degraus, como pode ser observado na Figura 35. Observou-se que essa superfície de fratura correspondia a uma região rica em níquel [4];

 Superfície tipo descolamento (*disbounding*): formada por regiões aproximadamente lisas, sem características marcantes, como pode ser visto na Figura 36. Sua composição química apresentou pouco teor de diluição, indicando assim sua proximidade com relação à interface [4].



Figura 35 Superfície de fratura do tipo clivagem, localizada na zona de crescimento planar no inconel. Adaptado de [8].



Figura 36 Imagem realizada com baixo aumento em MEV da superfície de fratura tipo descolamento. Aspecto côncavo da fratura e aspecto liso da superfície. Adaptado de [5].

O primeiro tipo de superfície de fratura encontra-se associado à região austenítica de solidificação planar, fato considerado incomum uma vez que materiais CFC raramente sofrem fragilização por hidrogênio. Entretanto, esse fenômeno pode ocorrer sob determinadas condições de elevada severidade, de modo que nos corpos de prova ensaiados ao ar não foram observados padrões de fratura desse tipo [9].

Apesar de aparentemente ocorrer em planos cristalográficos bem definidos, ou planos de clivagem, na verdade apresenta esse aspecto pois a falha que a origina é iniciada em torno dos carbonetos M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, devido a uma redução das forças de coesão interfacial provocada pelo hidrogênio. Dessa forma, como a morfologia dos carbonetos é alongada e sua disposição na matriz segue direções cristalográficas bem definidas e perpendiculares entre si, o resultado é uma superfície de fratura com aspecto de degraus [5].

Já o segundo tipo de superfície está associado à microestrutura martensítica, e pode ser observado mesmo na ausência de hidrogênio. Tal modo de fratura já havia sido observado anos antes, em vasos de pressão destinados a serviços com hidrogênio a elevadas temperaturas, ocorrendo entre a superfície do revestimento e a parede do vaso de aço Cr-Mo geralmente no momento do resfriamento durante as paradas [9].

As superfícies de fratura do tipo descolamento apresentam um aspecto liso em baixas magnificações, e por estarem relacionadas às interfaces de macro segregações geradas no momento da solidificação, muitas vezes apresentam um aspecto similar ao de uma cratera. Quando a superfície é observada sob maiores aumentos, pode-se notar um aspecto granular, em alguns casos até convergindo para um mesmo ponto Figura 37. Essa morfologia, aparentemente granular está relacionada com as ripas de martensita orientadas perpendicularmente ao plano de fratura [10]. Quando testados ao ar, os corpos de prova apresentam superfície de fratura predominantemente dúctil, com algumas regiões de descolamento referentes a microestruturas martensíticas [9].



Figura 37 Superfície de fratura de uma junta 8630/IN625: a) morfologia plana e granular;b) maior aumento destacando uma morfologia de ripas convergindo para um único um ponto central. Adaptado de [8].

Quanto ao processo de nucleação e propagação da trinca em interfaces dissimilares, é possível encontrar na literatura duas teorias, que são, no entanto, divergentes. A primeira, proposta por J. A. Fenske [5], defende a idéia de que a nucleação ocorre na interface entre a ZTA do metal de base e as macro-segregações da zona de mistura parcial. Devido às descontinuidades intrínsecas dessa interface, a trinca ao encontrar uma região mais dúctil, busca um caminho de menor energia para continuar se propagando. Deste modo, quando houver a presença do hidrogênio, essa trinca migra para a zona de solidificação planar rica em carbetos e prossegue assim alternando entre uma região e outra, sempre buscando o caminho de menor energia, como ilustra a Figura 38[5].



Figura 38 Representação do caminho percorrido pela trinca durante sua propagação e sua relação com a microestrutura da interface. Adaptado de [5].

A segunda teoria, proposta por M. F. Dodge (03), defende justamente o inverso, ou seja, que a nucleação se dá na zona de crescimento planar, e quando a ponta da trinca encontra uma região de descontinuidade como as macro-segregações, sua trajetória é desviada, até um determinado momento em que a trinca consegue retornar ao seu percurso inicial, formando assim as morfologias similares a crateras. Dessa forma, a trinca eventualmente passaria por regiões de penínsulas ou baías somente como uma forma de se conectar a próxima região de solidificação planar rica em carbonetos. A Figura 39 ilustra o trajeto de propagação da trinca segundo M. F. Dodge.

#### Metal de solda austenítico

#### Direção de propagação



Metal de base - aço baixa liga

Figura 39 Ilustração dos modos de fratura predominantes para cada região microestrutural de uma junta soldada dissimilar F22/8630-In625 pós TTPS. Adaptado de [8].

Independente de qual teoria de nucleação e propagação seja mais próxima da realidade, pode-se concluir, a partir de todos os pontos analisados nesta revisão bibliográfica, que os principais fatores que devem ser levados em consideração para a obtenção de uma junta dissimilar resistente à fragilização por hidrogênio são:

- Processo e parâmetros de soldagem que minimizem o comprimento e a largura das macro-segregações [5];
- Processo e parâmetros de soldagem que minimizem as microestruturas frágeis existentes na região de crescimento planar [9];
- Combinações entre metais de base e de solda que reduzam o fluxo de carbono do metal de base para o metal de solda durante TTPS [5,7,13–15,24];
- Condições de TTPS adequadas, capazes de revenir a martensita oriunda do processo de soldagem sem no entanto permitir a precipitação de carbonetos na zona de solidificação planar [5,8].

# 2.7 Metodologias desenvolvidas para avaliação de juntas dissimilares em meios hidrogenados

Devido à grande aplicação das juntas dissimilares em equipamentos submarinos para a indústria de óleo e gás, e em consequência dos recentes acidentes ocorridos envolvendo esse tipo de junta, verificou-se a necessidade de conhecer melhor o comportamento de juntas dissimilares em meio hidrogenado, de modo a evitar que outros acidentes ocorressem.

Como as normas existentes hoje em dia voltadas para a indústria de óleo e gás ainda não contemplam este assunto, diversas empresas da área começaram a se unir entre si e com laboratórios de universidades e institutos, através dos JIPs (*Joint Industry Project*), formando grupos de pesquisa a fim de desenvolver um conhecimento mais aprofundado sobre o tema, buscando entender os fatores que levaram às falhas e com o objetivo de estabelecer uma metodologia de teste que fosse capaz tanto de reproduzir a falha ocorrida em campo quanto ranquear o desempenho dessas juntas dissimilares com relação à fragilização por hidrogênio.

Por se tratar de um assunto relativamente recente, a metodologia utilizada para avaliar a susceptibilidade de juntas dissimilares à fragilização por hidrogênio ainda é um tema polêmico, onde várias proposições foram feitas em busca de reproduzir condições de tensão e meio similares àquelas encontradas em campo. Algumas dessas metodologias, como a desenvolvida por M.F. Gittos no TWI [3], trabalham com corpos de prova munidos de um entalhe na interface dissimilar, de modo a tornar a distribuição de tensões mais severa nessa região. Já outras metodologias, como a desenvolvida por Alexandrov e Lippold em Ohio [6], não utilizam entalhe mas modificam o meio, com a finalidade de acelerar o processo de hidrogenação. Cada uma delas apresenta suas vantagens e desvantagens, e neste tópico algumas dessas metodologias serão apresentadas. Posteriormente, no item 5.3, algumas delas serão confrontadas entre si e com a metodologia proposta neste trabalho.

# 2.7.1 Metodologias com corpo de prova munido de entalhe

Em março de 2008 o Instituto de Soldagem TWI publicou um estudo onde quatro métodos de ensaio de juntas dissimilares foram apresentados, todos utilizando corpos de prova dotados de entalhe na interface dissimilar e submetidos à proteção catódica em meio de NaCl [3].

Dois destes métodos utilizavam corpos de prova cilíndricos, usinados de modo que a interface dissimilar se encontrasse inclinada de um ângulo de 3º em relação à direção perpendicular do CP. O entalhe era então usinado levemente deslocado da região da linha de fusão, de modo que sua ponta se localizasse sobre a região da interface, conforme ilustrado na Figura 40.



Figura 40 Geometria de corpo de prova cilíndrico com entalhe na interface. Adaptado de [3].

O primeiro ensaio com corpo de prova cilíndrico foi composto de duas etapas, utilizando-se duplicatas de uma mesma condição. Na primeira parte do ensaio, foi aplicado um carregamento constante e igual a 500 MPa durante 15 dias, sob proteção catódica de -1200 mV a temperatura ambiente. Após esse período, um dos corpos de prova foi retirado e teve sua seção longitudinal analisada para verificação da existência ou não de micro trincas. Já o outro corpo de prova foi então submetido a um ensaio de

tração a baixa taxa de deformação (10<sup>-6</sup>mm/s) até sua ruptura, e fatores como tensão máxima e tensão de ruptura foram avaliados.

O segundo ensaio consistiu em um teste de peso morto com carregamento progressivo, onde de 3 em 3 dias o nível de carregamento era elevado até que fosse observada a ruptura do CP. Não houve nesse caso uma etapa de pré-hidrogenação e durante o ensaio o material foi submetido a proteção catódica de -1100mV a temperatura ambiente.

Já o terceiro e quarto ensaios basearam-se em um corpo de prova de flexão em 3 pontos, prismático com seção transversal quadrada de dimensões 12x12mm, dotado de um entalhe na interface dissimilar. De modo a assegurar uma maior precisão, o entalhe foi usinado através do método de eletroerosão, e sua profundidade era de 6mm, conforme ilustrado Figura 41.



Figura 41Geometria de corpo de prova CTOD tipo SENB. Adaptado de [3].

O terceiro método de ensaio foi realizado tanto ao ar quanto em meio de NaCl sob proteção catódica de -1100mV, a uma taxa progressiva de deslocamento entre  $10^{-5}$  e  $10^{-6}$ mm/s, à temperatura ambiente. Os principais resultados obtidos por essa metodologia foram K<sub>máximo</sub> e  $\Delta a$ .

O quarto e último método utilizou a mesma geometria de CP do terceiro, mas a forma de carregamento foi modificada. Ao contrário do método anterior, onde o carregamento foi realizado gradativamente a uma taxa lenta, neste último caso elevou-se rapidamente a carga de flexão no material até ser atingido um valor de K na ponta da trinca inferior ao valor máximo encontrado nos ensaios anteriores, e então manteve-se a carga constante ao longo do restante do ensaio, e foi analisada a ocorrência ou não de crescimento da trinca.

Dentre as quatro metodologias propostas, todas foram capazes de reproduzir superfícies de fratura similares àquelas encontradas nas falhas em campo, no entanto, aquela que se mostrou mais promissora foi a terceira, por ter apresentado resultados mais coerentes e com maior reprodutibilidade.

Por esse motivo, essa metodologia passou a ser desenvolvida de forma mais sistemática, e em trabalhos posteriores, desenvolvidos por Michael Dodge e colaboradores, esta forma de avaliação de juntas dissimilares passou a ser utilizada para construção de uma curva de resistência [8]. A fim de simular as situações de campo, algumas variações foram sendo introduzidas, como temperatura de pré-hidrogenação, temperatura de ensaio e taxa de deslocamento [43].

Essa metodologia de avaliação de juntas dissimilares através de ensaios de CTOD foi reproduzida na primeira parte deste trabalho, e encontra-se detalhada no item 3.3

# 2.7.2 Metodologia em corpo de prova sem entalhe - peso morto em meio acelerado

A metodologia de avaliação de juntas dissimilares desenvolvida por Boian T. Alexandrov, John C. Lippold e colaboradores [44] baseou-se em ensaios de peso morto (carga constante) utilizando um corpo de prova não entalhado. Considerou-se que a própria heterogeneidade de propriedades da interface dissimilar como dureza, composição química, microestrutura e tensões residuais já representaria por si só um concentrador de tensão, de modo que não seria necessário posicionar um entalhe nessa região.

Inicialmente o meio utilizado para realização dos ensaios foi NaCl 3,5%, e o potencial de proteção catódica foi de -1100mV. No entanto, o tempo de ensaio para essa

configuração de testes foi muito elevado, dificultando assim sua implementação como metodologia de avaliação.

Buscando reduzir este tempo, alterou-se o meio de hidrogenação e o modo de aplicação da proteção catódica, de modo a criar um ambiente de hidrogenação acelerado. O meio utilizado para a realização desta segunda configuração de ensaio era composto por uma solução 0,1n de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> com um catalisador de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, cujo pH variou entre 1,10 e 1,12. Além dessa mudança, o método de aplicação da proteção catódica deixou de ser potenciostático e passou a ser galvanostático, com corrente aplicada de 10mA/cm<sup>2</sup> e temperatura de teste de 25°C. Os principais resultados extraídos deste ensaio foram o tempo para falha e a carga limite para a falha ocorrer.

Somente uma interface foi ensaiada por vez, como pode ser visto na Figura 42, e a carga aplicada durante os ensaios foi de 90% do limite de escoamento das juntas, com direção de carregamento perpendicular à interface. Os corpos de prova permaneceram então sob essas condições até sua ruptura, e o tempo para falha foi o principal parâmetro utilizado para ranquear as juntas dissimilares quanto à susceptibilidade à fragilização por hidrogênio.



Figura 42 Esquema da metodologia de ensaio de peso morto em meio acelerado, desde a configuração de retirada dos corpos de prova até a etapa final de análise dos resultados obtidos. Modificado de [44].

No presente trabalho essa última metodologia não foi reproduzida, mas uma forma de avaliação de juntas dissimilares sem o emprego de entalhe foi proposta como alternativa à metodologia de CTOD. Nos itens 3 e 4 diversos aspectos dessas metodologias serão avaliados para que ao final, no item 5.3, sejam confrontados a fim de buscar o desenvolvimento de uma metodologia que reúna os pontos mais interessantes das metodologias existentes e evite práticas observadas como não benéficas para essa avaliação.

# 2.8 Motivação do trabalho

Ao longo deste item de revisão bibliográfica buscou-se apresentar as principais características de juntas soldadas dissimilares, com ênfase naquelas aplicáveis à indústria de óleo e gás. Primeiramente, foi apresentada a problemática envolvendo a aplicação das juntas dissimilares em meio sob proteção catódica, e então através de diversos estudos microestruturais e de mecânica da fratura, foi possível entender como alguns fatores de processo de soldagem que influenciam no desempenho dessas juntas.

Uma das principais constatações feitas por trabalhos encontrados na literatura foi a difusão de carbono do metal de base de aço baixa liga para o metal de solda inconel 625 durante o processo de TTPS, necessário após a solda de amanteigamento para reduzir o nível de tensões residuais e revenir a martensita formada na ZTA. Essa difusão atômica seria responsável pelo acúmulo de carbono na região planar do inconel, levando a interface a apresentar uma maior susceptibilidade à fragilização por hidrogênio.

Como uma forma de minimizar esse processo difusional, fabricantes de equipamentos submarinos iniciaram um processo de migração de consumível de soldagem, sendo proposta assim a utilização do material de amanteigamento por um consumível de composição química similar à do metal de base, em substituição ao inconel 625. Deste modo, ao utilizar um consumível de aço baixa liga, a difusão de carbono entre o metal de solda e o metal de base tende a ser menos intensa, devido ao menor gradiente composicional, e além disso a interface entre os materiais não seria tão propensa ao acúmulo deste elemento, uma vez que não há uma diferença significativa entre coeficientes de difusão e de solubilidade entre os materiais. No entanto, mesmo nos casos onde o amanteigamento é composto por um material similar, a solda final de união deve ser feita com inconel 625 ou outra liga resistente à corrosão que seja a mesma usada no revestimento interno do equipamento. Deste modo, a interface dissimilar continua existindo, mas neste caso ela se localiza entre a solda de fechamento e o metal de base, e não é submetida a tratamento térmico.

Nesse contexto, o presente trabalho tem por objetivo contribuir para o estudo de juntas dissimilares sob a ótica de diversas técnicas de caracterização e através de ensaios de mecânica da fratura e de tração em meio hidrogenado. Na literatura, observou-se a escassez de trabalhos acerca de juntas soldadas com amanteigamento de aço baixa liga, e também de juntas com amanteigamento de inconel e tempo de TTPS de 20 horas.

Desta forma, no presente trabalho serão estudados dois grupos de juntas soldadas: o tipo I, cujo amanteigamento é realizado com inconel 625, e o tipo II, que utiliza um eletrodo baixa liga para esse processo. Além disso, juntas soldadas do tipo I submetidas a 10 horas e a 20 horas de TTPS foram estudadas. Esse estudo da influência do tempo de tratamento térmico é importante para se conhecer como a resistência a fragilização por hidrogênio da junta se altera com essa variável, uma vez que em casos de reparo, a interface dissimilar pode estar sendo submetida a tratamentos térmicos adicionais àquele da fabricação, e é importante saber o quanto isso pode influenciar em seu desempenho em campo.

Para realizar essa avaliação de desempenho das juntas dissimilares, duas metodologias de ensaio distintas foram utilizadas, e ao final deste trabalho, elas foram confrontadas entre si e com outras existentes na literatura, a fim de identificar suas principais vantagens e desvantagens, além contribuir para uma futura criação de metodologia que seja mais adequada, reprodutível e eficiente para a avaliação de juntas dissimilares em meio hidrogenado.

# **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

## **3.1 Material Utilizado**

O material utilizado neste trabalho consiste em três juntas soldadas, que serão classificadas em dois grupos: tipo I e tipo II. Dentre essas três juntas estudadas, duas são do tipo I e uma está classificada no tipo II.

As juntas soldadas tipo I apresentam duas interfaces dissimilares, formadas a partir do amanteigamento sobre um metal de base forjado ASTM A182 grau F22 com um consumível de inconel, ERNiCrMo-3 segundo a classificação AWS (In625). O processo utilizado para a deposição do amanteigamento foi TIG automatizado, com diferentes aportes térmicos para cada face da junta. Uma vez realizado o amanteigamento de ambos os lados, foi efetuada a solda de união pelo processo TIG, sendo o passe de raiz com o processo manual e os passes de enchimento e acabamento com o processo automatizado, utilizando-se também o consumível ERNiCrMo-3. Após esse processo, cada uma das duas juntas foi submetida a um tratamento térmico pós soldagem, especificado na Tabela 3. Uma seção transversal da junta soldada como recebida encontra-se esquematizada na Figura 43.





Figura 43 Esquema de junta soldada tipo I, como recebida.

A junta soldada do Tipo II é composta também pelo metal de base forjado F22, amanteigado com um consumível de aço carbono baixa liga, ou seja, de um material cuja composição é similar àquela do metal de base. O processo de soldagem utilizado para a deposição do amanteigamento foi o TIG automatizado.

Esse conjunto foi submetido a um tratamento térmico pós soldagem de 4 horas a 650°C, e após essa etapa, foi realizada uma solda de união entre esse conjunto (F22+amanteigamento) e um aço do tipo API 5L grau X70, através do processo de eletrodo revestido, utilizando-se o mesmo metal de adição das juntas soldadas anteriores (ERNiCrMo-3). Uma seção transversal da junta soldada como recebida encontra-se esquematizada na Figura 44.



Figura 44 Esquema de junta soldada Tipo II, como recebida.

Dessa forma, temos duas diferenças importantes entre as juntas do tipo I e II. Nas juntas do tipo I, as interfaces dissimilares se encontram entre o metal de base e as camadas de amanteigamento. Já na junta soldada tipo II, como o amanteigamento é feito com um material de composição química similar à do metal de base, as interfaces dissimilares surgem entre a camada de amanteigamento e a solda de fechamento, e entre a solda de fechamento e o metal de base X70. Além disso, nas juntas soldadas tipo II, o alívio de tensão foi realizado antes da solda de fechamento ser realizada, ou seja, a solda dissimilar do tipo II não foi submetida a um alívio de tensão.

É importante salientar que, na prática, as juntas soldadas do tipo I não serão aplicadas para soldas de união entre dois componentes forjados de F22. Usualmente, após o amanteigamento do F22 com o inconel 625, esse conjunto é tratado termicamente e soldado a um material de tubulação como o X70 e X80. No entanto, a fim de otimizar a produção de corpos de prova, optou-se por utilizar o metal de base F22 em ambos os lados da junta soldada, pois dessa forma, cada junta daria origem a duas condições distintas de interface dissimilar (alto aporte e baixo aporte). Deste modo, com apenas duas juntas soldadas tipo I, foram obtidas quatro diferentes condições de interfaces dissimilares.

Na Tabela 2 encontram-se as composições químicas do metal de base utilizado, ASTM A182 grau F22, do metal de base API 5L grau X70, dos consumíveis de inconel 625 utilizados tanto para a solda de amanteigamento quanto para a solda de fechamento e de do consumível de aço carbono utilizado no amanteigamento da junta tipo II.

Tabela	2	Comp	osição	)	quír	nica	d	os	m	ateriai	is	utili	zados	
	Material	С	Mn	Si	Р	S	Cr	Мо	Ni	Cu	Al	Nb	Ti	Fe
Juntas tipo I	F22 (MB)	0,15	0,51	0,19	0,006	0,002	2,35	1,01	0,16	0,14	0,027	0,005	0,002	bal.
	IN625 (amanteigam.)	<0,01	0,02	0,05	<0,01	0,001	22,4	8,9	64,1	0,02	0,11	3,64	0,18	0,5
	IN625 (fechamento)	0,01	0,01	0,19	0,004	0,001	21,38	9,16	65	<0,01	0,16	3,49	0,18	0,37
Juntas tipo II	X70	0,09	1,98	0,76	0,012	0,008	-	0,42	0,06	0,06	-	-	-	bal.
	Aço baixa liga (amanteigam.)	0,083	1,61	0,22	0,008	0,002	0,022	0,53	0,97	0,023	0,002	0,002	0,001	bal.
	IN625 (fechamento)	0,02	0,4	0,3	0,005	0,002	22,6	8,9	63,9	<0,1	-	3,2	-	0,5

Na Tabela 3 encontram-se as diferentes combinações de condições de soldagem estudadas no presente trabalho, bem como a nomenclatura referente a cada uma delas. A fim de tornar a nomenclatura mais intuitiva, utilizou-se a letra "A" para as interfaces de alto aporte térmico, a letra "B" para as interfaces de baixo aporte térmico, e a sigla "CS" para as interfaces dissimilares como soldadas, ou seja, que não foram submetidas a um TTPS. No caso das juntas tipo I, a numeração após a letra indica o tempo de tratamento térmico, ou seja, 10 horas ou 20 horas. Já no caso das juntas tipo II, essa numeração foi escolhida aleatoriamente, somente para diferenciar as duas interfaces.

	Código da amostra	TTPS	Aporte térmico
Juntas tipo I	B10	650°C por 10h	484-529 J/mm (baixo)
	A10	650°C por 10h	714-789 J/mm (alto)
	B20	650°C por 20h	483-512 J/mm (baixo)
	A20	650°C por 20h	714-757 J/mm (alto)
Juntas tipo II	CS1	sem TTPS	1100-1300 J/mm
	CS2	sem TTPS	1100-1300 J/mm

Tabela 3 Condições de soldagem e código das juntas soldadas.

Deste modo, tem-se um total de seis diferentes condições de soldagem que foram estudadas e caracterizadas neste trabalho, a fim de se conhecer o comportamento dessas interfaces dissimilares em meio hidrogenado, e entender como os parâmetros de soldagem, o processo utilizado o TTPS e os materiais influenciam em sua microestrutura e na resistência à fragilização por hidrogênio.

# 3.2 Caracterização das interfaces dissimilares

Para a caracterização macro e microestrutural das interfaces dissimilares, foram retiradas lâminas transversais ao cordão de solda pelo processo de eletro-erosão. Posteriormente, essas lâminas foram submetidas ao processo de lixamento, com lixas desde a granulometria # 120  $\mu$ m até # 1500  $\mu$ m, e polidas com pasta de diamante (6  $\mu$ m, 3  $\mu$ m e 1  $\mu$ m) e, em seguida, atacadas quimicamente. O ataque químico para revelação da microestrutura do aço F22, X70 e do consumível de aço carbono consistiu na imersão por 20s em solução de Nital 2% (2 ml de ácido nítrico+98 ml de álcool etílico). Já a revelação da microestrutura do inconel 625 foi realizada com ataque eletrolítico de ácido crômico 10%.

# 3.2.1 Microscopia ótica

Análises realizadas a partir de macrografias das juntas soldadas dissimilares permitiram que fossem obtidas informações como largura e espessura dos cordões de solda e a forma das interfaces dissimilares.

As análises por meio de microscopia ótica foram realizadas a fim de identificar as características microestruturais das interfaces dissimilares. Além disso, mosaicos das regiões de interface foram realizados a fim de quantificar o número, comprimento e profundidade das macrossegregações presentes nessas interfaces, morfologias essas tipicamente encontradas em interfaces dissimilares, conforme visto no item 2.1.2.

Para a análise das interfaces dissimilares foi utilizado um microscópio ótico Zeiss, acoplado a um capturador de imagens, e o software utilizado para a quantificação de macrossegregações foi o Image J.

#### 3.2.2 Microscopia eletrônica de varredura

Através da microscopia eletrônica de varredura foi possível realizar um estudo mais detalhado da microestrutura anteriormente observada no microscópio ótico, e através da técnica de EDS foi possível conhecer o perfil composicional existente ao longo das interfaces dissimilares, principalmente em regiões mais complexas como as macrossegregações. Esse estudo do perfil composicional será importante para o entendimento dos resultados de nanodureza.

As imagens e análises de EDS foram realizadas no LABNANO/CBPF, no microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM-6490LV (fonte de tungstênio) e no microscópio eletrônico de varredura de alta resolução Jeol 7100FT (fonte FEG).

# 3.2.3 Microscopia eletrônica de transmissão

A caracterização das interfaces dissimilares por microscopia eletrônica de transmissão teve por objetivo confirmar a existência de carbonetos na região do inconel adjacente à interface dissimilar, e se confirmada essa precipitação, observar a distribuição, morfologia e composição química desses precipitados ao longo da microestrutura.

Como a região a ser observada necessitava ser retirada de uma região muito específica da amostra, foi necessária a preparação das lamelas pela técnica de FIB (*Focused Ion Beam*), uma vez que a técnica convencional de preparação de lâminas para MET não seria capaz de conferir com precisão a região de material analisada.

A técnica de FIB consiste basicamente na incidência de um feixe focalizado de íons de gálio sobre a região de material que se deseja retirar. O feixe iônico é capaz de cavar trincheiras no material, permitindo assim a retirada de lamelas de regiões específicas do material.

A Figura 45 a) ilustra a retirada de uma lamela da região da interface com o auxílio de um nano manipulador. Após a retirada da lamela de material, esta tem sua espessura reduzida através de um polimento iônico, até atingir a espessura ideal para ser analisada em MET. Após esse polimento, a lamela é então fixada em um suporte de cobre e seguirá para análise. A Figura 45 b) ilustra uma lamela pronta para ser analisada em MET, com  $20\mu m$  de largura e  $10\mu m$  de altura. As regiões mais claras da lamela são aquelas que sofreram polimento e apresentam espessura de aproximadamente 100 nanômetros.

83


Figura 45 Processo de extração de lamelas para MET através da técnica de FIB. a) Nano manipulador posicionado para extração da lamela; b) Lamela polida e afixada à grade de cobre pronta para ser analisada.

O equipamento utilizado para a confecção das lamelas por FIB foi microscópio eletrônico de dupla coluna elétrons-gálio TESCAN LYRA3, e o equipamento utilizado para realizar a análise das lamelas foi o microscópio eletrônico de transmissão de alta resolução JEOL 2100F. As análises de MET ambos cedidos e operados pela equipe do LABNANO/CBPF.

# 3.2.4 Microdureza e Nanodureza

Como foi visto no item 2.1.3, juntas dissimilares do tipo aço-inconel apresentam uma grande variedade de microestruturas em uma região de dimensões muito reduzidas. Deste modo, a fim de conseguir realizar um estudo mais detalhado sobre as propriedades dessas microrregiões, foi necessário utilizar a técnica de nanodureza.

Um nanoindentador é um equipamento que permite o estudo de propriedades mecânicas de materiais através de testes de indentação e risco. Ele é composto por uma

ponta, uma cerâmica piezoelétrica que controla o posicionamento vertical da ponta sobre a amostra, e um transdutor que controla a força aplicada e mede o deslocamento da ponta durante a indentação.

Devido à elevada sensibilidade do sistema de indentação e sua excelente precisão de posição, foi possível realizar um mapeamento de microdureza em diferentes regiões da interface dissimilar, com o objetivo de conhecer as propriedades de cada sub-região que a compõe.

Para cada condição estudada neste trabalho foram realizados dois mapas de dureza, um na região de ZPD contínua e outro na ZPD descontínua, também conhecida como macrossegregação. No total foram realizados 12 mapeamentos de dureza, cada qual composto por uma matriz de pontos de dimensão 20x20, totalizando assim 400 pontos por mapa. A distância entre as nanoindentações foi de  $30\mu m$  e a carga utilizada foi de 25mN. Para essa análise foi utilizado o nanoindentador Nano Indenter G200 da marca Keysight, como pode ser visto na Figura 46, situado no laboratório de Superfícies, Filmes Finos e Recobrimentos Protetores, PEMM/COPPE/UFRJ.



Figura 46 Processo de caracterização por nanodureza. a) Equipamento utilizado; b) Amostras posicionadas em suporte para análise.

Uma dificuldade encontrada nessa etapa do trabalho foi a preparação superficial das amostras. Como a profundidade da indentação juntamente com a carga aplicada são os fatores determinantes para o cálculo de dureza, a superfície da amostra a ser indentada deve estar lixada e polida, com o menor número de irregularidades possível, uma vez que a profundidade de penetração do indentador é muito baixa (aproximadamente 500nm).

Deste modo, a escolha das áreas a serem mapeadas teve de ser feita na amostra sem ataque, para garantir uma leitura precisa de valores de dureza. No entanto, passa relacionar os valores de dureza encontrados com a microestrutura da região, foi necessário realizar um ataque metalográfico para revelar a microestrutura da região indentada. Deste modo, após a realização das medidas de nanodureza, as amostras foram cuidadosamente atacadas, de modo a revelar a microestrutura da área analisada sem perder as marcas das nanoindentações. Na Figura 47 tem-se um exemplo de uma área mapeada antes e depois do ataque metalográfico com nital e ácido crômico.



Figura 47 Comparação de micrografias obtidas por MO de uma mesma área analisada por nanodureza. a) Área sem ataque, como analisada; b) Área atacada com nital e ácido crômico, com marcas de nanoidentação preservadas.

#### 3.2.5 Microtomografia

A microtomografia é uma técnica não destrutiva, que se baseia na interação de raios X com materiais de diferentes densidades. Durante a análise, raios-X incidem na amostra, que é rotacionada em diversas direções durante esse processo. O microtomógrafo detecta a atenuação da intensidade da radiação incidente, gerando assim várias projeções da amostra analisada. Essas projeções são tratadas por um algoritmo de reconstrução, criando imagens bidimensionais, que são processadas e reconstroem a estrutura tridimensional da amostra.

A técnica de tomografia foi utilizada no presente trabalho com o objetivo de compreender como a interface dissimilar se comporta ao longo da profundidade da junta soldada ou de um corpo de prova.

Essa necessidade surgiu de um questionamento levantado durante os ensaios de mecânica da fratura, onde foi necessário posicionar um entalhe sobre a interface dissimilar de modo a impor a propagação de trinca nessa região. Tal tarefa se mostrou muito difícil em alguns casos, uma vez que a interface dissimilar desviava de direção ao longo da espessura do corpo de prova, ou seja, em algumas amostras, um entalhe que estaria exatamente na interface, em um dos lados do corpo de prova, não estava bem posicionado na outra lateral, como ilustrado no exemplo da Figura 48.



Figura 48 Vistas de um mesmo corpo de prova. a) Vista superior, evidenciando a tortuosidade da interface ao longo da espessura; b) Vista lateral 1, com entalhe no inconel; c) Vista lateral 2, com entalhe na interface.

Para esta análise foi utilizado o microtomógrafo Zeiss Xradia Versa 510, do Laboratório de Processamento Digital de Imagens (LPDI) da PUC-Rio. Na Figura 49 encontram-se algumas imagens do equipamento utilizado.



Figura 49 Microtomógrafo da PUC-Rio utilizado para realização das análises de tomografia.

A Figura 50 apresenta um fluxograma resumido de todas as etapas seguidas para a caracterização das interfaces dissimilares.

# Caracterização das interfaces dissimilares



Figura 50 Fluxograma de atividades realizadas para caracterização das interfaces dissimilares.

# 3.3 Ensaios de mecânica da fratura

A primeira metodologia de trabalho desenvolvida para avaliação do desempenho de juntas dissimilares em ambientes hidrogenados consiste na realização de ensaios de mecânica da fratura em corpos de prova sob proteção catódica, a fim de ranquear a resistência à fragilização por hidrogênio das diferentes juntas soldadas bem como avaliar a influência do aporte térmico, do TTPS e do processo de soldagem nesse desempenho.

#### 3.3.1 Preparação dos corpos de prova

Para a realização dos ensaios de mecânica da fratura, foram preparados corpos de prova do tipo SENB, de dimensões  $12 \pm 0.05mm X$   $12 \pm 0.05mm$ . A Figura 51.a) ilustra a posição de extração dos corpos de prova da interface dissimilar.

Para que o corpo de prova atinja as dimensões mínimas para ser ensaiado, extensões de aço carbono e inconel 625 são soldadas pelo processo laser autógeno em cada um dos lados da amostra extraída, como pode-se observar na Figura 51.b).

Um entalhe de 0,15mm de largura e 6mm de comprimento foi realizado por eletroerosão, de modo que sua ponta estivesse posicionada sobre na interface dissimilar, conforme mostra a Figura 51.c). Para verificar o posicionamento exato do entalhe, antes de cada ensaio observou-se a sua ponta em um microscópio ótico, como exemplificado na Figura 52.



Figura 51 Esquema resumido do processo de fabricação dos corpos de prova da junta soldada Tipo I. a) Extração por eletroerosão da região onde as interfaces de interesse estão contidas; b) Soldagem a laser das extensões de inconel e de aço; c)Posicionamento do entalhe.



Figura 52 Ponta do entalhe vista pelo microscópio ótico

A Figura 53 ilustra a posição de extração dos corpos de prova da interface dissimilar do tipo II.



Figura 53 Esquema resumido do processo de fabricação dos corpos de prova da junta soldada Tipo II. a) Extração por eletroerosão da região onde as interfaces de interesse estão contidas; b) Soldagem a laser das extensões de inconel e de aço; c) Posicionamento do entalhe.

Para permitir o encaixe do clip-gauge, duas pequenas cunhas de  $2 \pm 0.05mm$  de altura foram fixadas sobre o corpo de prova, tomando-se o cuidado de colocar em contato somente peças do mesmo material.

Conforme mencionado no item 3.2.5, o posicionamento do entalhe é um fator complicador deste tipo de ensaio, primeiramente pela dificuldade de usinagem que essa etapa apresenta, pois tanto o risco de marcação do entalhe quanto o posicionamento do fio para eletroerosão são feitos visualmente, e estão sujeitos à subjetividade e a erros de

paralaxe, respectivamente. Outro fator complicador é a tortuosidade da interface, que é tão mais pronunciado quanto mais manual for o processo de soldagem. Dessa forma, tal tortuosidade por algumas vezes impediu que o entalhe estivesse posicionado na interface em ambos os lados do corpo de prova, como foi ilustrado na Figura 48.

Observou-se que as interfaces das juntas dissimilares do tipo II se mostraram ainda mais irregulares do que as juntas tipo I, uma vez que foram geradas pelo processo de eletrodo revestido, ao contrário das juntas soldadas do tipo I, cuja interface dissimilar foi gerada através de um processo TIG completamente automatizado. Nas juntas do tipo II, quando a interface de um dos lados do corpo de prova estava muito deslocada em relação à interface do lado oposto, optou-se por posicionar o entalhe no ponto médio entre elas.

# 3.3.2 Pré-hidrogenação

A etapa de pré-hidrogenação foi realizada em uma célula de três eletrodos para a imposição de um potencial catódico de -1,1V. Empregou-se o eletrodo de calomelano saturado como eletrodo de referência, o eletrodo de grafite como contra eletrodo, e o eletrodo de trabalho eram os próprios corpos de prova. O eletrólito utilizado foi uma solução salina de NaCl 3,5% a 25°C, a fim de simular o ambiente marinho, e o pH foi controlado para permanecer na faixa de 5,8  $\pm$  0,5. O processo de hidrogenação era iniciado 48 horas  $\pm$ 2 horas antes do corpo de prova ser ensaiado, e este tempo de pré-hidrogenação foi determinado com base em trabalhos anteriores.

#### **3.3.3** Ensaio de CTOD em meio hidrogenado

Os ensaios de CTOD foram realizados utilizando uma máquina servo-hidráulica de marca Instron, modelo 8801, cuja célula de carga apresenta capacidade máxima de 100kN. A Figura 54 ilustra esquematicamente o aparato utilizado para a realização dos ensaios.



Figura 54 Esquema de aparato de montagem do ensaio de CTOD em meio hidrogenado.

Tomou-se como referência as normas BS 7448-1 [45] e ASTM E1820-08 [46], seguindo-se a metodologia de flexão em 3 pontos. Não foi realizada, no entanto, a etapa de pré-trincamento de fadiga, uma vez que, por se tratar de uma junta dissimilar, seria difícil assegurar que a ponta da pré-trinca estaria localizada também na interface.

O ensaio foi realizado em uma cuba de 20L de volume, nas mesmas condições da pré-hidrogenação, modificando-se somente a temperatura, que durante o ensaio é mantida a 7° $C \pm 2^{\circ}C$ .

Foi utilizada a menor taxa de deslocamento possível do atuador, de  $2 \cdot 10^{-4} mm/s$ , de modo a maximizar o efeito do hidrogênio na ponta da trinca. Essa taxa do atuador se reflete em uma taxa de K de 0,015  $\pm$  0,005  $MPa\sqrt{m}/s$ .

O ponto de parada dos ensaios ainda é uma questão muito discutida, uma vez que não se dispõe de meios confiáveis para medir a propagação estável da trinca ao longo do ensaio. Deste modo, inicialmente optou-se por interromper os ensaios em pontos em torno da carga máxima. Como o valor do crescimento estável da trinca estava muito baixo, optou-se por estender um pouco mais os ensaios para além da carga máxima, de modo a se obter valores de crescimento estável dentro dos limites aceitáveis pela norma ASTM E1820-08 [46]. São realizados ao menos 5 ensaios para construir uma curva de resistência, e utilizou-se o resultado de crescimento estável dos primeiros ensaios para balizar o ponto de parada dos seguintes.

A Figura 55 ilustra a montagem de um dos ensaios de mecânica da fratura realizados no LNDC, e a Figura 56 ilustra a evolução de um corpo de prova durante o ensaio de CTOD.



Figura 55 Montagem do ensaio de CTOD em meio hidrogenado sob proteção catódica.



Figura 56 Corpos de prova ao longo do ensaio. a) Corpo de prova no início do ensaio; b) Corpo de prova ao final do ensaio.

# 3.3.4 Determinação do valor de J

A determinação dos valores de J foi realizada de acordo com a norma ASTM E1820, considerando-se para os cálculos de  $J_{pl}$  toda a área sob a curva FxCMOD. Para esse valor de J foi aplicada a correção proposta no apêndice A16 da mesma norma, que leva em consideração a correção de  $\Delta a$  no cálculo de  $J_{pl}$ .

# 3.3.5 Construção da curva de resistência

Após a realização dos ensaios de CTOD, os corpos de prova são submetidos a um processo de oxidação da superfície de fratura denominado "*heat-tinting*", durante 30 minutos a 300° C a fim de demarcar a região de crescimento estável da trinca. Em seguida, eles são então imersos em nitrogênio líquido e quebrados. A medida de comprimento estável da trinca foi realizada de acordo com a norma BS 7448-1 [45], e encontra-se exemplificada pela Figura 57.



Figura 57 Exemplo da metodologia utilizada para medição de crescimento estável da trinca.

Finalmente, de posse dos valores de J e  $\Delta a$ , a curva curva J - R pode ser construída segundo os requisitos da norma ASTM E1820-08 [46] para múltiplos corpos de prova.

A Figura 58 apresenta o fluxograma das etapas seguidas para a construção das curvas J - R, que abrange desde o item 3.3.1 ao item 3.3.5.



Figura 58 Fluxograma de atividades realizadas para a construção da curva J-R.

# 3.3.6 Análise das superfícies de fratura

Inicialmente as superfícies de fratura foram analisadas por meio de um estereoscópio da marca Zeiss® Stemi 2000 C, com capacidade de aumento de até 50 vezes. Posteriormente, as superfícies foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura, com o objetivo de identificar os modos de fratura encontrados na superfície e

relacioná-los assim com as condições de soldagem e de tratamento térmico utilizadas. Os microscópios eletrônicos utilizados para essa análise foram os mesmos descritos no item 3.2.2.

#### 3.3.7 Análise do percurso percorrido pela trinca

É possível encontrar na literatura trabalhos que relacionem uma determinada superfície de fratura com a microestrutura da interface dissimilar que a originou [5]. Essa relação entre superfície de fratura e microestrutura se baseou em análises de lamelas retiradas por meio da técnica de FIB perpendicularmente às superfícies de fratura, e assim foi possível conhecer qual microestrutura se encontrava imediatamente abaixo da superfície de fratura de onde a lamela foi extraída.

Associando as superfícies de fratura observadas com a microestrutura que as originou, M. Dodge propôs então dois caminhos preferenciais para a propagação da trinca de acordo com o tempo de tratamento térmico ao qual ela foi submetida [8]. No entanto, essa proposição foi construída com base em uma junta soldada sem TTPS e outra com excesso de TTPS. Não foi assim elaborada uma proposta para o caso de 10h e 20h de TTPS, por exemplo.

Deste modo, a análise do percurso da trinca foi então proposta pelo presente trabalho como uma alternativa para avaliar de forma simples e direta o caminho mais susceptível à sua propagação. A forma ideal de conduzir esse estudo seria realizando cortes longitudinais em um corpo de prova de CTOD já ensaiado mas ainda não quebrado a fim de se observar por quais microestruturas a trinca se propagou, e comparar então esses resultados com aqueles obtidos pelas curvas *FxCMOD* e as análises de caracterização. No entanto, quando essa análise foi implementada, todos os corpos de prova das juntas soldadas Tipo I já haviam sido quebrados para a determinação de  $\Delta a$ .

De modo a viabilizar essa análise, foram selecionados oito corpos de prova (dois de cada condição) para serem estudados, e o processo de preparação das amostras seguiu o seguinte fluxograma ilustrado pela Figura 59.



Figura 59 Fluxograma das etapas realizadas para preparação superficial de corpos de prova para avaliação do caminho percorrido pela trinca.

Cada seção longitudinal analisada corresponde a uma determinada profundidade desbastada de um corpo de prova específico. Foram analisadas seis seções transversais por CP, obtidas desbastando os corpos de prova de 1 em 1 milímetro e realizando a preparação superficial e imagens conforme fluxograma. Foram analisadas no total 48 seções transversais, que permitiram assim um acompanhamento da evolução do percurso da trinca ao longo da profundidade do CP, como em uma tomografia, mas realizada manualmente.

No caso das juntas soldadas do tipo II, optou-se por realizar este estudo em corpos de prova ainda inteiros, ou seja, antes da fratura final em nitrogênio líquido para determinação do  $\Delta a$ . Devido ao baixo número de corpos de prova por condição, foi selecionado um corpo de prova de cada para a realização deste estudo. Os corpos de prova foram então fatiados em 8 lâminas, e aquelas mais interessantes foram selecionadas para serem submetidas à uma análise mais detalhada. O restante das lâminas foi utilizado para medição do comprimento de  $\Delta a$ , como uma forma alternativa de realizar essa medição. Através dessa análise, foi possível esclarecer uma relação entre as regiões martensíticas, zonas de crescimento planar e outras sub-regiões que compõem a interface dissimilar com a trajetória seguida pela trinca, complementando assim o entendimento do fenômeno de propagação, uma vez que os trabalhos anteriores que tratam do assunto [5,8] apresentam teorias divergentes.

#### **3.4** Ensaio de tração a baixa taxa de deslocamento (BTD)

A metodologia para avaliação de interfaces dissimilares em meio hidrogenado através do ensaio de BTD foi proposta como uma alternativa à metodologia que utiliza ensaios de CTOD para construção das curvas de resistência. Nos item 5 do presente trabalho essas duas metodologias serão confrontadas e os pontos fortes e as limitações de cada método serão avaliados.

Devido à ausência de material suficiente para confecção de mais corpos de prova, os ensaios foram realizados em duplicata, e um CP de junta soldada tipo II foi ensaiado ao ar, a fim de comparação, totalizando assim sete corpos de prova.

# 3.4.1 Preparação dos corpos de prova

Utilizou-se para esses ensaios um corpo de prova cilíndrico, cuja área útil de teste abrange, no caso das juntas tipo I, as duas interfaces de amanteigamento IN625/F22 e no caso das juntas tipo II a área útil contempla tanto a interface amanteigamento/F22 quanto a interface IN625/F22. Deste modo, a cada teste que é realizado, duas interfaces dissimilares são testadas ao mesmo tempo. A Figura 60 ilustra a localização dos corpos de prova de BTD para cada um dos tipos de junta estudados.



Figura 60 Esquema de extração do corpo de prova cilíndrico para o ensaio de BTD. Localização do corpo de prova em relação a juntas soldadas a) Tipo I; b)Tipo II.

Ao contrário da primeira metodologia, o corpo de prova não é entalhado, de modo que não se corre o risco de introduzir concentradores de tensão em regiões fora da interface. Ao invés disso, considera-se que a interface dissimilar seja o próprio concentrador de tensões, premissa já utilizada em trabalhos anteriores encontrados na literatura [44].

Após a usinagem, os corpos de prova tiveram suas dimensões de diâmetro e comprimento da área útil medidos no projetor de perfil, e após esta etapa sua superfície foi desengordurada em tolueno durante 15 minutos em banho de ultrassom e posteriormente em acetona.

O ensaio consiste então em aplicar uma deformação constante no corpo de prova, com a menor taxa possível suportada pela máquina até sua ruptura, a fim de maximizar o efeito do hidrogênio no processo de fratura. Os parâmetros avaliados por esse ensaio são: tempo para falha, alongamento final, estricção, limite de resistência e tensão de ruptura.

Para esses ensaios foi utilizada uma máquina servo-elétrica concebida pela equipe de engenheiros do LNDC, e cujo software de controle e registro de resultados foi desenvolvido pela equipe do CAEIS, também do LNDC. A taxa de deslocamento aplicada pela máquina foi de  $1,6 \cdot 10^{-5}mm/s$ , medida através de dois LVDTs afixados em um suporte da garra inferior da máquina, e essa velocidade de deslocamento se refletiu em uma taxa de deformação  $\dot{\varepsilon}$  de  $2,5 \cdot 10^{-7}s^{-1}$ .

#### 3.4.2 Pré-hidrogenação

A pré hidrogenação do corpo de prova foi realizada sob um potencial de -1,1 V e teve duração de 15 dias. Aplicou-se um tempo superior ao aplicado aos corpos de prova de CTOD para aumentar o nível de hidrogênio difundido para o interior do material, uma vez que a superfície deste é a sua única porta de entrada de hidrogênio. O tempo de hidrogenação utilizado para os ensaios de CTOD foi inferior pelo fato destes apresentarem entalhe, por onde o hidrogênio pode se difundir e se concentrar diretamente na região que será avaliada.

A Figura 61 mostra a montagem experimental utilizada durante a préhidrogenação dos corpos de prova. Esta etapa foi realizada na mesma célula em que o CP seria ensaiado, a fim de reduzir ao máximo tempo de montagem do teste, uma vez que durante este processo o corpo de prova permanece alguns segundos sem proteção catódica. Como a célula de hidrogenação apresenta dimensões reduzidas, foi necessário utilizar um reservatório de 100 litros de solução de NaCl 3,5% para fazer a recirculação de solução para o seu interior, o que permitiu que o pH se mantivesse estável por mais tempo. Uma vez por semana os 100 litros de solução eram integralmente renovados.

Durante a aplicação da proteção catódica foi utilizada uma rede de platina circunferencial e dois eletrodos de referência diametralmente opostos entre si, a fim de promover uma melhor uniformidade de potencial eletroquímico ao longo do corpo de prova.

Para otimizar a renovação da solução na superfície do CP e inibir uma possível evolução de pH localmente, foram colocadas duas entradas de solução posicionadas de forma diametralmente opostas entre si, na parte inferior da célula. Já a saída de solução foi posicionada o mais distante possível das duas entradas anteriores, na parte superior da célula, de modo a manter o fluxo de solução circulando e se renovando por todo o volume da célula.



Figura 61 Montagem experimental elaborada para pré-hidrogenação dos corpos de prova de BTD

A Figura 62 apresenta o fluxograma das etapas para a realização dos ensaios de BTD e avaliação quantitativa dos resultados.



Figura 62 Fluxograma para realização dos ensaios de BTD

Após a conclusão de cada ensaio, as amostras foram analisadas novamente no projetor de perfil para medição do diâmetro final. A análise quantitativa após o ensaio de BTD foi realizada conforme ASTM G129.

# 3.4.3 Análise das superfícies de fratura

Após os ensaios de BTD, as superfícies de fratura obtidas foram analisadas seguindo a mesma metodologia de análise das superfícies de fratura obtidas por CTOD, descrita no item 3.3.6 deste trabalho.

# 3.4.4 Análise da seção longitudinal dos corpos de prova pós-ensaio:

A fim de complementar a análise 3.4.3 e contribuir para um melhor entendimento da região onde a fratura ocorreu, foram realizados cortes longitudinais em todos os corpos de prova ensaiados. Após o corte, as amostras foram preparadas metalograficamente conforme item 3.2 e analisadas por microscopia ótica.

# 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

No presente trabalho, seis interfaces dissimilares soldadas sob diferentes condições foram avaliadas. Conforme detalhado no item 3.1, quatro dessas seis interfaces foram obtidas através do processo de soldagem por TIG automatizado, e variou-se o aporte térmico e tempo de alívio de tensões entre elas. Já as duas outras condições foram obtidas através da soldagem por eletrodo revestido, sem tratamento térmico pós soldagem.

Primeiramente, foram realizados ensaios de CTOD e BTD, a fim de avaliar o desempenho das juntas dissimilares em meio hidrogenado. As superfícies de fratura obtidas através desses ensaios também foram avaliadas, a fim de identificar os mecanismos de falha predominantes e as regiões da interface mais susceptíveis à fragilização por hidrogênio.

Com o objetivo de compreender os resultados obtidos nos ensaios, foi realizada então uma segunda etapa deste trabalho, que consistiu na caracterização das interfaces dissimilares por microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e transmissão e nanodureza. Tais resultados permitiram compreender a influência dos parâmetros de soldagem na microestrutura final da interface dissimilar.

Em complementação à caracterização das interfaces dissimilares, foi realizado um estudo do percurso percorrido pela trinca ao longo dos ensaios de CTOD e BTD, a fim de analisar qual região da interface era mais susceptível à propagação da trinca, e tais resultados, aliados com o estudo da microestrutura, elucidaram os resultados obtidos na primeira etapa do trabalho.

Por fim, foi realizado um estudo comparativo entre as metodologias utilizadas para avaliação das interfaces dissimilares, onde foram confrontadas as vantagens e as limitações de cada uma dessas metodologias. Fatores como reprodutibilidade de resultados e complexidade de confecção dos corpos de prova foram levados em consideração, a fim de se chegar a uma metodologia mais adequada possível para a avaliação dessa região tão complexa e heterogênea que é uma interface dissimilar.

#### 4.1 Caracterização das interfaces dissimilares

# 4.1.1 Microscopia ótica-análise qualitativa e quantitativa

A Figura 63 apresenta quatro macrografias referentes às interfaces de amanteigamento de inconel 625 sobre o metal de base F22 através do processo TIG orbital, referentes às juntas tipo I. Observa-se que, as juntas soldadas com menor aporte térmico, B10 e B20, exibiram passes de cordão de solda mais estreitos em relação às juntas soldadas com maior aporte térmico, A10 e A20. Essa observação está compatível com o esperado, uma vez que quanto maior o aporte térmico, maior é o volume de metal depositado durante a soldagem.

Além disso, as juntas soldadas com maior aporte térmico também apresentaram uma interface mais heterogênea, alternando em regiões mais claras, localizadas entre passes, e regiões mais escurecidas, além de apresentar ondulações aparentemente mais profundas que aquelas apresentadas pelas juntas soldadas com menor aporte térmico. Já nas juntas soldadas com menor aporte térmico, observa-se uma fina camada mais clara, praticamente contínua, localizada na interface dissimilar. Análises mais detalhadas serão realizadas a fim de identificar tais partes.

Não é esperado que o tempo de TTPS apresente mudanças perceptíveis nessas magnificações. Deste modo, acredita-se que a região mais escurecida na Figura 63.d), referente ao primeiro passe de inconel, tenha sido causada por um ataque químico mais intenso e não por uma mudança gerada pelo TTPS.



Figura 63 Mosaicos obtidos por MO das quatro interfaces dissimilares das juntas soldadas Tipo I. a) Baixo aporte, 10h de TTPS; b) Alto aporte, 10h de TTPS; c) Baixo aporte, 20h de TTPS; d) Alto aporte, 20h de TTPS. Imagens realizadas pelo LNNano, Campinas. Tipo de ataque: nital e ácido crômico.

O mosaico apresentado na Figura 64 corresponde às interfaces tipo II (CS1 e CS2), resultantes da solda de fechamento realizada com o processo de eletrodo revestido. Observa-se que essas interfaces apresentam uma irregularidade significativamente maior do que as quatro interfaces apresentadas anteriormente. Conforme mencionado no item 3.3.1, essa característica mais tortuosa das interfaces da solda de fechamento dificultou o posicionamento do entalhe para os ensaios de mecânica da fratura, e no item 4.1.3 será visto que essa característica também prejudica a avaliação da interface em si, quando o método de avaliação utilizado é o CTOD.



Figura 64 Mosaico obtido por MO da junta soldada tipo II completa, com amanteigamento em aço carbono e solda de fechamento com eletrodo revestido. Imagens realizadas pelo LNNano, Campinas.

A Figura 65 apresenta três mosaicos referentes às interfaces dissimilares B10, A10 e CS1, construídos a partir de imagens de microscopia ótica realizadas em amostras atacadas somente com nital. Na Figura 65.a), observa-se diversas regiões descontínuas na região da interface, ou seja, regiões de macrossegregação como aquelas descritas no item 2.1.2. Já na Figura 65.b), nota-se que a interface é mais uniforme, e as regiões de macrossegregação são observadas com menor frequência. O mesmo ocorre na Figura 65.c), que apesar de ser uma interface oriunda de outro processo de soldagem, também apresenta um número de macrossegregações menor, apesar de sua irregularidade.



Figura 65 Mosaicos obtidos por MO, realizados a partir das interfaces dissimilares atacadas somente com nital 2%. a) TIG-baixo aporte, 10h de TTPS; b) TIG-alto aporte, 10h de TTPS; c) Eletrodo revestido- sem tratamento térmico.

A fim de comparar as diferentes interfaces dissimilares e avaliar a influência dos parâmetros de soldagem na microestrutura, foi realizada a quantificação das regiões de macrossegregação encontradas em cada uma das condições de soldagem. Foram avaliadas para essa quantificação um total de 80mm de cada interface. Os resultados obtidos na quantificação são apresentados na Figura 66.



Figura 66 Quantificação de áreas de macrossegregação por amostra

Comparando juntas de um mesmo processo de soldagem (B10, A10, B20 e A20), observa-se que as interfaces geradas com menores aportes térmicos apresentaram interfaces com um maior número de macrossegregações do que as juntas geradas com maior aporte térmico. Além disso, o comprimento e a largura médios dessas regiões também foram maiores nas interfaces geradas com menores aportes térmicos. Já as juntas soldadas obtidas através do processo de eletrodo revestido (CS1 e CS2), apresentaram o mesmo padrão das juntas soldadas com elevado aporte térmico (A10 e A20), exceto pelo fato de a largura máxima atingida pelas macrossegregações ser mais elevada nas juntas de fechamento com eletrodo revestido.

Esse resultado está em concordância com o que é encontrado na literatura [9], e pode ser explicado através do mecanismo de formação dessas regiões, descrito no item 2.1.2.1. Quanto maior o aporte térmico, maior é a temperatura da poça de fusão, e além disso, maior é o seu tempo de permanência em temperaturas elevadas, de modo que quando o metal de base é arrastado em direção ao interior da poça de fusão, ele apresenta uma tendência maior a se dissolver e a se misturar com o metal de solda ainda liquido, gerando assim um número menor de estruturas descontínuas quando comparamos com um cordão de solda feito pelo mesmo processo com menor aporte térmico. Observou-se também, ao comparar juntas obtidas por diferentes processos de soldagem, que as juntas geradas pelo processo de eletrodo revestido, cujo aporte térmico é mais elevado do que

no processo de TIG, observou-se uma queda na quantidade de macrossegregações observadas, além de uma maior heterogeneidade nas dimensões e morfologia das mesmas. Desse modo, pode-se explicar assim o motivo da largura máxima encontrada nas juntas tipo II ter sido superior àquela encontrada para as juntas tipo I.

Desse modo, do ponto de vista de formação de martensita, o aumento do aporte térmico pode ser uma alternativa interessante para reduzir a formação dessa microestrutura frágil na interface dissimilar. No entanto, é importante lembrar que ao aumentar o aporte térmico, amplia-se também a extensão da zona de crescimento planar, que pode vir a se tornar susceptível à fragilização por hidrogênio caso o TTPS induza a precipitação de carbonetos nessa região [9].

# 4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

As imagens a seguir foram obtidas a partir de seções transversais das interfaces dissimilares, a fim de estudar mais detalhadamente suas características microestruturais. Para efeito de morfologia de interface, considerou-se que as interfaces B10 e B20 formam um único grupo, ou seja, aquele de menor aporte térmico. Do mesmo modo, as juntas A10 e A20 também foram consideradas como sendo uma única condição, ou seja, a condição soldada com elevado aporte térmico. Isso pode ser feito devido ao fato do tratamento térmico não alterar significativamente a morfologia dessas interfaces. No entanto, o mesmo não pode ser considerado quando se tratar de gradientes de composição química, assunto que será abordado mais adiante, ainda neste item.

Na Figura 67 é possível observar uma região contínua da interface dissimilar B10. Nela pode-se notar contornos de grão no inconel do tipo II, paralelos à interface dissimilar, seguidos por uma região de crescimento colunar dendrítico, com grãos alongados e orientados perpendicularmente à interface. Pode-se verificar também que a região de crescimento planar do inconel é quase imperceptível, com largura de 1 $\mu m$  a  $2\mu m$  microns aproximadamente. Essa largura pode variar tipicamente de  $1\mu m$  à  $15\mu m$ nas regiões contínuas das interfaces dissimilares soldadas com baixo aporte térmico.



Figura 67 a) Região contínua da interface B10; b) Detalhe da interface.

A Figura 68 também representa uma região contínua da interface, neste caso da junta A20. A imagem Figura 68.a) foi obtida a partir do sinal do detector de elétrons secundários e fornece uma melhor informação topográfica, enquanto a imagem Figura 68.b) foi obtida a partir do sinal de elétrons retro espalhados, e fornece um melhor contraste de composição química, onde a região mais clara está associada a um maior teor de níquel.

É possível identificar nesta região a microestrutura de "fingers", descrita no item 2.1.3 deste trabalho, formada a partir da penetração do metal de solda nos contornos de grão de austenita prévia do metal de base, e pode-se observar também uma estreita região martensítica, presente de forma intermitente ao longo da interface.



Figura 68 Região contínua da interface A20. a) Imagem obtida por elétrons secundários;b) Imagem obtida por elétrons retro espalhados.

Já na imagem Figura 69, é possível observar uma região descontínua da interface dissimilar B10, formada por uma morfologia típica de península, originada por porção de metal de base que devido à turbulência da poça de fusão avança em direção ao metal de solda e se solidifica rapidamente, antes de haver uma homogeneização ou dissolução no metal de solda. É possível notar uma região de crescimento planar tanto na região da interface fora da península quanto na região adjacente a ela. Já na região entre o metal de base e a península, formou-se uma região de microestrutura martensítica, cuja composição química será avaliada ainda neste tópico, a fim de melhor compreender seu mecanismo de formação.



Figura 69 Região descontínua da interface B10; b) Detalhe da morfologia de península.

Ao confrontar macrossegregações de juntas soldadas com diferentes aportes térmicos, é possível confirmar um comportamento que já havia sido constatado quantitativamente no item 4.1.1 deste trabalho, ou seja, juntas soldadas com um menor aporte térmico tipicamente apresentam macrossegregações mais extensas e largas do que aquelas apresentadas por juntas soldadas com aporte térmico mais elevado, como pode ser visto na Figura 70.

As figuras Figura 70.a) e Figura 70.b) representam uma região descontínua da interface dissimilar B10 e as imagens c) e d) consistem em uma região descontínua da junta soldada A20. As imagens a) e c) foram obtidas a partir do sinal do detector de elétrons secundários enquanto as imagens b) e d) foram obtidas a partir do sinal de elétrons retroespalhados, a fim de auxiliar na identificação das regiões ricas em níquel. Ao se comparar as dimensões de cada uma das macrossegregações, observa-se que a interface B10 apresenta uma região descontínua de península cujas dimensões superam àquelas apresentadas pela macrossegregação da interface A20. É importante frisar que nem todas as macrossegregações presentes nas interfaces de baixo aporte térmico apresentarão dimensões superiores àquelas encontradas nas interfaces de alto aporte

térmico, mas com base no estudo quantitativo apresentado em 4.1.1 pode-se dizer que tipicamente, essas morfologias seguirão esse padrão.



Figura 70 Comparativo entre regiões descontínuas das interfaces A20 e B10.

Já na Figura 71, observa-se uma região descontínua da interface CS1. Devido ao fato do processo de soldagem utilizado nessa condição ser eletrodo revestido, cujo aporte térmico foi superior ao utilizado nas interfaces anteriores, observa-se uma quantidade de macrossegregações inferior àquele apresentado pelas interfaces das juntas tipo I. No entanto, devido à turbulência gerada pela poça de fusão ser mais intensa neste caso, algumas regiões do metal de base são arrastadas por maiores distâncias para o interior do metal de solda, dando origem assim a algumas regiões descontínuas como a da Figura 71, que apresenta comprimento e largura superiores aos da Figura 70.



Figura 71 Mosaico construído a partir de imagens de MEV-FEG de uma região descontínua do tipo península, presente na interface CS1.

A Figura 72 traz informações sobre o perfil composicional de regiões contínuas de duas interfaces dissimilares: B20 e A20. Observa-se que na interface B20 a composição química apresenta elevado gradiente composicional ao longo de uma distância curta, de apenas  $4\mu m$ . Já na interface A20, observa-se três gradientes composicionais, mais suaves, indicando uma maior diluição nessa região. O objetivo desta comparação não é o de generalizar esse comportamento para as demais regiões contínuas das interfaces de alto aporte térmico, mas sim apresentar a consequência que essa maior diluição local gerou na microestrutura.

Os dois primeiros gradientes composicionais observados na interface A20 não apresentaram uma modificação perceptível na microestrutura. Já o último gradiente está diretamente relacionado com a microestrutura martensítica formada na região adjacente à interface. Nota-se que, no intervalo de 38 a 44  $\mu m$ , a composição química apresentada

por essa região é aproximadamente a mesma do metal de base, exceto pelo teor de níquel mais elevado. O fato do teor de níquel mais elevado estar relacionado a uma microestrutura martensítica tem sua explicação com base no fenômeno mencionado no item 2.1.3 de re-austenitização do metal de base durante o TTPS, que tem como consequência a geração de martensita não revenida após o tratamento térmico.



Figura 72 Perfis composicionais de juntas dissimilares com baixo e alto aporte térmico, obtidos através de análise por EDS em MEV-FEG.

Na Figura 73 pode-se observar de forma mais clara e ao longo de uma região mais extensa o efeito do níquel sobre a microestrutura. Constata-se através do mapeamento por EDS que toda a extensão da microestrutura martensítica está relacionada a um teor de níquel mais elevado do que aquele presente no metal de base, e o fim da região martensítica é coincidente com a queda do teor de níquel, de modo que a partir deste ponto a composição química passa a ser a do metal de base. Mais uma vez, o fenômeno observado reforça a teoria de que algumas regiões martensíticas observadas ao longo da interface dissimilar estão tendo sua origem no tratamento térmico realizado após a soldagem, e consequentemente encontram-se no estado não revenido após o resfriamento.



Figura 73 Gradiente composicional ao longo de uma região martensítica da interface B20, obtido através de análise por EDS em MEV-FEG.

# 4.1.3 Análise das Interfaces por Tomografia

As imagens de (i) a (vi) presentes na Figura 74 foram extraídas de um vídeo gerado pela análise de microtomografia, onde cada quadro representa uma foto deste vídeo extraída em um determinado tempo. Observa-se na sequência de imagens uma progressão de corte longitudinal à amostra, aproximadamente paralelo à interface dissimilar, que se aproxima gradativamente do centro da amostra, até chegar no ponto ilustrado pelo quadro (v), onde o corte divide a amostra exatamente ao meio. Neste caso, observa-se que a maior parte deste corte passa por uma região de aço, e uma região de menor área encontra-se no inconel.


Figura 74 Cortes em diferentes profundidades de uma região de junta tipo II obtidos através da técnica de microtomografia.

Em uma situação hipotética, onde entalhe estivesse posicionado exatamente neste plano de corte, conforme ilustrado na Figura 75, observa-se que em ambas as extremidades da amostra esse entalhe estaria localizado exatamente na interface inconel/aço. No entanto, o que se observa ao longo de sua profundidade é que grande parte do entalhe não está localizada sobre a interface dissimilar.

Deste modo, pode-se expandir essa hipótese para o caso dos entalhes nos corpos de prova de CTOD e concluir que, em um corpo de prova SENB, mesmo quando ambos os lados do entalhe se encontram na interface, não significa que toda a frente de propagação da trinca também estará, pois a interface dissimilar apresenta natureza tortuosa e pode sofrer desvios ao longo da espessura do corpo de prova. Além disso, quanto mais irregular for a interface, mais difícil será de assegurar que a frente de propagação da trinca esteja na região de interesse, de modo que o valor de energia J obtido pelos ensaios de CTOD será na realidade uma média ponderada de valores de energia J para a trinca se propagar no aço, no inconel e na interface.

Frente de propagação da trinca Propagação fora da região da interface

Esse resultado voltará a ser discutido no item 5, quando a validade dos ensaios for discutida e as metodologias avaliadas e confrontadas.

Figura 75 Situação hipotética de posicionamento do entalhe para ensaio de CTOD.

#### 4.1.4 Caracterização por Microdureza e Nanodureza

A caracterização das interfaces dissimilares através de mapeamentos de microdureza e nanodureza permitiu que se conhecesse localmente e de forma precisa as propriedades das diferentes regiões que compõem a microestrutura das interfaces dissimilares. Através da avaliação dos valores encontrados, foi possível verificar a influência do tempo de alívio térmico nos valores de dureza do material.

Os mapas da Figura 76 representam a distribuição de valores de dureza ao longo das interfaces B10 e A10. Observa-se que, para a interface B10, soldada com menor aporte térmico, os valores de dureza encontrados são superiores aos da A10, tanto na região da ZTA quanto no metal de solda. Esse comportamento está de acordo com o esperado, uma vez que menores aportes térmicos levam a velocidades de resfriamento maiores, resultando consequentemente em uma microestrutura de maior dureza.



Figura 76 Mapeamento das interfaces B10 e A10 por microdureza. Análise realizada no LNNano e cedida pela empresa FMC.

Os mapas da Figura 77 representam a distribuição de valores de dureza ao longo das interfaces B20 e A20. Observa-se que a região da ZTA dessas duas juntas soldadas apresenta valores de dureza muito similares entre si, sugerindo assim que a microestrutura martensítica gerada durante o ciclo térmico de soldagem foi completamente revenida durante o TTPS, de modo a igualar as durezas dessas regiões, ao contrário das juntas com

10 horas de tratamento térmico, que não apresentaram a mesma uniformidade de valores de dureza na ZTA.



Figura 77 Mapeamento das interfaces B20 e A20 por microdureza. Análise realizada no LNNano e cedida pela empresa FMC.

Ao comparar as interfaces de mesmo aporte térmico e diferentes tempos de alívio, ou seja, comparando-se os mapas de microdureza das interfaces B10 com B20 e A10 com A20, pode-se observar que, de um modo geral, o maior tempo de alívio térmico resultou em uma microestrutura da junta soldada mais macia e uniforme.

Devido à natureza heterogênea das interfaces dissimilares e à grande variedade microestruturas presentes em uma região muito reduzida de material, foi necessário realizar também um estudo dessas interfaces através da ótica da nanodureza. Com essa técnica, foi possível conhecer com maior nível de detalhe e precisão de localização as características de dureza de cada tipo de morfologia encontrada na interface dissimilar, bem como avaliar a influência do tratamento térmico nesses valores. Os resultados obtidos por essa análise serão fundamentais para explicar os micro mecanismos de fratura e os resultados obtidos nos ensaios de CTOD e BTD.

Pode-se observar na Figura 78 a) e b) imagens de áreas descontínuas de diferentes interfaces dissimilares, ambas soldadas com baixo aporte térmico e submetidas a diferentes tempos de alívio. As imagens foram obtidas por microscopia ótica e as amostras não haviam sofrido nenhum tipo de ataque metalográfico, para não interferir nas medidas das indentações, que apresentam tamanho muito reduzido.

Os resultados de nanodureza obtidos foram tratados de modo a gerar um mapeamento, que pode ser visto na Figura 78 c) e d). Verificou-se que a dureza do metal de base no mapeamento d) mostrou inferior àquela encontrada em c). Já o metal de solda em d) apresentou pontos de dureza mais elevados do que o metal de solda em c), e esse aumento de dureza se mostrou mais pronunciado nas regiões do metal de solda adjacentes ao aço. A imagem b) ilustra uma macrossegregação clássica do tipo península, formada por uma parcela de metal de base que adentra o metal de solda. Pelo mapeamento é possível identificar claramente essa região devido à sua cor azul escura, revelando assim que a dureza dessa região é inferior à média de dureza apresentada pelo metal de base.



Figura 78 Efeito do tempo de TTPS entre juntas soldadas com baixo aporte térmico. MO de região descontinua da interface a) B10 e b) B20, ambas sem ataque; Mapeamentos de nanodureza obtidos para as respectivas regiões c) B10 e d) B20.

Na Figura 79 a) e b) tem-se imagens de áreas descontínuas de diferentes interfaces dissimilares, soldadas com alto aporte térmico e submetidas a diferentes tempos de alívio. Assim como nas interfaces da Figura 78, observou-se que a dureza do metal de base no mapeamento d) mostrou inferior àquela encontrada em c), e é importante ressaltar que as regiões do aço adjacentes à interface apresentam dureza inferior ao restante do metal de base. Observou-se também um aumento de dureza do metal de solda, principalmente nas regiões próximas da interface, e esse aumento de dureza mostrou-se mais intenso na amostra tratada por 20 horas.



Figura 79 Efeito do tempo de TTPS entre juntas soldadas com baixo aporte térmico. MO de região descontinua da interface a) A10 e b) A20, ambas sem ataque; mapeamentos de nanodureza obtidos para as respectivas regiões c) A10 e d) A20.

Na Figura 80 a) e b) tem-se imagens de duas regiões distintas de uma mesma interface, no caso CS2, obtida pela solda de fechamento entre o metal de base API 5L X70 e o Inconel 625 pelo processo de eletrodo revestido, sem TTPS. A Figura 80 a) foi extraída de uma zona parcialmente diluída contínua, enquanto a Figura 80 b) representa uma região da ZPD descontínua.

Observa-se na Figura 80.c), que a dureza do metal de base se mostrou superior àquela encontrada nos mapeamentos anteriores, e que, diferente das condições anteriormente analisadas, não se observa uma queda de dureza na região do aço adjacente à interface, assim como não foi observado um aumento de dureza na região do inconel próxima ao aço. Já na Figura 80.d), observa-se uma região da interface com dureza muito elevada, seguida por uma região de dureza baixa.



Figura 80 Efeito do tempo de TTPS entre zonas parcialmente diluídas contínuas e descontínuas de uma mesma interface dissimilar, sem TTPS. MO de região da interface CS2 a) contínua e b) descontínua, ambas sem ataque; mapeamentos de nanodureza obtidos para as respectivas regiões c) contínua e d) descontínua.

Para cada uma das seis condições de soldagem estudadas, foram realizados dois mapeamentos de dureza em diferentes áreas: uma área situada em zona parcialmente diluída (ZPD) descontínua e outra área localizada em ZPD contínua. Os demais mapeamentos seguiram o mesmo padrão destes expostos nas figuras Figura 78, Figura 79 e Figura 80, e por essa razão não foram inseridas neste item.

Com base nos resultados obtidos e na literatura, pode-se concluir que o tratamento térmico de alívio de tensões feito após a solda atuou favorecendo a cinética de difusão do carbono do metal de base para o metal de solda, devido ao gradiente composicional deste elemento existente entre os dois materiais. Desta forma, quanto maior o tempo de tratamento térmico ao qual a junta é submetida, maior será a quantidade de carbono que se difunde do aço para o inconel, e como consequência disso observa-se uma região de

depleção de carbono no aço e uma região de concentração deste elemento no inconel, que se reflete assim em regiões de dureza baixa e de dureza elevada, respectivamente.

Segundo estudos conduzidos por Fenske [5], Alexandrov [6] e Dodge [8], a concentração de carbono na região planar do inconel pode resultar na precipitação de carbonetos do tipo  $M_7C_3$ . Esses carbonetos, por sua vez, além de contribuírem para o endurecimento de regiões do inconel adjacentes à interface, podem formar regiões preferenciais de acúmulo de hidrogênio, contribuindo assim para o aumento da susceptibilidade da interface dissimilar à fragilização quando submetidos a ambientes hidrogenados.

Observa-se que as juntas que foram aliviadas por 10 horas, também apresentaram um aumento de dureza na região do inconel, apesar de não ter sido observado o fenômeno de precipitação de M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> para esse tempo de alívio segundo Dodge [3], mostrando que mesmo sem haver precipitação de carbonetos, o carbono contribui para o endurecimento dessa região por solução sólida, mesmo que em menor intensidade.

Nas condições CS1 e CS2 esse fenômeno de descarbonetação e queda de dureza no metal de base não foi observado, pois na ausência de temperaturas elevadas não há condições favoráveis para haver difusão do carbono em direção ao inconel. Deste modo, a justificativa para os elevados valores de dureza encontrados na Figura 80.c) estão relacionados com a elevada diluição que ocorre principalmente em regiões descontinuas da interface, onde elementos de liga do metal de solda podem atuar contribuindo para a formação de uma microestrutura de maior dureza nas regiões de diluição. Esse fenômeno, aliado a ausência de tratamento térmico de alivio de tensões, contribui assim para a formação de uma microestrutura de elevada dureza em regiões de alta diluição da interface, comumente associadas as regiões de macrossegregação.

Em geral, observa-se que do ponto de vista de difusão de carbono e formação de precipitados do tipo  $M_7C_3$  na região planar do inconel, a ausência de TTPS é benéfica. No entanto, se não for realizado o TTPS, a martensita gerada no processo de soldagem permanecerá na sua forma não revenida, representando assim uma região de baixa tenacidade e elevada susceptibilidade à propagação de trincas.

Após a análise dos perfis de dureza pelos mapeamentos, foi realizado um estudo mais detalhado com o objetivo de relacionar os valores encontrados com suas respectivas microestruturas. Nas Figura 81 e Figura 82, retiradas de amostras tratadas termicamente por 20 horas, observa-se claramente a queda de dureza no aço à medida em que as indentações aproximam-se da interface com o inconel.

Na Figura 81, tem-se uma região uniforme da interface, onde pode-se observar uma região planar no inconel com largura de aproximadamente 20 microns que apresentou um intervalo de durezas entre 351 e 400 HV. Já na Figura 82, observa-se uma região de microestrurura martensítica seguida por uma região de crescimento planar no inconel, de mesma largura da amostra anterior. A região martensítica apresentou um intervalo de dureza entre 421 e 528 HV, ou seja, aproximadamente 100HV superior ao intervalo de dureza encontrado na região planar do inconel.

#### B20 decontínua



Figura 81 Valores de nanodureza de região próxima à interface dissimilar B20. À esquerda, MO em amostra antes do ataque químico, ilustrando toda a área mapeada; à direita, MEV da região sinalizada com o retângulo vermelho, em amostra atacada com nital e ácido crômico, detalhando valores de nanodureza.

#### A20 descontínua



Figura 82 Valores de nanodureza de região próxima à interface dissimilar A20.

É interessante observar que, mesmo após 20 horas de alívio de tensões, encontrase uma dureza muito elevada na região de microestrutura martensítica. Para entender esse fenômeno, é importante lembrar que essa é uma região com grande teor diluição, ou seja, a martensita ali formada apresenta elevados teores de elementos como níquel e cromo oriundos do inconel 625, como foi observado pelos mapeamentos de EDS do item 3.2.2. Esses elementos contribuem para elevar a dureza e aumentar a temperabilidade do aço, e além disso, o níquel, como elemento austenitizante, tem o poder de abaixar a temperatura A1 do aço nessa região de diluição, como foi observado no trabalho de Lippold et al. [6], e se essa temperatura A1 atingir patamares inferiores a 650°C (temperatura do TTPS), a microestrutura gerada ao final deste tratamento pode não ser de uma martensita revenida mas sim uma martensita não revenida que se formou durante o resfriamento após o TTPS, explicando assim sua dureza tão elevada.

É possível verificar um intenso gradiente de dureza existente em algumas regiões da interface, como destacado na Figura 83, onde entre dois pontos distantes entre si  $30\mu m$  existe uma diferença de dureza de 280,2 HV. Nesta mesma figura, pode-se observar valores de dureza na região de península consideravelmente abaixo da dureza no seio do metal de base, representando assim um forte indício de intensa descarbonetação nessa região, uma vez que esta "perda" de carbono se daria em todas as direções para o inconel.

# B20 decontínua



Figura 83 Valores de nanodureza de região com morfologia de "península", interface dissimilar B20.

Analisando a microestrutura das interfaces aliviadas por apenas 10 horas, observase na Figura 84 uma região contínua da interface onde é possível verificar que não houve uma redução de dureza tão marcante como aquela observada nas Figura 81 e Figura 82. A linha 2 da Figura 84 corresponde aproximadamente às linhas de mais baixa dureza das Figura 81 e Figura 82, e enquanto a média de valores de dureza encontrados na linha 2 da Figura 84 é de 318,3HV, a dureza média dos valores de dureza da região descarbonetada das Figura 81 e Figura 82 é de 266,5HV e 264,5HV, respectivamente, evidenciando assim o processo de descarbonetação mais intenso nas figuras Figura 81 e Figura 82.



Figura 84 Mapeamento de dureza de uma região contínua da interface B10.

Já na Figura 85, tem-se uma região descontínua da interface, onde pode-se observar áreas com microestrutura martensítica. Como essa interface sofreu um TTPS de apenas 10 horas, esperava-se encontrar uma dureza da martensita mais elevada do que aquela encontrada na martensita das interfaces aliviadas termicamente por 20 horas. No entanto, não foi isso que se observou, e a microestrutura martensítica da Figura 85 apresentou valores de dureza similares aos da Figura 82 e Figura 83, independentemente do tempo de alívio.

Esse fato observado corrobora para a teoria de que a martensita da Figura 82, Figura 83 e Figura 85 foi formada durante o resfriamento do TTPS, pois se ela tivesse sido formada no momento da solda, os valores de dureza apresentados nessa região seriam diferentes, devido as diferenças no tempo de revenimento.

A Figura 86 ilustra um mapeamento de dureza em uma região descontínua da junta CS2, ou seja, que não sofreu alívio de tensão. Ao se comparar a martensita de todas as condições estudadas, observa-se que embora de um modo geral os valores de dureza encontrados nas juntas tipo II (sem TTPS) sejam mais elevados do que aqueles encontrados nas juntas tipo I, os valores máximos de dureza de cada uma dessas condições são similares, variando somente a frequência com a qual eles ocorrem.

## B10 descontínua

--- -



Figura 85 Mapeamento de dureza de região descontínua da interface apresentando microestrutura martensítica.

CS2 descontinua								
	1.64				1			
540 <b></b>	393,0	360,2	371,6	356,0	388,4	347,3	304,8	299,4
510 <b>•</b> • • • • • • • • • • • • • • • • • •		111	12 3	4.				
		1¥				*	*	
420 10	364,4	390,9	362,8	333,1	310,4	279,4	235,3	540,1
	WAR AND		-					
301	347,1	302,8	312,0	300,4	237,1	534,9	278,4	312,2
30.000000000000000000000000000000000000								- day
	275,4	481,4	599,6	466,4	290,8	297,7	259,9	321,3
210	3							C.S.C. DASS
100	3 Jane 2	791 5	290 6	512.6	515.0	709 1	170 00	204.2
	1000,0	الم المر ا	565,6	312,0	515,0	250,1	270,00	204,5
****************			S.C. BL				-	
******************	291,9	371,6	300,1	315,6	446,0	513,0	288,2	272,4
	882 NU	A	¥5	00	15.087	LED	10µm	CBPF
0 30 60 90 120 120 150 80 210 240 270 300 330 360 899 420 450 480 510 540 570	1.0		A.4		AD I VAV			The Lot Villen

Figura 86 Mapeamento de dureza de região descontínua da interface CS2.

A fim de se ter uma visão mais geral da distribuição de valores de dureza apresentados por cada uma das seis condições de soldagem, construiu-se o histograma da Figura 87. Nele podemos observar que, para valores de dureza mais baixos, as condições de soldagem com maior número de ocorrências foram aquelas submetidas a 20 horas de TTPS (A20 e B20). Já as condições tratadas por 10 horas (A10 e B10), apresentaram uma maior frequência de ocorrência na região central do gráfico, e finalmente, as interfaces como soldadas (CS1 e CS2), foram aquelas que apresentaram maior frequência de ocorrência de dureza mais elevada. A Figura 88 ilustra de forma qualitativa curvas de tendência de distribuição de dureza para as diferentes condições de tratamento térmico.



**Regiões descontínuas** 

Figura 87 Histograma de valores de dureza por condição de junta soldada.



Figura 88 Curvas de tendência observadas no histograma de valores de nanodureza.

#### 4.1.5 Microscopia eletrônica de transmissão

A análise das interfaces dissimilares por microscopia eletrônica de transmissão foi realizada com o objetivo de confirmar a existência de carbonetos nas amostras com 20 horas de TTPS, verificar sua distribuição na matriz e localização em relação à interface. Como em trabalhos anteriores [5,8] foi reportado que 10 horas de TTPS não eram suficientes para essa precipitação ocorrer, as amostras B10 e A10 não foram submetidas à essa análise, nem tampouco as amostras CS1 e CS2.

Na Figura 89.a) observa-se a lamela extraída da interface dissimilar pela técnica de FIB, polida em duas regiões. A Figura 89.b) e Figura 89.c) representam dois mosaicos compostos por imagens de MET das regiões 1 e 2, respectivamente.



Figura 89 Análise da interface A20 por microscopia eletrônica de transmissão. a) Lamela extraída por FIB da interface dissimilar; b) Mosaico da região 1; c) Mosaico da Ao analisar a Figura 89.b), observa-se que essa região se encontra inteiramente contida no metal de base F22. As faixas mais escuras, perpendiculares ao sentido da lamela, representam regiões com maior concentração de discordâncias devido à severa deformação plástica imposta pelo forjamento. Já na Figura 89.c) foi possível se observar a interface dissimilar, que será mais detalhada na Figura 90.

Ao examinar a Figura 90, é possível observar 3 principais regiões:

- Região do metal de base, F22, apresentando lamelas de martensita formadas devido ao ciclo térmico imposto pela soldagem;
- Região de inconel adjacente à interface, clara e livre de precipitados, correspondente à região planar;
- Região do inconel um pouco mais afastada da interface onde observa-se uma região mais escurecida, com estruturas agulhadas, sinalizando um forte indício de precipitação neste local. Essa região foi então analisada com um maior aumento a fim de complementar o entendimento de sua microestrutura, e as imagens obtidas encontram-se na Figura 91.



Figura 90 Mosaico da interface A20 construído a partir de imagens de MET.

A Figura 91.b) e Figura 91.c) representam imagens de uma mesma região, analisadas em campo claro e campo escuro, respectivamente. Observa-se nitidamente a existência de precipitados alongados, orientados perpendicularmente à interface dissimilar. A fim de confirmar a composição química desses precipitados, foi realizada uma análise por EDS, apresentada na Figura 92.



Figura 91 Análise detalhada da região de inconel mais próxima à grade. a)Spot de difração utilizado para fazer as imagens em campo escuro; b) Imagem observada em campo claro; c) Imagem observada em campo escuro.

A Figura 92 apresenta a imagem de um precipitado com aproximadamente 25 nanômetros de comprimento, submetido a uma análise de EDS em linha a fim de se conhecer sua composição química. É possível notar que a composição química do precipitado é rica em cromo, enquanto a da matriz é composta basicamente por níquel e ferro, devido à diluição entre o inconel e o F22 nas regiões próximas à interface.



Figura 92 Análise de um dos precipitados por EDS.

Deste modo, aliando os resultados obtidos com as informações disponíveis na literatura, pode-se concluir que as interfaces dissimilares aliviadas por 20 horas, apresentaram precipitação de carbonetos do tipo M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> na região planar do inconel.

# 4.2 Ensaios de mecânica da fratura

### 4.2.1 Análise quantitativa

Os ensaios de CTOD foram realizados com o objetivo de construir uma curva de resistência com múltiplos CPs para cada uma das condições de soldagem, curva essa que deveria apresentar ao menos cinco pontos válidos segundo o critério estabelecido pela norma ASTM E1820-08 [46]. Devido à natureza heterogênea e tortuosa das interfaces dissimilares, observou-se uma dispersão elevada dos pontos obtidos na curva  $Jx\Delta a$ .

Para complementar o entendimento dessas curvas de resistência, os resultados das curvas FxCMOD, obtidas a cada ensaio, foram organizados com a curva  $Jx\Delta a$ . correspondente. Cada ponto da curva de resistência encontra-se identificado pelo número do CP que o originou, conforme pode ser observado da Figura 93 à Figura 104.



Figura 94 Curva  $Jx\Delta a$  obtida para a condição B10.

Tabela 4 Resultados de  $J e \Delta a$  obtidos para cada corpo de prova da condição B10.

СР	B10-CP4	B10-CP5	B10-CP6	B10-CP7	B10-CP8	B10-CP9	B10-CP10	B10-CP11	B10-CP12	B10-CP13
Jcorr (N.mm)	86,16	161,06	113,73	178,05	166,51	35,31	47,31	262,27	203,22	265,17
∆a (mm)	0,50	0,55	0,42	0,31	0,69	0,09	0,12	0,27	0,38	0,86







Figura 96 Curva  $Jx\Delta a$  obtida para a condição A10.

Tabela 5 Resultados de  $J e \Delta a$  obtidos para cada corpo de prova da condição A10.

СР	A10-CP4	A10-CP5	A10-CP6	A10-CP7	A10-CP8	A10-CP9	A10-CP10	A10-CP11	A10-CP12	A10-CP13
Jcorr (N.mm)	287,49	198,27	160,99	200,73	132,81	238,45	190,79	222,44	121,09	267,55
∆a (mm)	0,50	0,66	0,64	0,57	0,43	0,59	0,46	0,52	0,47	0,66



Figura 97 Curvas *FxCMOD* obtidas para a condição B20.



Figura 98 Curva  $Jx\Delta a$  obtida para a condição B20.

Tabela 6 Resultados de  $J e \Delta a$  obtidos para cada corpo de prova da condição B20.

СР	B20-CP6	B20-CP7	B20-CP9	B20-CP10	B20-CP11	B20-CP12	B20-CP13
Jcorr (N.mm)	96,22	123,16	121,60	222,77	174,33	68,56	298,99
Δa (mm)	0,44	1,03	0,59	0,50	0,49	0,10	0,69



Figura 99 Curvas *FxCMOD* obtidas para a condição A20.



Figura 100 Curva  $Jx\Delta a$  obtida para a condição A20.

Tabela 7 Resultados de  $J e \Delta a$  obtidos para cada corpo de prova da condição A20.

СР	A20-CP4	A20-CP5	A20-CP6	A20-CP7	A20-CP8	A20-CP9	A20-CP10	A20-CP11	A20-CP12
Jcorr (N.mm)	219,81	239,29	145,64	111,48	119,55	111,74	242,61	242,09	220,23
∆a (mm)	0,59	0,86	0,40	0,30	0,47	0,35	0,54	0,78	0,45



Figura 101 Curvas FxCMOD obtidas para a condição CS1



Figura 102 Curva  $Jx\Delta a$  obtida para a condição CS1.

Tabela 8 Resultados de  $J e \Delta a$  obtidos para cada corpo de prova da condição CS1.

СР	CS1-CP1	CS1-CP3	CS1-CP4	CS1-CP5	CS1-CP6
Jcorr (N.mm)	213,36	278,11	215,10	220,81	286,73
Δa (mm)	0,58	0,87	0,75	0,79	1,66



Figura 103 Curvas *FxCMOD* obtidas para a condição CS2.



Figura 104 Curva  $Jx\Delta a$  obtida para a condição CS2.

Tabela 9 Resultados de  $J e \Delta a$  obtidos para cada corpo de prova da condição CS2.

СР	CS2-CP1	CS2-CP2	CS2-CP3	CS2-CP4	CS2-CP5	CS2-CP6
Jcorr (N.mm)	212,36	218,68	189,32	350,24	312,63	214,64
∆a (mm)	0,53	0,89	0,63	0,71	0,97	1,07

Dentre as juntas tipo I, observou-se uma maior dispersão de pontos nas curvas B10 e B20, soldadas com menor aporte térmico. Como foi visto no item 4.1.1, essas condições foram aquelas que apresentam maior quantidade de macrossegregações ao longo de sua interface, e os mosaicos realizados por microscopia ótica, apresentados na Figura 63, também mostraram uma interface mais irregular, em consequência do maior número de cordões de solda que tiveram que ser depositados comparativamente às juntas de alto aporte térmico, devido ao menor volume de consumível depositado a cada passe.

Dessa forma, observa-se que esta técnica de avaliação é muito sensível às irregularidades da interface, mesmo quando o processo de solda utilizado é completamente automatizado, como foi o caso das juntas do tipo I, soldadas pelo processo de TIG orbital.

Analisando as juntas do tipo II, onde a interface dissimilar foi originada por uma solda de fechamento através do processo de eletrodo revestido, observou-se que de modo geral, os resultados obtidos foram similares àqueles encontrados nas juntas tipo I. No entanto, a interface CS2 apresentou dois pontos razoavelmente divergentes dos demais (CP4 e CP5).

Observando as superfícies de fratura dessas duas condições, nota-se claramente que uma parcela da trinca se propagou pelo aço e outra pelo inconel, como já havia sido previsto anteriormente, principalmente em interfaces mais irregulares. Desta forma, a elevada energia apresentada pelos corpos de prova CS2-CP 4 e CP5 deve-se à grande parcela de inconel presente na frente de propagação da trinca, mascarando assim o resultado do ensaio, uma vez que a parcela da trinca que efetivamente percorreu a interface dissimilar ficou reduzida. Na Figura 105 encontra-se a superfície de fratura do CP4, condição CS2.



Figura 105 Superfície de fratura CS2-CP4.

Foi visto no item 2.6 que a precipitação de carbonetos do tipo  $M_7C_3$  durante o TTPS de juntas dissimilares apresenta um efeito deletério no comportamento de fragilização por hidrogênio, pois atuam como sítios de aprisionamento deste elemento, gerando assim regiões preferenciais para propagação da trinca. No entanto, apesar de ter sido comprovado no item 4.1.5 que a condição com 20 horas de TTPS apresentou precipitados próximos à região da interface, não foi observada diferença significativa entre os resultados das interfaces com 10 e 20 horas de TTPS, ou seja, o efeito do tempo de tratamento térmico pós soldagem e o efeito da precipitação de carbonetos não foi detectado pelos ensaios de CTOD.

A Figura 106 exibe um gráfico comparativo entre todas as curvas de resistência obtidas pelos ensaios de CTOD. Observa-se que as condições A10 e A20, soldadas com alto aporte térmico, apresentam curvas quase coincidentes. Como foi visto no item 4.1.1, dentre todas as condições estudadas neste trabalho, as A10 e A20 são aquelas que apresentaram a interface mais bem comportada e uniforme, que por sua vez está se refletindo nos resultados das curvas J-R. Dessa forma, a característica morfológica da interface pode justificar esse comportamento similar entre as curvas A10 e A20. No entanto, não foi observada uma queda de tenacidade da condição A10 para a condição A20, que era esperada devido à formação de carbonetos após 20 horas de alívio. Esse

comportamento pode ter ocorrido devido ao fato da precipitação de carbonetos ter sido muito discreta ainda para influenciar na tenacidade do material.

Ao contrário do que foi observado nas juntas de alto aporte térmico, que apresentaram comportamento similar e uniforme, as juntas de baixo aporte térmico, B10 e B20 apresentaram comportamentos distintos, onde condição B20 apresentou um desempenho inferior à interface B10. Seguindo a mesma linha de raciocínio, essa mudança de comportamento provavelmente não está relacionada com a formação de carbonetos na interface B20, pois foi visto que nas interfaces de mais alto aporte térmico essa precipitação não apresentou influência considerável nas curvas J-R. Desta forma, essa mudança de comportamento apresentada entre as interfaces de baixo aporte térmico pode ser justificada pela elevada dispersão de pontos encontrada durante a construção das curvas J-R. Essa elevada dispersão de pontos pode ser justificada pela morfologia mais irregular das interfaces de baixo aporte térmico, apresentada no item 4.1.1, que dificulta a propagação da trinca pela interface dissimilar.

O comportamento apresentado pelas juntas CS1 e CS2 também pode ser justificado da mesma forma: a natureza irregular da interface dificulta a propagação da trinca somente por ela. Deste modo, acredita-se que o resultado de energia (J) obtido ao longo do ensaio, não represente somente a energia necessária para a trinca se propagar pela interface, mas sim uma "média ponderada" das energias necessárias para ela se propagar pelo inconel, aço e interface. Essa informação quantitativa não foi levantada, e será sugerida no item 7 deste trabalho.

Dessa forma, pode-se concluir que, quanto mais irregular for a interface dissimilar a ser avaliada, mais difícil será a sua avaliação pelos métodos tradicionais de mecânica da fratura, pois a natureza tortuosa da interface dificulta a propagação da trinca somente pela região interface dissimilar, de modo que o resultado obtido é um conjunto de vários materiais que a frente da trinca encontra ao se propagar.



Figura 106 Gráfico comparativo de curvas  $Jx\Delta a$  para todas as condições.

Ensaios adicionais foram realizados em algumas das condições estudadas, a fim de se conhecer a influência do tempo de hidrogenação e da taxa de ensaio no fenômeno de fragilização das interfaces dissimilares.

Ao contrário dos resultados apresentados anteriormente, que seguiram uma sistemática para permitir a comparação do desempenho de diversas interfaces dissimilares quando submetidas às mesmas condições de hidrogenação e taxa de ensaio, os resultados apresentados na Figura 107 foram realizados somente em algumas juntas, devido à ausência de corpos de prova suficientes, e mesmo assim foi possível observar a influência do tempo de hidrogenação e de taxa do ensaio no comportamento das juntas soldadas à fragilização por hidrogênio.



Figura 107 Curvas *FxCMOD* obtidas para diferentes taxas de ensaio e tempo de hidrogenação



Figura 108 Pontos  $Jx\Delta a$  obtidos para diferentes taxas de ensaio e tempo de hidrogenação Tabela 10 Resultados de  $J e \Delta a$  obtidos para cada corpo de prova da condição CS2

СР	B20-CP12	B20-CP14	B20-CP15	B20-CP16	A20-CP7	A20-CP10	A20-CP11	A20-CP14	A20-CP15	A20-CP13
Jcorr (N.mm)	68,56	27,77	19,43	64,48	111,48	242,61	242,09	104,53	134,24	499,52
Δa (mm)	0,10	0,16	0,06	0,92	0,30	0,54	0,78	1,38	1,00	0,49

#### Comparativo entre condições

Na Figura 107 é possível observar curvas *FxCMOD* obtidas a partir de ensaios realizados com 2, 7, 24 e 29 dias de hidrogenação e ao ar. Além disso, na curva  $Jx\Delta a$  tem-se os pontos correspondentes às curvas *FxCMOD* circulados por linhas tracejadas. Os pontos envolvidos por uma linha tracejada vermelha foram submetidos a uma taxa de ensaio de  $6 \cdot 10^{-6}$  mm/s (taxa de deslocamento do atuador), ao passo que aqueles pontos circundados por uma linha verde representam os CPs ensaiados a uma taxa superior, de  $2 \cdot 10^{-4}$  mm/s.

Analisando a influência do tempo de hidrogenação, é possível observar que para tempos de hidrogenação prolongados, a inclinação da curva *FxCMOD* aumenta, e assim que a carga máxima é atingida, a curva sofre uma queda mais abrupta do que para as demais condições, mostrando assim que a interface dissimilar não foi capaz de suportar o carregamento durante um período mais extenso, pois a propagação da trinca encontrou menos resistência à propagação do que nos demais casos. Isso é comprovado quando se observa no gráfico  $Jx\Delta a$  a localização destes pontos, e constata-se que o valor de crescimento da trinca foi elevado (1mm e 1,38mm) e a energia absorvida para essa propagação ocorrer foi baixa comparativamente com as demais condições (134,24 e 104,53 J). Já para o corpo de prova B20-CP16, hidrogenado por 7 dias, observa-se que a energia absorvida também foi baixa (64,48J) mas o crescimento da trinca se deu de forma mais controlada, atingindo-se o valor de 0,92mm. Finalmente, observando-se o corpo de prova ensaiado ao ar, é possível notar um aumento significativo no valor de energia absorvida durante a propagação da trinca (499,52J), e essa, por sua vez, não apresentou propagação muito extensa, atingindo o valor de 0,49 mm.

Comparando-se agora corpos de prova de uma mesma condição de soldagem, B20, e mesmo tempo de hidrogenação de dois dias, submetidos a taxas de ensaio distintas, foi observado que taxas mais baixas de ensaio contribuíram para um efeito mais pronunciado de fragilização por hidrogênio. Por exemplo, enquanto em B20-CP12 foram necessários 68,56J para promover uma propagação de trinca de 0,10mm, em B20-CP14 foi necessária uma energia menor, de 27,77J, para levar a um crescimento de trinca maior, de 0,16mm. É importante ressaltar que um maior número de ensaios deve ser realizado, a fim de validar estatisticamente os fenômenos observados. No entanto, mesmo com um número limitado destes, foi possível observar uma tendência de comportamento que está de acordo com a teoria, pois tanto o maior tempo de hidrogenação dos corpos de prova quanto a menor taxa de ensaio mostraram contribuir para um maior efeito de fragilização do material.

# 4.2.2 Análise das superfícies de fratura geradas pelos ensaios de CTOD

Ao analisar as superfícies de fratura geradas durante os ensaios de CTOD à taxa de deslocamento de  $2 \cdot 10^{-4} mm/s$ , observou-se que a maior parte dessas regiões apresentou o modo de fratura de clivagem e quase-clivagem, conforme ilustrado na Figura 109. Através de análises por EDS, verificou-se que a composição química dessas regiões era próxima à composição do metal de base, F22.



Figura 109 Imagem obtida por MEV-FEG de superfície de fratura de clivagem correspondente à condição B20-CP11.

Foram encontradas também regiões com aspecto liso, também chamado de *"disboundig"* pela literatura, ou descolamento. Essa morfologia de superfície de fratura é encontrada tipicamente em interfaces dissimilares fragilizadas por hidrogênio, e são originadas a partir de um descolamento na interface metal de solda/metal de base, devido ao acúmulo de hidrogênio nessa região, reduzindo assim as forças coesivas. A Figura 110 exemplifica essa superfície de fratura de descolamento, onde também pode-se verificar a presença de canais ou microtrincas formadas na região dos contornos de grão de austenita prévia. A presença de elevado teor de ferro juntamente com uma a presença de níquel confirma o posicionamento desta superfície de fratura em relação à interface. Esse tipo de morfologia foi encontrado em diversas condições de soldagem, sejam elas sem alívio ou com alívio de 10 ou 20 horas.



Figura 110 Superfície de fratura apresentando áreas de descolamento, obtida por MEVtungstênio a partir da condição B10-CP13.

Além de regiões de quase-clivagem e de descolamento, foram constatadas também regiões da superfície de fratura que apresentaram aspecto de degraus, conforme a Figura 111. Como foi visto no item 2.6, essas superfícies de fratura correspondem à região planar do inconel rica em carbonetos. Para verificar se essa região realmente era composta em sua maior parte por níquel, foi realizada uma análise por EDS, onde ficou evidente a diferença de composição química da região de degraus e o restante da superfície. Esse tipo de morfologia foi encontrado somente nas interfaces aliviadas por 20 horas, que está de acordo com a literatura uma vez que as demais condições não foram aliviadas por tempo suficiente para haver precipitação de carbonetos.



Figura 111 Superfície de fratura apresentando áreas de degraus de clivagem, obtida por MEV-tungstênio a partir da condição B20-CP10.

As imagens da Figura 112 exemplificam a quarta e última morfologia de superfície de fratura observada, intergranular. Observa-se, através dos espectros obtidos por EDS, que essa superfície de fratura está relacionada com a região de interface, devido ao elevado teor de níquel encontrado. Esse tipo de superfície de fratura não foi mencionado nos trabalhos anteriores, mas acredita-se que ela esteja relacionada com a concentração de hidrogênio nos precipitados formados na região interdendrítica do inconel.



Figura 112 Superfícies de fratura intergranular, obtidas por MEV-FEG a partir da condição B20-CP10. a) Imagem gerada por elétrons retro espalhados; b) Imagem gerada por elétrons secundários.

Conforme mencionado no item 4.2.1, ensaios adicionais de CTOD foram realizados variando-se o tempo de hidrogenação e a taxa de deslocamento do ensaio, a fim de se conhecer a influência destes parâmetros sobre a resistência à fragilização por hidrogênio das juntas dissimilares. As superfícies de fratura obtidas a partir desses ensaios apresentaram as mesmas morfologias daquelas apresentadas anteriormente, e as mais representativas encontram-se na Figura 113.

A principal alteração observada entre as superfícies de fratura obtidas com taxa mais lenta e/ou maiores tempos de hidrogenação foi na frequência com que áreas correspondentes à fratura na interface dissimilar foram encontradas. Em outras palavras, nas superfícies de fratura obtidas por ensaios a taxa de  $2 \cdot 10^{-4}$  mm/s observou-se uma maior ocorrência de superfícies de clivagem e quase clivagem, e pequenas regiões apresentaram características como descolamento, degraus de clivagem e fratura intergranular. Já nos casos onde a taxa de ensaio foi  $6 \cdot 10^{-6}$  mm/s essa situação se inverteu, indicando assim que a taxa mais lenta de ensaio e o maior tempo de hidrogenação levou a superfície de fratura a se propagar mais na região da interface.


Figura 113 Superfícies de fratura obtidas por MEV-FEG a partir de ensaios com menor taxa de deslocamento. Morfologia intergranular observada em A20-CP2, imagem por a) elétrons retro espalhados e b) elétrons secundários; c) Degraus de clivagem observados em A20-CP2; d) Degraus de clivagem observados em A20-CP1; e) Morfologia de descolamento observada em B10-CP3; f) Morfologia de descolamento observada em B20-CP7.

### 4.2.3 Análise do percurso da trinca em ensaios de CTOD

Como foi mencionado anteriormente, a literatura sobre o percurso da trinca em juntas dissimilares do tipo F22/inconel 625 carece de estudos com tempos de alívio de tensão intermediários, como 10h e 20h, que são justamente os mais utilizados na indústria.

Deste modo, o objetivo desse estudo foi conhecer o percurso preferencial da trinca em juntas soldadas sem e com TTPS, a fim de compreender quais microestruturas e regiões da interface dissimilar são mais susceptíveis à propagação da trinca, e assim, através do controle dos parâmetros de soldagem, obter uma microestrutura na interface dissimilar que permita elevar a resistência à fragilização por hidrogênio.

Além disso, esse estudo do caminho preferencial seguido pela trinca foi realizado de forma direta, ou seja, através de preparações metalográficas das seções transversais dos corpos de prova de CTOD. A fim de aumentar a confiabilidade estatística da análise, os corpos de prova foram analisados em seis diferentes profundidades, e um total de dez corpos de prova foram submetidos a esse estudo.

As juntas soldadas tipo I apresentaram comportamento muito similar entre si, mas divergente do que se esperava. De acordo com a literatura, juntas aliviadas por um intervalo de tempo excessivo apresentaram a região planar do inconel como a mais susceptível à fragilização por hidrogênio, uma vez que os carbonetos de  $M_7C_3$  ali existentes atuam como sítios preferenciais de concentração de hidrogênio, levando assim a uma maior susceptibilidade dessa região.

Deste modo, como nas juntas soldadas submetidas a 20 horas de TTPS foi constatada a existência desses precipitados, esperava-se uma propagação de trinca majoritariamente na região planar do inconel. Já no caso das juntas do tipo I submetidas a 10 horas de TTPS, esperava-se um comportamento similar àquele apresentado pelas juntas tipo II sem alívio, uma vez que 10h de TTPS não são suficientes para promover a precipitação de carbonetos na região planar do inconel.

No entanto, foi observado foi que em ambos os casos, nas juntas do tipo I, a trinca se propagou preferencialmente pela região do aço adjacente à interface dissimilar, independente do tempo de alivio, como pode ser visto da Figura 114 à Figura 118.



Figura 114 Mosaico obtido por MO de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição B10-CP8, lamela retirada a 3mm de profundidade.





Figura 115 Mosaico obtido por MO de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição B10-CP13, lamela retirada a 2mm de profundidade.

Na Figura 114, observa-se que a trinca contorna a ondulação do cordão de solda de inconel, caminhando pela região de aço adjacente à interface. Esse comportamento foi o mais frequente encontrado nas lamelas das juntas tipo I analisadas. Na situação da Figura 115, fica claro que o inconel não é uma região de propagação preferencial da junta B10, pois conforme indicado pela seta vermelha, a trinca contorna o inconel para continuar se propagando pelo aço.

Nas Figura 116 e Figura 117, observa-se que a trinca buscou a região do metal base adjacente à interface para se propagar, assim como na Figura 118, onde o entalhe estava completamente na região de inconel e mesmo assim a propagação ocorreu no aço.

Uma das lamelas da condição B10-CP13 apresentou um comportamento diferente das demais, e pode ser observada na Figura 119. Neste caso pontual observa-se que parte da trinca se propagou pela região planar de inconel.



Figura 116 Mosaico obtido por MO de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição A10-CP9, lamela retirada a 5mm de profundidade.



Figura 117 Mosaico obtido por MO de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição B20-CP9, lamela retirada a 4mm de profundidade.



Figura 118 Mosaico obtido por MO de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição A20-CP12, lamela retirada a 4mm de profundidade.



Figura 119 Mosaico obtido por MO de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição B10-CP13, lamela retirada a 6mm de profundidade.

As imagens da Figura 120 à Figura 123 representam lamelas retiradas das juntas do tipo II, ou seja, de uma condição sem alívio de tensão. O caminho da trinca observado para este caso foi completamente diferente daquele observado nas juntas do tipo I. Observou-se neste caso que a trinca se propagou preferencialmente pela região da interface, e não pela região de aço adjacente à interface ou pelo inconel.

As figuras de Figura 120 à Figura 122 representam lamelas consecutivas extraídas de um mesmo corpo de prova, CS1-CP4, e nos fornecem informações sobre a trinca ao longo da profundidade deste CP. Desta forma, observa-se que na Figura 120, o entalhe inicialmente deu origem a uma trinca bifurcada, onde a ramificação da esquerda se propagou pelo inconel e logo foi contida. Já a ramificação da direita encontrou a interface dissimilar e por ela se propagou até encontrar uma região mais rica em inconel. Ao observar a ponta da trinca com maior aumento, nota-se que seu percurso muda de direção para que a trinca continue se propagando pela região mais clara da interface.



Figura 120 Imagem obtida por MEV-FEG de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição CS1-CP4, lamela #6.

Nas figuras Figura 121 e Figura 122 esse comportamento da trinca se confirma, e observa-se claramente que ela busca a região mais clara da interface para se propagar.



Figura 121 Imagem obtida por MEV-FEG de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição CS1-CP4, lamela #7.



Figura 122 Imagem obtida por MEV-FEG de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição CS1-CP4, lamela #8.

Na Figura 123 é interessante observar que mesmo quando o entalhe estava posicionado totalmente sobre o aço, o trajeto percorrido pela trinca buscou a interface para se propagar.



Figura 123 Imagem obtida por MEV-FEG de amostra atacada com nital e ácido crômico, referente à condição CS2-CP5, lamela #7.

Ao relacionar essas regiões com seus respectivos valores de dureza, observa-se, através da Figura 124, que essa região mais clara apresenta diversos pontos de elevada dureza, chegando a valores de até 640 HV.



Figura 124 Mapeamento de dureza para a condição CS1, região descontínua. Micrografias obtidas por microscopia ótica à esquerda e eletrônica de varredura à direita.

Acredita-se que por essa região estar localizada em uma zona de mistura muito intensa entre o metal de base e o metal de solda, forma-se ali uma estrutura de elevada dureza devido à alta concentração de elementos de liga do metal de solda que se diluíram no metal de base, e no momento do resfriamento originaram microestrutura de elevada dureza. Além disso, essa região apresenta um elevado nível de tensões residuais devido ao ciclo térmico imposto pela soldagem e aos diferentes coeficientes de dilatação térmica existentes entre o metal de solda e o metal de base.

Deste modo, comparando-se o caminho percorrido pela trinca nas seis condições estudadas, todas submetidas às mesmas situações de pré-hidrogenação e teste, observouse dois comportamentos principais: em juntas aliviadas termicamente, a trinca caminhou preferencialmente pela região do aço adjacente à interface. Já no caso de juntas sem alívio, a propagação da trinca se deu preferencialmente na região da interface dissimilar de elevada dureza e elevado nível de tensões residuais.

Estudos conduzidos por H. T. Wang et al.[47] em juntas dissimilares ensaiadas ao ar, observaram que quando um entalhe se encontra posicionado na interface de dois materiais de resistência mecânica distinta, a trinca tende a se propagar pela região de mais baixa resistência. Intuitivamente, este fato é contrário ao que se espera, pois geralmente a trinca se propaga pelos materiais com mais baixa tenacidade. No entanto, no caso de interfaces que apresentem um diferencial de resistência mecânica ou *"strength mismach"*, ocorre um fenômeno particular, que será explicado a seguir de forma geral para depois ser aplicado ao caso encontrado neste trabalho.

Para que uma trinca se propague de forma frágil por um material de baixa tenacidade, é necessário que o nível de tensões na ponta desta trinca atinja um valor mínimo de *K* para iniciar a sua propagação. No entanto, se um entalhe estiver posicionado na interface entre dois materiais com propriedades mecânicas consideravelmente diferentes, ou seja, se ao lado do material de maior dureza e resistência houver um material mais macio e de menor resistência mecânica, o nível de tensões na ponta da trinca será limitado pelo material de menor resistência, pois assim que o nível de tensões na ponta da trinca será limitado as tensões e não permitindo que se chegue a um nível de tensão suficientemente elevado para provocar uma propagação de trinca instável pelo material mais frágil. Desta forma, o material mais macio irá concentrar as deformações até chegar no limite de ruptura, onde irá se romper preferencialmente ao material de mais elevada resistência mecânica. Desta forma, o que ocorre na interface entre os materiais é na

realidade uma deformação do material mais macio até sua ruptura, que ocorre preferencialmente ao material de maior dureza.

Fazendo então um paralelo entre essa teoria e as juntas dissimilares aliviadas termicamente, pode-se associar a região de maior dureza e resistência com o inconel, e a região mais macia com a região do metal de base adjacente à interface dissimilar que sofreu descarbonetação durante o tratamento térmico. Desta forma, em uma região muito estreita da interface tem-se duas regiões adjacentes com um grande diferencial de propriedades mecânicas, que se intensifica à medida que se eleva o tempo de tratamento térmico. Quanto maior o tempo de tratamento térmico, mais carbono se difunde do metal de base para o metal de solda, diminuindo a resistência e a dureza do metal de base e elevando a dureza do inconel seja por solução sólida, seja pela precipitação de carbonetos, que ocorre para tempos mais longos de TTPS.

Desse modo, pode-se considerar que o fenômeno que ocorre neste caso não é exatamente uma propagação de trinca, mas sim um rasgamento do metal de base em uma região de mais baixa resistência mecânica, que se deforma e chega a ruptura preferencialmente ao inconel.

Por outro lado, nas juntas sem alívio de tensão observa-se que esse diferencial de propriedades mecânicas não é tão acentuado, vide item 4.1.4. Desta forma, como não ocorre o fenômeno de descarbonetação do aço nem o endurecimento do inconel, o diferencial de propriedade mecânica será menor, e a trinca se propagará então pela região de menor tenacidade.

Fazendo um paralelo com as superfícies de fratura observadas em 4.2.2, pode-se concluir que para taxas de ensaio mais elevadas, menor foi o efeito do hidrogênio sobre o comportamento das interfaces dissimilares, de modo que o fenômeno de fratura foi regido principalmente pelo diferencial de propriedades mecânicas, e por isso a maior parte das regiões analisadas apresentou-se na forma de clivagem e quase clivagem na região do F22. Já para o caso de ensaios realizados em taxas mais lentas, pode-se dizer qualitativamente que o efeito do hidrogênio foi mais significativo, levando a um maior número de regiões a fraturarem na interface. Deste modo, foi observado um aumento no número de superfícies de fratura clássicas encontradas, mas ainda assim manteve-se a

predominância no modo de fratura de clivagem e quase clivagem (referente à fratura no metal de base F22).

### 4.3 Ensaios de tração a baixa taxa de deformação (BTD)

### 4.3.1 Análise quantitativa

Foram realizados, no total, sete ensaios de tração a baixa taxa de deformação: dois para cada condição de junta soldada, de modo que cada ensaio possuísse uma duplicata e um CP para a realização de um ensaio ao ar. As curvas tensão-deformação obtidas encontram-se na Figura 125.



Figura 125 Curvas de BTD Tensão versus deformação, sobrepostas.

Ao analisar a região onde a fratura ocorreu, observou-se que a fratura dos corpos de prova das juntas tipo II ocorreu no metal de base X70, fora da região de interface, enquanto os corpos de prova das juntas tipo I fraturaram na interface inconel/F22, exceto por um ensaio (10h de TTPS ao meio-teste1) que apresentou uma falha na hidrogenação

e rompeu fora da região da interface com razoável nível de plasticidade, mostrando assim que a hidrogenação não foi eficaz neste caso.

Do ponto de vista de resistência mecânica, observou-se que as curvas correspondentes a junta tipo II apresentaram menor resistência mecânica e menor ductilidade, ao passo que a junta tipo I aliviada termicamente por 10 horas foi aquela que apresentou melhor resultado. Já a condição aliviada por 20 horas atingiu valores intermediários entre as duas condições anteriores.

Comparando os resultados apresentados pelas juntas com 10 horas e 20 horas de TTPS, é possível atribuir o desempenho inferior das juntas com 10 horas de alivio às seguintes justificativas:

- Pela presença de precipitados da forma M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, que se formam na região planar do inconel quando a interface é submetida a um tratamento térmico por um período de 20 horas. Foi visto em trabalhos anteriores [5] que essa interface formada entre o precipitado e matriz gerava sítios de aprisionamento de hidrogênio, elevando assim a sua susceptibilidade à fragilização em ambientes hidrogenados;
- Pelo fenômeno de descarbonetação observado no item 4.1.4. Foi visto, através das análises de nanodureza, que nas juntas soldadas submetidas a um tempo mas longo de TTPS (20 horas), gerou-se uma região de descarbonetação mais intensa do que aquela observada nas condições aliviadas termicamente durante 10 horas, ou seja, submetidas a um TTPS com metade do tempo de duração. Desta forma, a região descarbonetada pode ter resultado em uma queda de resistência mecânica localizada na região de F22 adjacente à interface dissimilar, de modo que a fratura se desse naquela região.

Comparando os resultados obtidos para as juntas tipo II com as demais condições, pode-se justificar a menor resistência mecânica através da própria configuração da junta soldada. Conforme ilustrado na Figura 60, as juntas soldadas tipo I são compostas pelo metal base F22 em ambas as extremidades, e no centro do CP tem-se as duas soldas de amanteigamento e o enchimento de inconel. Já nas juntas tipo II, uma extremidade é composta pelo metal de base F22 enquanto a outra extremidade é composta por X70. Como o X70 apresenta limite de resistência inferior ao F22, a ruptura se deu no X70

devido a essa diferença de resistência mecânica, e não necessariamente por ele ser mais susceptível à fragilização por hidrogênio. Deste modo, para essas juntas não foi possível avaliar as propriedades da interface dissimilar. No item 7 serão apresentadas sugestões de melhoria para que essa interface possa ser avaliada pela metodologia de BTD.

Condição de soldagem	Tempo de teste [h]	limite de resistência [Mpa]	tensão de ruptura [Mpa]	L0 da região útil	Deformação máxima	diâmetro inicial [mm]	diâmetro final [mm]	Redução de área
Como soldado ensaio ao ar	146,1	478,3	247,8	68,4	12,6%	8,85	4,00	80%
Como soldado ensaio 1 ao meio	137,5	489,8	408,9	67,6	11,6%	8,86	6,04	54%
Como soldado ensaio 2 ao meio	114,1	479,9	405,59	67,6	9,4%	8,73	6,85	38%
10h de TTPS ensaio 1 ao meio	154,3	516,2	426,8	67,9	12,7%	8,77	6,76	41%
10h de TTPS ensaio 2 ao meio	195,1	523,1	470,2	67,0	16,6%	8,73	7,11	34%
20h de TTPS ensaio 1 ao meio	173,5	520,8	460,2	66,2	15,4%	8,77	7,42	28%
20h de TTPS	164,0	508,3	429,4	66,2	14,1%	8,77	7,36	30%

Na Tabela 11 tem-se um resumo dos parâmetros extraídos após o ensaio de BTD. Tabela 11 Parâmetros obtidos após ensaio de BTD

Observa-se que as juntas que apresentaram menor redução de área foram as juntas tipo I aliviadas por 20 horas, seguidas pelas juntas tipo I aliviadas por 10 horas e as juntas tipo II apresentaram maior ductilidade. Além disso, a deformação final da junta com 10h de TTPS ensaio 2 mostrou-se superior àquelas apresentadas pelos CPs da condição aliviada por 20 horas. Desta forma, pode-se concluir que ou a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio é maior nas juntas tipo I submetidas a 20 horas de TTPS, ou então a queda de resistência mecânica na região descarbonetada levou a uma ruptura precoce da junta, fazendo com que ela apresentasse valores de ductilidade e alongamento inferiores àquelas com 10 horas de TTPS, onde o efeito de descarbonetação tão intenso.

Para esclarecer o fenômeno que está governando esses resultados, foram realizados cortes longitudinais aos corpos de prova ensaiados, com o objetivo de verificar onde a fratura ocorreu e assim compreender melhor o comportamento observado pelos ensaios de BTD.

## 4.3.2 Análise das superfícies de fratura geradas pelos ensaios de BTD

As superfícies de fratura de todos os corpos de prova ensaiados foram observadas primeiramente através de um estereoscópio e em seguida, analisadas por microscopia eletrônica de varredura e EDS. Todas as imagens dos CPs pós ensaio bem como suas superfícies de fratura observadas pelo estereoscópio encontram-se no 8.1 deste trabalho.

A análise do corpo de prova ensaiado ao ar, retirado de junta soldada do tipo II, (sem alívio de tensão na interface dissimilar) apresentou características de um material de elevada plasticidade, cuja superfície de fratura se mostrou completamente dúctil, formada predominantemente por microcavidades, conforme exposto na Figura 126.



Figura 126 Imagem obtida por MEV-FEG a partir da superfície de fratura de CP ensaiado ao ar, extraído de junta soldada tipo II. a) Imagem em de superfície de fratura dúctil; b) Detalhes de microcavidades.

Por outro lado, as superfícies de fratura dos CPs das juntas tipo II, ensaiados ao meio, apresentaram predominantemente regiões com modo de fratura de quase-clivagem, conforme exibido na Figura 127 a) e b).



Figura 127 Imagem obtida por MEV-FEG a partir da superfície de fratura de CP extraído de junta soldada tipo II e ensaiado ao meio. a) Região apresentando modo de fratura de quase-clivagem; b) Imagem de mesma região, com maior aumento; c) Região central do corpo de prova apresentando modo de fratura dúctil; d) Imagem de mesma região, com maior aumento.

Já os corpos de prova das juntas tipo I, cuja fratura se deu na região da interface, apresentaram fratura frágil, com reduzida deformação plástica e superfícies características de clivagem. A Figura 128 exemplifica o comportamento apresentado pelas interfaces das juntas do tipo I que romperam na interface. Observa-se na Figura 128.a), obtida com baixo aumento, que a superfície de fratura manteve a morfologia ondulada dos cordões que a originaram, evidenciando assim sua proximidade da interface dissimilar.

No entanto, não foram encontradas regiões de descolamento ou degraus de clivagem na região planar do inconel, como é reportado na literatura como superfícies de fratura clássicas em ensaios de CTOD. Além disso, durante as análises por EDS

mostraram a ausência de níquel nas superfícies de fratura, mesmo quando a superfície analisada se encontrava do lado do inconel. Este resultado foi surpreendente uma vez que macroscopicamente, a superfície de fratura estava localizada exatamente na interface dissimilar. Deste modo, para melhor compreender a localização da superfície de fratura com relação à interface, foram realizados cortes longitudinais nos corpos de prova fraturados, e o resultado deste estudo encontra-se no item 4.3.3 a seguir.



Figura 128 Imagem obtida por MEV-FEG a partir de junta soldada tipo I aliviada por 10 horas, ensaio 2 ao meio. a) Imagem em baixo aumento, evidenciando ondulações referentes ao cordao de solda; b) c) e d) Imagens da mesma região da superfície de fratura, com crescente magnificação.

### 4.3.3 Análise do percurso da trinca em ensaios de BTD

As figuras de Figura 129 a Figura 132 apresentam mosaicos de regiões próximas às superfícies de fratura de corpos de prova BTD das juntas tipo I, condições com 10h e 20h de TTPS. Em ambas as imagens, tem-se a impressão de que a superfície de fratura se deu exatamente na interface dissimilar.

No entanto, em uma análise mais detalhada da seção transversal, observa-se que na realidade a fratura se deu na região do aço adjacente à interface dissimilar. As figurasFigura 130 e Figura 132 mostram claramente que tanto em regiões contínuas como nas regiões descontínuas, a fratura contorna a interface pela região do metal de base adjacente ao metal de solda.

Pode-se explicar este resultado utilizando o mesmo conceito de "strength mismatch" ou diferencial de resistência mecânica que utilizamos no item 4.2.3, mas neste caso em um carregamento uniaxial sem a presença de concentrador de tensão. Durante o tratamento térmico, uma certa área da seção transversal de metal de base, adjacente à interface, sofre uma depleção de carbono devido à difusão que ocorre desses átomos em direção ao inconel. Desta forma, cria-se uma região de mais baixa resistência mecânica no metal de base, ao mesmo tempo em que o metal de solda sofre um endurecimento devido a maior concentração de carbono em solução sólida ou devido à precipitação de carbonetos. Desta forma, ao ser solicitado mecanicamente, o corpo de prova terá sua deformação concentrada na região de menor resistência mecânica. Logo, observa-se que a ruptura se dá predominantemente na região do metal de base referente à zona de descarbonetação. Por esse motivo, as superfícies de fratura não apresentaram morfologias características de descolamento ou de degraus no inconel, e por essa razão também não foi detectado o elemento níquel nas análises por EDS.



Figura 129 Mosaico em MO da seção transversal da região de ruptura de junta soldada com 10h de TTPS, ensaio 2. Ruptura na interface A10.



Figura 130 Detalhes em maior aumento da região de ruptura da junta soldada com 10h de TTPS, ensaio 2.



Figura 131 Mosaico em MO da seção transversal da região de ruptura de junta soldada com 20h de TTPS, ensaio 1. Ruptura na interface B20.



Figura 132 Detalhes em maior aumento da região de ruptura da junta soldada com 20h de TTPS, ensaio 1.

# **5** CONSIDERAÇÕES FINAIS

### 5.1 Síntese geral do trabalho

O presente trabalho vislumbrou o estudo de diferentes interfaces dissimilares sob a ótica de diversas técnicas de caracterização microestrutural e metodologias de avaliação em meio hidrogenado, a fim de conhecer a susceptibilidade à fragilização por hidrogênio e os fatores microestruturais que influenciam no comportamento dessas interfaces quando solicitadas em meio sob proteção catódica.

Foram analisadas 6 diferentes condições de juntas soldadas: 4 delas foram geradas a partir da solda de amanteigamento entre o metal de base ASTM A182 grau F22 com o metal de adição ENiCrMo-3 (inconel 625) e posterior tratamento térmico, originando assim as juntas soldadas tipo I. Como uma forma de evitar o tratamento térmico em interfaces dissimilares, um segundo tipo de junta soldada foi proposto, onde o amanteigamento do metal de base F22 foi realizado com metal de adição similar, e após o tratamento térmico desse conjunto foi realizada a solda de fechamento com o segundo metal de base (API 5L-X70) através do processo de eletrodo revestido, utilizando o consumível de inconel 625, originando assim as interfaces dissimilares tipo II, sem tratamento térmico.

A Figura 133 resume os resultados observados ao longo deste trabalho e alguns resultados encontrados na literatura. Na primeira coluna, encontram-se listadas as diversas variáveis que foram combinadas entre si para a obtenção das seis condições de juntas soldadas estudadas. Na segunda coluna, tem-se o efeito microestrutural diretamente relacionado a uma ou mais variáveis da primeira. Por fim, na terceira coluna, tem-se o impacto desses fatores microestruturais no desempenho da interface durante os ensaios de CTOD e BTD ao meio. É importante ressaltar a existência de uma relação de causa e efeito entre as colunas, uma vez que as variáveis do processo de soldagem são responsáveis por mudanças microestruturais na interface dissimilar, e essas características da microestrutura por sua vez irão influenciar os resultados obtidos nos ensaios da terceira coluna.



Figura 133 Resumo de resultados observados.

Observou-se que a morfologia das interfaces dissimilares se mostrou sensível ao aporte térmico utilizado e ao processo de soldagem. Quanto maior o aporte térmico, menor foi o número de macrossegregações observadas assim como a média de comprimento e largura dessas estruturas também foi inferior àqueles presentes nas interfaces de mais baixo aporte térmico. Além disso, a mudança de processo de soldagem de TIG para eletrodo revestido se refletiu em um aumento significativo na tortuosidade e irregularidade da interface dissimilar, dificultando assim o posicionamento do entalhe nos ensaios de CTOD e levando a resultados de CTOD mais dispersos.

O tempo de tratamento térmico se mostrou também uma variável importante para as propriedades das interfaces dissimilares. Conforme ilustrado pelas figuras Figura 76 e Figura 77, o maior tempo de tratamento térmico foi capaz de diminuir o valor de dureza global da região soldada, no entanto, as análises de nanodureza evidenciaram que esse mesmo tempo de TTPS originou pontos de dureza mais elevada, principalmente na região planar do inconel. Esse aumento de dureza na região do metal de solda já havia sido observado na literatura, e está relacionado com o fenômeno de difusão do carbono do aço para o inconel que ocorre durante o tratamento térmico, gerando assim uma zona descarbonetada do metal de base adjacente à linha de fusão. Na interface A20, onde o tempo de alívio foi de 20 horas, constatou-se que a precipitação de carbonetos na região planar do inconel. Além disso, o tratamento térmico também contribuiu para intensificação da diferença de propriedades mecânicas existente na interface, entre a região do metal de base adjacente que sofreu descarbonetação e a região planar do inconel.

O efeito do tratamento térmico se refletiu nos ensaios realizados em meio sob proteção catódica. No caso do ensaio de BTD nas juntas soldadas tipo I, observou-se que o maior tempo de alívio levou a uma fratura em menos tempo e com menor plastificação do que aquela observada para condições aliviadas por menos tempo. No caso de ensaios de CTOD a taxa de  $10^{-5}$  mm/s, esse efeito de diferença de propriedades mecânicas na interface, mais evidente nas juntas tipo I, levou a trinca a se propagar pela região de menor resistência, levando assim a um rasgamento na região de metal de base descarbonetada. Já nas juntas tipo II, sem tratamento térmico, observou-se que a trinca caminhou preferencialmente na interface dissimilar. Para taxas de ensaio mais lentas, a literatura relata que para taxas de  $5 \cdot 10^{-6}$  mm/s essa propagação se dá preferencialmente na região planar do inconel quando na presença de carbonetos M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, e quando não há essa precipitação, o caminho preferencial da trinca se dá pela interface.

É importante ressaltar que não foi encontrado na literatura um estudo sistemático de caminho da trinca como o apresentado neste trabalho. Como mencionado no item 3.3.7, duas amostras de cada condição foram analisadas, e em cada uma foram estudadas seis seções transversais espaçadas de 1mm entre si, permitindo assim se chegar a uma conclusão do trajeto percorrido pela trinca nessas condições. Já a maior parte dos trabalhos da literatura se baseiam no aspecto da superfície de fratura e em alguns casos, análises de FIB para propor um caminho preferencial de propagação.

# 5.2 Metodologia de construção de curvas de resistência para juntas dissimilares

A metodologia de avaliação de interfaces dissimilares através de ensaios de mecânica da fratura se mostrou interessante inicialmente por conseguir reproduzir superfícies de fratura similares àquelas encontradas em campo, além de ser uma forma de simular o comportamento da interface na presença de um defeito ou concentrador de tensão. No entanto, esta metodologia apresenta diversos pontos de questionamento, que foram sendo levantados ao longo deste trabalho e necessitam de atenção. A seguir esses pontos serão evidenciados e brevemente discutidos.

• <u>Posicionamento do entalhe</u>: ao confeccionar um corpo de prova de CTOD, é necessário revelar a interface através de um ataque químico com nital para então posicionar o entalhe no corpo de prova. Esse processo de posicionamento do entalhe é manual, portanto existe um fator humano nesse processo que pode comprometer a imparcialidade do processo. Além disso, em alguns casos onde a interface muda de direção ao longo da largura do corpo de prova, não é possível posicionar a ponta do entalhe na interface dissimilar em ambos os lados.

• <u>Porção de interface que efetivamente está sendo ensaiada:</u> como foi visto no item 4.1.3 de caracterização por tomografia, quanto mais tortuosa for a interface, mais difícil é o posicionamento do entalhe sobre a interface, e mesmo nos casos onde a ponta do entalhe se encontra sobre a interface dissimilar em ambos os lados do CP não se pode garantir que todo o entalhe estará sobre ela. Deste modo, o resultado de energia obtido para a propagação da trinca é constituído por uma média entre todos os materiais pelos quais a trinca se propagou, mas hoje em dia esse fator não é levado em consideração e todo o valor de J obtido dos ensaios é associado à interface.

• <u>Curva JxR por descargas parciais versus Curva JxR com múltiplos CPs:</u> valendose dos dois argumentos anteriores, é possível compreender que quanto maior a irregularidade da interface, mais dispersos serão os resultados, uma vez que para cada CP existe uma disposição única do entalhe com relação à interface. Deste modo, tomar um único CP para realizar toda a curva JxR de uma condição pode ser arriscado uma vez que a região ensaiada é demasiado heterogênea para ser representada por um único corpo de prova.

• <u>Complexidade na preparação dos corpos de prova:</u> conforme detalhado no item 3.3.1 de materiais e métodos, o processo de fabricação dos corpos de prova de CTOD é composto de muitas etapas, as quais exigem processos de usinagem e soldagem muito precisos e de elevado custo.

A Figura 134 apresenta três gráficos  $Jx\Delta a$ , todos construídos a partir de interfaces dissimilares de amanteigamento F22-IN625. O gráfico da Figura 134.a) foi construído a partir de interfaces aliviadas com diferentes intervalos de tempo, pré-hidrogenadas por uma semana a 4°C e ensaiadas nessa mesma temperatura a taxa de  $5 \cdot 10^{-6}$  mm/s. Já o gráfico da Figura 134.b) foi construído ao longo deste trabalho a partir de duas interfaces como soldadas e quatro aliviadas com 10 e 20 horas, pré-hidrogenadas por 2 dias a 25°C e ensaiadas a 7°C±2°C. Finalmente, o gráfico da Figura 134.c) foi construído a partir de uma interface que já havia sido utilizada em campo e falhou durante uma parada operacional. Da seção de material remanescente, foram retirados corpos de prova e ensaiados com diferentes temperaturas de pré-hidrogenação e de ensaio a fim de simular os ciclos de operação (80°C) e parada operacional (4°C) aos quais essa junta foi submetida[43]. As curvas presentes nos gráficos a) e c) foram obtidas a partir do método de descargas parciais, onde cada curva foi construída a partir de um único CP, ao passo que as curvas de b) foram construídas a partir de múltiplos CPs.



Figura 134 Resultados de ensaios de mecânica da fratura em juntas dissimilares em meio hidrogenado. a) Juntas dissimilares com diversos tempos de TTPS [8]; b) Ensaios de CTOD realizados no presente trabalho; c) Ensaios de CTOD com diferentes tempos e temperaturas de pré-hidrogenação e ensaio [43].

Com o objetivo de auxiliar na comparação entre as curvas, a Figura 135 apresenta um compilado dos três gráficos apresentados na Figura 134. Primeiramente, é possível observar que os pontos correspondentes às curvas da Figura 134.b) apresentam uma dispersão mais elevada do que o restante das condições. Acredita-se que o motivo dessa dispersão resida no fato de que vários corpos de prova diferentes foram utilizados para a construção dessas curvas, ou seja, se uma curva J-R apresentar 6 pontos, cada um desses pontos representa um corpo de prova com um entalhe em uma determinada região da interface.

Devido à natureza heterogênea e tortuosa da interface, cada corpo de prova apresenta uma combinação particular de microestruturas na ponta do entalhe, e cada combinação irá refletir em um comportamento fracto-mecânico diferente. O mesmo não acontece quando a curva JxR é gerada a partir de um único CP, e por essa razão as curvas se apresentam de uma forma mais "bem comportada".



Compilado de curvas JxR

Figura 135 Compilado de resultados de CTOD.

No entanto, mesmo entre as curvas J-R construídas a partir de um único CP notase algumas dispersões significativas. No caso das duas curvas representativas de condições tratadas termicamente por 10 horas do Grupo I, observa-se um distanciamento entre curvas, crescente com os valores de delta a. Em  $\Delta a = 0,2$  mm, por exemplo, notase que existe uma diferença de aproximadamente 50J entre as curvas. Nas curvas do Grupo III, para a condição hidrogenada a 80°C por 2 dias e ensaiada a 4°C, observa-se também que as duas curvas que representam uma mesma condição encontram-se distanciadas entre si de um valor de aproximadamente 40J, para valores de  $\Delta a$  superiores a 0,4 mm.

Comparando pontos de uma mesma curva, observa-se que no Grupo III, na condição pré-hidrogenada e ensaiada a 80°C-CP2, existem alguns pontos de mesmo  $\Delta a$  com valores de energia (J) discrepantes entre si, como por exemplo em  $\Delta a \cong 0,15$  mm, que está associado a valores de J de 80 N.mm e 140 N.mm. Ainda nesta condição, observa-se também pontos com diferentes valores de  $\Delta a$  apresentando o mesmo valor de energia J, como por exemplo em J=140N.mm, que está associado a valores de  $\Delta a \cong 0,22$  mm e  $\Delta a \cong 0,38$  mm.

Todas essas observações reforçam a afirmativa de que o método de CTOD para avaliação de uma interface tão heterogênea apresenta um elevado nível de dispersão de resultados, não somente em curvas J-R construídas a partir de múltiplos CPs como também em curvas construídas a partir do método de descargas parciais. Além disso, foi observado que curvas J-R de uma mesma condição em alguns casos apresentam-se defasadas entre si de valores de até 50J, reforçando assim a ideia de que uma curva J-R constituída a partir de um único CP não é suficiente para representar o todo quando se trata de uma região tão heterogênea em microestrutura, composição química e propriedades mecânicas.

# 5.3 Comparativo geral entre metodologias

A Tabela 12 apresenta um comparativo entre 3 metodologias de avaliação de interfaces dissimilares em meio hidrogenado, consideradas as mais relevantes até o presente momento.

Tabela 12 Comparativo de metodologias de avaliação de juntas dissimilares em meio hidrogenado

Critérios de Comparação	CTOD (TWI, reproduzido no LNDC)	BTD (LNDC)	Carregamento Constante (Ohio)	
Preparação dos corpos de prova	Usinagem por eletroerosão para retirada dos CPs + soldagem de extensão de inconel e aço pelo processo laser + usinagem por eletroerosão + ataque para revelar interface + marcação do entalhe e furos para suporte do clip + usinagem do entalhe e furos + solda ponto para contato elétrico)	Usinagem de corpo de prova cilíndrico em torno CNC ou convencional + lixamento até a lixa de 600	Usinagem de corpo de prova cilíndrico em torno CNC ou convencional + lixamento	
Aparato experimental	Cuba de 25L para ensaio + serpentina e banho para resfriamento + potenciostato + 1 eletrodo de referência + 2 contra eletrodos de grafite	Célula de 0,5L para ensaio + cuba de 100L para recirculação de solução + potenciostato + 2 eletrodos de referência + 1 contra eletrodo de platina	Célula pequena para ensaio + aparato para proteção catódica (não especificado no artigo)	
Tempo de ensaio	~4 horas por curva <i>FxCMOD</i> + 2 dias de hidrogenação prévia	~6 dias por curva Tensão x deformação+ 15 dias de hidrogenação prévia	Até 1000 horas (45 dias)	
Reprodutibilidade	Baixa	Alta	Alta	
Região ensaiada	Porção de material localizada na ponta do entalhe.	Duas interfaces dissimilares simultaneamente. Também é possível ensaiar uma interface por vez caso seja de interesse.	Uma interface dissimilar por vez. É possível adaptação para ensaiar as duas interfaces simultaneamente.	
Tipo de carregamento	Flexão em 3 pontos	Tração uniaxial com direção de carregamento inclinada em relação à interface	Tração uniaxial com direção de carregamento perpendicular à interface	

A primeira diferença básica entre eles é a existência ou não de entalhe. Como mencionado anteriormente, a presença do entalhe introduz uma incerteza ao ensaio, uma vez que não se sabe qual porção da interface dissimilar realmente encontra-se na ponta do entalhe. Desse modo, as metodologias II e III dispensam essa etapa por considerarem que a própria heterogeneidade da microestrutura atua como concentrador de tensão, evitando assim incertezas e erros inerentes ao processo de entalhamento.

A segunda diferença é o modo de carregamento imposto à interface, que no caso do CTOD é de flexão enquanto nos ensaios de BTD e peso morto é tração uniaxial. No caso II, foi utilizado um chanfro em V para a soldagem dos corpos de prova, e dessa forma a direção de carregamento apresentou uma inclinação com relação à interface. Já na metodologia III, o chanfro utilizado foi meio-V, levando assim a um carregamento perpendicular à interface, portanto, mais severo. Dependendo das condições operacionais que se deseja simular, um ou outro tipo de chanfro podem ser mais adequados

Com relação à região avaliada no ensaio, no caso da metodologia I, somente uma interface pode ser ensaiada por vez, ao passo que na metodologia II, ambas as interfaces foram submetidas simultaneamente ao carregamento, e isso pode ser interessante pois em campo o que ocorre é uma solicitação da junta soldada como um todo e não somente de uma das interfaces.

No presente trabalho as juntas CS1 e CS2 são exemplos de uma junta soldada exatamente igual àquela empregada em campo que foi submetida como um todo ao ensaio de BTD. Já as interfaces das juntas soladas tipo I, apesar de também terem tido as duas interfaces submetidas simultaneamente ao meio, não representam exatamente a configuração de uma junta de campo, pois são compostas por F22 de ambos os lados. Mesmo assim, foi interessante submeter as duas interfaces a um mesmo esforço para se ter um resultado comparativo entre elas. A metodologia III de carregamento constante foi utilizada para ensaiar CPs contendo somente uma interface por vez, mas poderia ser facilmente adaptada para ensaiar corpos de prova mais longos contendo duas interfaces dissimilares simultaneamente.

Do ponto de vista de taxa de carregamento, o ensaio de carregamento constante, metodologia III, é aquele que mais se aproxima da realidade de campo. No entanto, para que o ensaio tivesse um tempo de duração razoável foi necessário alterar o meio para uma solução de pH=1, de modo a promover uma hidrogenação acelerada no material. Neste ponto, é necessário optar por ser fiel a forma de carregamento ou ao meio, uma vez que ensaios de carga constante em meio de NaCl necessitariam de tempos muito longos até a ruptura. Uma alternativa para esse caso poderiam ser os ensaios de peso morto com carregamento progressivo, similares a um dos ensaios apresentados no item 2.7.1, mas sem entalhar o corpo de prova.

Com relação ao tempo de ensaio, o método I aparentemente é mais interessante por apresentar duração de poucas horas. No entanto, para a construção de uma curva de resistência com múltiplos CPs é necessário no mínimo 5 ensaios, cada qual envolvendo etapas antes e após o ensaio, totalizando assim um tempo de cerca de duas semanas para a confecção de uma curva J-R com 5 pontos. Já o ensaio de BTD apresenta duração de aproximadamente três semanas, e o ensaio de peso morto pode variar de algumas horas para até 45 dias.

Considerando o quesito complexidade, a metodologia II mostrou ser a mais simples tanto em confecção do CP quanto em aparato experimental, enquanto o método I se mostrou ser o de maior complexidade em relação a preparação do corpo de prova. Já o método III apresenta uma preparação de CP tão simples quanto em II, mas o aparato de ensaio torna-se mais complexo devido ao meio utilizado para o ensaio.

Finalmente, um aspecto muito importante de ser levado em consideração no momento da escolha de metodologia é a reprodutibilidade e confiabilidade dos resultados. Neste quesito, a metodologia III se mostrou interessante, assim com a metodologia II, que tem se revelado promissora. Devido à falta de material disponível, não foi possível realizar triplicatas dos ensaios da metodologia II para confirmar com mais confiabilidade estatística essa afirmação.

Tendo em vista as metodologias existentes, e o fato de que a inserção de um entalhe mecânico no corpo de prova apresenta diversas ressalvas, seria interessante buscar uma metodologia que unisse o modo de carregamento uniaxial com a existência de defeitos. Porém, ao invés desses defeitos serem introduzidos mecanicamente por meio de um entalhe, eles poderiam ser provocados no momento da solda, garantindo assim sua localização na interface. No entanto, não se encontrou na literatura nenhum trabalho que desenvolvesse essa metodologia, provavelmente pela complexidade que estaria envolvida na confecção dos corpos de prova.

# 6 CONCLUSÕES

- Interfaces dissimilares soldadas pelo processo de TIG orbital automatizado apresentaram maior número de macrossegregações quanto menor o aporte térmico empregado durante a soldagem;
- Quanto maior o tempo de tratamento térmico pós soldagem, maior a quantidade de carbono que se difunde do aço para o inconel, e maior é o efeito de descarbonetação do aço adjacente à interface dissimlar. Esse efeito se mostrou deletério tanto para os ensaios de CTOD à taxa de 2·10<sup>-4</sup> mm/s quanto ao desempenho nos ensaios de BTD.
- Interfaces dissimilares formadas a partir de processos manuais apresentam interfaces mais irregulares do que aquelas geradas a partir de processos automatizados. Tal fenômeno se mostrou responsável pela elevada dispersão dos pontos obtidos para a curva de resistência, agravando ainda mais a confiabilidade dos resultados em termos de reprodutibilidade e confiabilidade.
- Os resultados de mecânica da fratura mostraram que, para taxas de deslocamento de 10<sup>-5</sup>mm/s, o fenômeno que rege o caminho da trinca é predominantemente o "mismach" de resistência mecânica entre o inconel e a ZTA do metal de base adjacente à interface dissimilar. Deste modo, o percurso da trinca se dá preferencialmente na região descarbonetada do metal de base adjacente à interface dissimilar, uma vez que esta é a região de menor resistência mecânica;
- Em taxas de deslocamento mais lentas, da ordem de 10<sup>-6</sup> mm/s, análises de superfícies de fratura dos corpos de prova de CTOD apresentaram um maior numero de regiões na superfície de fratura cuja morfologia está associada à propagação de trinca na interface, sinalizando assim que para taxas mais lentas o fenômeno de fragilização por hidrogênio tende a se sobrepor ao fenômeno de "mismach", levando assim a trinca a se propagar em mais regiões da interface dissimilar. Estudos mais aprofundados das seções transversais destes corpos de prova devem ser realizados para complementar o entendimento deste fenômeno;
- Ao comparar as metodologias utilizadas para avaliação de interfaces dissimilares, observa-se que a metodologia de avaliação por mecânica da fratura e construção de curvas J-R apresentou baixa reprodutibilidade de resultados, elevada

complexidade do ponto de vista de confecção dos corpos de prova, além de introduzir incertezas devido ao processo de posicionamento do entalhe, que é uma tarefa manual e subjetiva. Além disso, quanto maior a tortuosidade e irregularidade da interface, menor é a eficiência deste método em avaliar de fato a propagação da trinca pela interface dissimilar. Deste modo, essa metodologia se mostrou inadequada para a avaliação do desempenho de interfaces dissimilares;

A metodologia de avaliação pela técnica de BTD se mostrou simples e eficaz do
ponto de vista de avaliação da interface, embora não retorne parâmetros de
mecânica da fratura por não apresentar um defeito pré-existente. Deste modo, essa
metodologia se mostrou interessante para avaliar o desempenho de interfaces
dissimilares íntegras, ou seja, sem a presença de um defeito pré-existente.

# 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Relacionar a energia (J) necessária à propagação da trinca com o material pelo qual ela efetivamente se propagou, ou seja, a fração inconel e de aço que resistiram à sua propagação;
- Introduzir defeitos propositais na soldagem de juntas dissimilares a fim de realizar ensaios de tração a baixa taxa de deformação ou ensaios de peso morto com juntas soldadas contendo um defeito conhecido em seu interior. A extensão, geometria e profundidade do defeito seriam parâmetros conhecidos, mapeados através da técnica de *Phased Array*, e o fato de o defeito ser introduzido durante a soldagem evita a necessidade de posicionar um entalhe na interface, atividade essa que introduz um concentrador de tensão que não necessariamente estará totalmente sobre a interface dissimilar. Desta forma, seria realizado um ensaio de BTD com um cunho de mecânica da fratura, uma vez que as tensões de ruptura, e parâmetros como redução de área seriam relacionados com a geometria, e localização do defeito. No entanto, seria uma técnica de avaliação complexa do ponto de vista de fabricação dos corpos de prova, uma vez que a soldagem com defeitos induzidos propositalmente não é uma tarefa simples;
- Realizar um estudo do caminho da trinca similar ao que foi feito para os corpos de prova pós ensaio de CTOD para os corpos de prova ensaiados com maior tempo de hidrogenação e menores taxas de carregamento, a fim de verificar se realmente ocorre uma mudança de percurso da trinca nesses casos;
- Uma vez que os resultados de nanodureza indicaram regiões de martensita com dureza mais elevada do que a dureza da região planar do inconel, e artigos da literatura comprovaram que parte do material da interface é re-austenitizado durante o tratamento térmico, poderia ser estudada a possibilidade de realizar o tratamento térmico a temperaturas mais baixas, de modo a reduzir tanto o efeito de austenitização de algumas regiões durante o revenimento quanto o efeito da difusão de carbono do F22 para o inconel;

## 8 ANEXOS



## 8.1 Fotos dos corpos de prova após ensaio BTD

Figura 136 Análise pós-ensaio de BTD em corpo de prova extraído de junta tipo II, ensaio ao ar. a) Fotografia do CP após ensaio; b) Fotografia em maior aumento da região de fratura; c) e d) Imagens obtidas por estereoscopia da superfície de fratura.





Figura 137 Análise pós-ensaio de BTD em corpo de prova extraído de junta tipo II, ensaio 1 ao meio. a) Fotografia do CP após ensaio; b) Fotografia em maior aumento da região de fratura; c) e d) Imagens obtidas por estereoscopia da superfície de fratura.





Figura 138 Análise pós-ensaio de BTD em corpo de prova extraído de junta tipo II, ensaio 2 ao meio. a) Fotografia do CP após ensaio; b) Fotografia em maior aumento da região de fratura; c) e d) Imagens obtidas por estereoscopia da superfície de fratura.



Figura 139 Análise pós-ensaio de BTD em corpo de prova extraído de junta tipo I, 10 horas de TTPS, ensaio 1 ao meio. a) Fotografia do CP após ensaio; b) Fotografia em maior aumento da região de fratura; c) e d) Imagens obtidas por estereoscopia da superfície de fratura.


Figura 140 Análise pós-ensaio de BTD em corpo de prova extraído de junta tipo I, 10 horas de TTPS, ensaio 2 ao meio. a) Fotografia do CP após ensaio; b) Fotografia em maior aumento da região de fratura; c) e d) Imagens obtidas por estereoscopia da superfície de fratura.



Figura 141 Análise pós-ensaio de BTD em corpo de prova extraído de junta tipo I, 20 horas de TTPS, ensaio 1 ao meio. a) Fotografia do CP após ensaio; b) Fotografia em maior aumento da região de fratura; c) e d) Imagens obtidas por estereoscopia da superfície de fratura.



Figura 142 Análise pós-ensaio de BTD em corpo de prova extraído de junta tipo I, 20 horas de TTPS, ensaio 2 ao meio. a) Fotografia do CP após ensaio; b) Fotografia em maior aumento da região de fratura; c) e d) Imagens obtidas por estereoscopia da superfície de fratura.

8.2 Mosaicos da seção longitudinal dos corpos de prova após ensaio BTD



Figura 143 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo II, ensaio ao ar. a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com ataque de nital e ácido crômico.



Figura 144 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo II, ensaio 1 ao meio. a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com ataque de nital e ácido crômico.



Figura 145 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo II, ensaio 2 ao meio. a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com ataque de nital e ácido crômico.



Figura 146 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo I, 10 horas de TTPS, ensaio 1 ao meio. a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com ataque de nital e ácido crômico.



Figura 147 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo I, 10 horas de TTPS, ensaio 2 ao meio. a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com ataque de nital e ácido crômico.



Figura 148 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo I, 20 horas de TTPS, ensaio 1 ao meio. a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com ataque de nital e ácido crômico.



Figura 149 Seção transversal de corpo de prova extraído de junta tipo I, 20 horas de TTPS, ensaio 2 ao meio. a) Imagem fotográfica; b) Mosaico realizado por MO. Ambos com ataque de nital e ácido crômico.

## 9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] DUPONT, J. N.; KUSKO, C. S. Technical note: Martensite formation in austenitic/ferritic dissimilar alloy welds. **Welding Journal-New York-**, v. 86, n. 2, p. 51, 2007.

[2] LUNDIN, C. D. Dissimilar Metal Welds — Transition Joints Literature Review.
Welding Journal, n. Feb, p. 58s–63s, 1982.

[3] GITTOS, M. F. **Resistance of dissimilar joints between steel and nickel alloys to hydrogen-assisted cracking**. Disponível em: <a href="http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/resistance-of-dissimilar-joints-between-steel-and-nickel-alloys-to-hydrogen-assisted-cracking-march-2008/>. Acesso em: 10 feb. 2016.

[4] BEAUGRAND, V. C. M.; SMITH, L. S.; GITTOS, M. F. Subsea dissimilar joints: failure mechanisms and opportunities for mitigation. Disponível em: <http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/subsea-dissimilarjoints-failure-mechanisms-and-opportunities-for-mitigation-march-2009/>. Acesso em: 2 feb. 2016.

[5] FENSKE, J. A. Microstructure and hydrogen induced failure mechanisms in iron nickel-weldments. 2010. 163 f. University of illinois. 2010.

[6] ALEXANDROV, B. T. et al. Fusion boundary microstructure evolution associated with embrittlement of Ni-base alloy overlays applied to carbon steel. **Weld World**, v. 57, p. 39–53, 2013.

[7] GITTOS, M.; GOOCH, T. The interface below stainless steel and nickel-alloy claddings. **Welding Research Supplement**, p. 461–472, 1992.

[8] DODGE, M. F. The Effect of Heat Treatment on the Embrittlement of Dissimilar Welded Joints. 2014. 228 f. University of Leicester. 2014.

[9] BEAUGRAND, V. C. M.; SMITH, L. S.; GITTOS, M. F. Hydrogen Embrittlement of 8630M/625 Subsea Dissimilar Joints: Factors that Influence the Performance. Disponível em: <a href="http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/hydrogen-embrittlement-of-8630m-625-subsea-dissimilar-joints-factors-that-influence-the-performance-june-2009/>">http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/hydrogen-embrittlement-of-8630m-625-subsea-dissimilar-joints-factors-that-influence-the-performance-june-2009/>">http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/hydrogen-embrittlement-of-8630m-625-subsea-dissimilar-joints-factors-that-influence-the-performance-june-2009/>">http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/hydrogen-embrittlement-of-8630m-625-subsea-dissimilar-joints-factors-that-influence-the-performance-june-2009/>">http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/hydrogen-embrittlement-of-8630m-625-subsea-dissimilar-joints-factors-that-influence-the-performance-june-2009/>">http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/hydrogen-embrittlement-of-8630m-625-subsea-dissimilar-joints-factors-that-influence-the-performance-june-2009/>">http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/hydrogen-embrittlement-of-8630m-625-subsea-dissimilar-joints-factors-that-influence-the-performance-june-2009/</a>

[10] DODGE, M. F. et al. Environment–Induced Cracking in Weld Joints in Subsea Oil and Gas Systems: Part I. Disponível em: <a href="http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/environmentinduced-cracking-in-weld-joints-in-subsea-oil-and-gas-systems-part-i/">http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/environmentinduced-cracking-in-weld-joints-in-subsea-oil-and-gas-systems-part-i/</a>. Acesso em: 5 feb. 2016.

[11] DODGE, M. F. et al. Environment – Induced Cracking in Weld Joints in Subsea Oil and Gas Systems – Part II. Disponível em: <a href="http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/environment-induced-cracking-in-weld-joints-in-subsea-oil-and-gas-systems-part-ii/">http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/environment-induced-cracking-in-weld-joints-in-subsea-oil-and-gas-systems-part-ii/</a>. Acesso em: 2 feb. 2016.

[12] LIPPOLD, J. C. Welding and weldability of nickel-base alloys. 1. ed. New Jersey: Whiley, 2009.

[13] OMAR, A. Effects of welding parameters on hard zone formation at dissimilar metal welds. **Welding Research Supplement**, n. February, p. 86–93, 1998.

[14] ROWE, M. D.; NELSON, T. W.; LIPPOLD, J. C. Hydrogen-Induced Cracking along the fusion boundary of dissimilar metal welds. **Welding Research Supplement**, p. 31–37, 1999.

[15] DODGE, M. F.; DONG, H. B.; GITTOS, M. F. Fusion Zone Microstructure Associated With Embrittlement of Subsea Dissimilar Joints. Disponível em: <a href="http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/fusion-zone-microstructure-associated-with-embrittlement-of-subsea-dissimilar-joints/">http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/fusion-zonemicrostructure-associated-with-embrittlement-of-subsea-dissimilar-joints/</a>. Acesso em: 28 jan. 2016.

[16] DODGE, M. F.; DONG, H. B.; GITTOS, M. F. Effect of post-weld heat treatment on microstructure evolution in dissimilar joints for subsea oil and gas systems. **Materials Research Innovations**, v. 18, n. S4, p. 907–913, 2014.

[17] **Iron-Nickel (Fe-Ni) Phase Diagram**. Disponível em: 199 <http://www.calphad.com/iron-nickel.html>. Acesso em: 29 feb. 2016.

[18] NELSON, T. W.; LIPPOLD, J. C.; MILLS, M. J. Nature and Evolution of the Fusion Boundary in Ferritic-Austenitic Dissimilar Metal Welds — Part 2: On-Cooling Transformations. **Welding Research Supplement**, p. 267s–277s, 2000.

[19] KOU, S. Welding Metallurgy. 2a. ed. Nova Jersey: John Wiley & Sons, 2003.

[20] SAVAGE, W. F.; NIPPES, E. F.; SZEKERES, E. S. A Study of Weld Interface Phenomena in a Low Alloy Steel. **Welding Journal**, v. 55, n. 1, p. 260–268, 1976.

[21] YANG, Y. K.; KOU, S. Weld-Bottom Macrosegregation Caused by Dissimilar Filler Metals. **Welding Research**, v. 86, p. 379–387, 2007.

[22] KOU, S.; YANG, Y. K. Fusion-boundary macrosegregation in dissimilar-filler welds. Welding Journal-New York-, v. 86, n. 10, p. 303, 2007.

[23] TAMMASOPHON, N.; HOMHRAJAI, W. Effect of Postweld Heat Treatment on Microstructures and Hardness of TIG Weldment between P22 and P91 Steels with Inconel 625 Filler Metal. v. 21, n. 1, p. 93–99, 2011.

[24] BOURGEOIS, D. et al. Metallurgical Factors Influencing the Susceptibility of Hydrogen Assisted Cracking in Dissimilar Metal Welds for Application Under Cathodic Protection. **Cracking Phenomena in Welds**, v. IV, p. 441–455, 2016.

[25] GOULD, E. K. Development of Constitution Diagram for Dissimilar Metal Welds in Nickel Alloys and Carbon and Low-Alloy Steels. 2010. 114 f. Ohio State University. 2010.

[26] HOSFORD, W. F. Mechanical Behavior of Materials. Cambridge: Cambridge University Press, 2005.

[27] ANDERSON, T. L. Fracture Mechanics. Fundamentals and Applicatopns. 3a.ed. Florida: CRC Press, 2005.

[28] BASTIAN, F. L.; CAMINHA, H. MARQUES; MORAES, M. Mecânica da

FraturaRio de janeiro, [s.d.].

[29] FORTES, C. Mecânica da fraturaESAB, , 2003. Disponível em: <a href="http://www.esab.com.br/br/por/Instrucao/apostilas/upload/Apostila-Mecanica-Fratura.pdf">http://www.esab.com.br/br/por/Instrucao/apostilas/upload/Apostila-Mecanica-Fratura.pdf</a>>

[30] MEYERS, M.; CHAWLA, K. Mechanical Behavior of Materials. 2. ed.Cambridge: Cambridge University Press, 2009. v. 1

[31] BROEK, D. Elementary Engineering Fracture Mechanics. Netherlands: Martinus Nijhoff Publishers, 1982.

[32] PEREZ, N. Fracture Mechanics. Boston: Kluwer Academic Publishers, 2004.

[33] HERTZBERG, R. W. **Deformation and Fracture of materials**. 4a. ed. United States: John Wiley & Sons, 1996.

[34] REVIE, R.; UHLIG, H. Corrosion and Corrosion Control: an Introduction to Corrosion Science and Engineering. 4a. ed. Nova Jersey: John Wiley & Sons, 2008.

[35] TALBOT, D.; TALBOT, J. Corrosion Science and Technology. EUA: CRC Press, 1998. v. 53

[36] ROBERGE, P. R. Corrosion engineering: principles and practice. EUA: McGraw Hill, 2008.

[37] GENTIL, V. Corrosão. 3a. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1996.

[38] LANDOLT, D. Corrosion and surface chemistry of metals. [s.l: s.n.].

[39] A. SCHWEITZER, P. Corrosion of linings and Coatings: Cathodic and Inhibitor Protection and Corrosion Monitoring. 2a. ed. Florida: CRC Press, 2007.

[40] JOHNSON, W. H. On some remarkable changes produced in iron and steel by the action of hydrogen and acids. **Proceedings of the Royal Society of London**, v. 23, p. 168–179, 1874.

[41] BARNOUSH, I. A. Hydrogen EmbrittlementActa Materialia, vol. 58, 2011.

[42] MILITITSKY, M. et al. Assessment of dissimilar metal interfaces for sub-sea application under cathodic protection. **Materials Science and Technology**, p. 2–9, 2010.

[43] HALDORSEN, L. M. et al. RECENT EXPERIENCES WITH CRACKING OF LOAD BEARING DISSIMILAR METAL WELDS ON SUBSEA PRODUCTION SYSTEMS. **OMAE**, v. 36, p. 13, 2017.

[44] ALEXANDROV, B. et al. A New Test for Evaluation of Susceptibility to Hydrogen Assisted Cracking in Dissimilar Metal Welds. **NACE International**, p. 11, 2012.

[45] BRITISH STANDARDS INSTITUTION. **BS 7448-1. Fracture Mechanics Toughness Tests. Method for Determination of KIC, Critical CTOD and Critical J Values of Metallic Materials**, 1991.

[46] ASTM. ASTM 1820-08. Standard Test Method for Measurement of Toughness Fracture, 2008.

[47] YANG, J. et al. An experimental investigation of in-plane constraint effect on local fracture resistance of a dissimilar metal welded joint. **Materials and Design**, v. 44, p. 179–189, 2013.