



CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE
AFETADA DO PASSE DE ACABAMENTO DA JUNTA DE AÇO 9%Ni SOLDADA
PELO PROCESSO GMAW POR SIMULAÇÃO FÍSICA E COMPUTACIONAL

Mara Cardoso Gonçalves Rios

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: João da Cruz Payão Filho

Rio de Janeiro

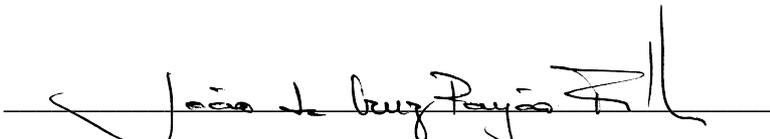
Abril de 2019

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE
AFETADA DO PASSE DE ACABAMENTO DA JUNTA DE AÇO 9%Ni SOLDADA
PELO PROCESSO GMAW POR SIMULAÇÃO FÍSICA E COMPUTACIONAL

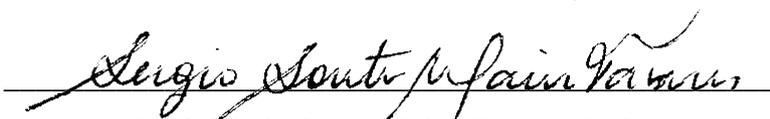
Mara Cardoso Gonçalves Rios

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. João da Cruz Payão Filho, D.-Ing.


Prof. Rafaella de Almeida Ribeiro, D.Sc.


Prof. Sérgio Souto Maior Tavares, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL

ABRIL DE 2019

Rios, Mara Cardoso Gonçalves.

Caracterização Microestrutural da Zona Termicamente Afetada do Passe de Acabamento da Junta de Aço 9%Ni Soldada pelo Processo GMAW por Simulação Física e Computacional/ Mara Cardoso Gonçalves Rios. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2019.

XV, 124 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2019.

Referências Bibliográficas: p. 119-124.

1. Aço 9%Ni. 2. Caracterização microestrutural. 3. ZTA. I. Payão Filho, João da Cruz. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

AGRADECIMENTOS

À Deus, pelo amor e cuidado de sempre.

Aos meus pais, Antônio e Alcina, pela confiança, apoio e amor incondicionais.

Ao meu orientador, Prof. João da Cruz Payão pelo acolhimento, orientação, suporte e confiança.

À equipe do LNTSold e aos amigos da sala da pós, em especial ao Augusto, Victor Hugo, Rodrigo Moura, Werley, Rodrigo Stohler, Davi, Luiz Maurício, Erick e Paulo. Obrigada pela parceria e por todo apoio.

Ao Cássio Barbosa do INT pelo auxílio na caracterização das amostras por microscopia eletrônica de varredura.

À toda equipe do Lnnano, em especial ao Victor Pereira e Leonardo WU por toda a ajuda com os ensaios de DRX.

À Carla Woyames, ao professor Jean Dille e à Cilene pela disponibilidade e assistência na execução dos ensaios de MET.

Aos técnicos e funcionários do departamento de metalurgia, em especial à Sônia, Adriana, Manoel, Nelson, Oswaldo e Laércio pela pronta ajuda de sempre.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Engenharia metalúrgica e de Materiais (PEMM) pelos ensinamentos e contribuição acadêmica.

À banca pela disponibilidade e ajuda na execução do trabalho, em especial ao professor Sérgio pela ajuda nos ensaios de saturação magnética.

Ao CNPq, Shell e Embrapii, obrigada pelo suporte financeiro e por tornarem este projeto real.

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

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE AFETADA DO PASSE DE ACABAMENTO DA JUNTA DE AÇO 9%Ni SOLDADA PELO PROCESSO GMAW POR SIMULAÇÃO FÍSICA E COMPUTACIONAL

Mara Cardoso Gonçalves Rios

Abril/2019

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O aço 9%Ni foi desenvolvido na década de 40 objetivando atender as demandas de alta tenacidade em temperaturas criogênicas. Recentemente este aço vem sendo utilizado em plataformas de petróleo para reinjeção de CO₂ onde contaminantes como H₂S podem ser encontrados. O efeito deste meio na resistência a corrosão e nas propriedades mecânicas no aço 9%Ni temperado e revenido ainda não é bem conhecido, principalmente quando se envolve o processo de soldagem, onde a microestrutura na região adjacente à solda pode ser completamente alterada. Neste trabalho foi utilizado um tubo de aço 9%Ni soldado e a zona termicamente afetada do passe de acabamento do aço 9%Ni Q&T foi investigada. Oito ciclos térmicos de soldagem a diferentes temperaturas de pico foram simulados computacionalmente e reproduzidos termofisicamente. A microestrutura dos espécimes reproduzidas foi analisada por meio de microscopia óptica, eletrônica de varredura e de transmissão, difração de raios -X, dilatométrica e saturação magnética. Análises de imagens foram realizadas para avaliar a distribuição, fração volumétrica e tamanho médio da austenita, com comparação direta com os resultados de difração de raios-x. Observa-se que o percentual de austenita presente na zona termicamente afetada é função da temperatura de pico. Além disso martensita, bainita coalescida e austenita se mostram como os principais constituintes da zona termicamente afetada.

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

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF THE HEAT AFFECTED ZONE OF THE CAP PASS 9%Ni STEELS WELDED BY GMAW PROCESS BY THE PHYSICAL AND COMPUTACIONAL SIMULATION

Mara Cardoso Gonçalves Rios

April/2019

Advisor: João da Cruz Payão Filho

Department: Metallurgical and Materials Engineering

The 9% Ni steel was developed in the 40's to meet the demands of high strength and great fracture toughness at cryogenic temperatures. Recently, this steel has been used in oil platforms for CO₂ re-injection where contaminants such as H₂S can be found. The effect of this environment on corrosion resistance and mechanical properties on quenched and tempered 9% Ni steel is still not well known, especially when the welding process is involved, where the microstructure in the region close to the weld can be completely changed. In this work a 9% Ni welded steel tube was used and the heat affected zone of the cap pass of the 9% Ni *Q & T* steel was investigated. Different welding thermal cycles were simulated computationally and physically reproduced. Eight peak temperatures were chosen in order to characterize the main regions of the thermally affected zone. The microstructure of the reproduced specimens was analyzed by optical, scanning and transmission electron microscopy, X-ray diffraction, dilatometry and magnetic saturation. Image analysis was performed to evaluate the distribution, volumetric fraction and mean size of the austenite, with direct correlation with the results of x-ray diffraction. It was observed that the percentage of austenite present in the heat affected zone is a function of the peak temperature. In addition, martensite, coalesced bainite and cementite were shown as the main constituents of the heat affected zone.

ÍNDICE

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1. Aço 9%Ni	5
2.2. Microestruturas e tratamentos térmicos do aço 9%Ni	9
2.3. Microestruturas da ZTA.....	31
2.4. Simulação de soldagem	46
2.4.1. Simulação computacional	47
2.4.2. Simulação termomecânica.....	48
2.5. Difração de raios-x (DRX).....	50
2.6. MET	52
2.7. Dilatometria	53
2.8. Magnetometria de amostra vibrante	54
3. MATERIAIS E MÉTODOS	56
3.1 Materiais	56
3.2. Simulação computacional	58
3.3. Simulação termomecânica	62
3.4. Dilatometria	64
3.5. Análise microestrutural por Microscopia Óptica (MO).....	65
3.6. Análise Microestrutural por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	66
3.7. Análise Microestrutural por Difração de Raios-X (DRX).....	66
3.8. Saturação magnética	67
3.9. Análise microestrutural por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)	68
3.10. Ensaio de Dureza	69
4. RESULTADOS	70
4.1. Simulação computacional	70
4.2. Dilatometria	72
4.3. Caracterização microestrutural via MO e MEV	75
4.4. Difração de raios-X e Saturação magnética.....	85
4.5. Análise de imagens	88
4.6. Microscopia eletrônica de transmissão	94
4.6.1. Microscopia eletrônica de transmissão da amostra de Tp de 600°C	94
4.6.2. Microscopia eletrônica de transmissão da amostra de Tp de 700°C	95

4.6.3. Microscopia eletrônica de transmissão da amostra de Tp de 1.370°C	101
4.7. Dureza	103
4.8. Análise microestrutural do passe de acabamento da junta real.....	103
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	108
5.1. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 500°C	108
5.2. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 600°C	108
5.3. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 650°C	109
5.4. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 700°C	110
5.5. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 750°C	112
5.6. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 850°C	113
5.7. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 1100°C e 1370°C.....	114
5.8. Influência da taxa de aquecimento nas temperaturas Ac1 e Ac3.....	115
6. CONCLUSÕES.....	117
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	118
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	119

Lista de Figuras

Figura 1- Diagrama FeNi adaptado de [19].....	6
Figura 2- Diagrama CCT (a) aço 0,1C-9,11Ni (b) aço 0,08C-8,51Ni [23].	7
Figura 3-Diagrama de resfriamento contínuo do 9%Ni (0,09C-0,22Si-0,68Mn-0,008P-0,009S-0,031Al). Adaptado de [5].	8
Figura 4- Microestrutura típica do aço 9%Ni temperado e revenido em MO e MEV [9, 25].	10
Figura 5-Mapa de EBSD de estrutura martensítica em ripas do aço 9Ni como temperado. Três grãos de austenita prévia estão identificados [27].....	11
Figura 6- Representação esquemática da estrutura de blocos e pacotes no interior do grão da austenita prévia [27].	12
Figura 7-Grãos grandes de austenita prévia de amostras de aço 9%Ni, identificando os quatro pacotes distintos de matensita [27].....	12
Figura 8-Grãos pequenos de austenita prévia de amostras de aço 9%Ni, identificando os quatro pacotes distintos de matensita [27].....	13
Figura 9-Ilustração esquemática que descreve as características cristalográficas das subestruturas da bainita superior e das ripas de martensita em ligas de Fe-9Ni-C [28].	14
Figura 10- Ilustração esquemática que descreve a formação de um pacote de bainita superior: (a) para uma força motriz pequena e (b) para uma força motriz grande [28].	15
Figura 11-Micrografia ótica das estruturas bainíticas formadas à 350°C (a) 0,15% de C e (b) 0,5%C em peso e para estruturas de ripas de martensita obtidas por têmpera em água (c) 0,15% C em peso (d) 0,5% C em peso [28].	16
Figura 12- Morfologia da bainita coalescida em uma região de grãos grosseiros (Adaptado de 30).	17
Figura 13- Representação esquemática da formação da bainita coalescida. Adaptado de [30].	18
Figura 14- Porcentagem de austenita a -196 °C vs tempo de revenimento para aços 9%Ni temperados a partir de 843°C, revenidos nas temperaturas indicadas seguido de têmpera a -196°C [2].	19
Figura 15-Micrografia ótica de aço 9%Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 540 °C. Note a precipitação generalizada de carboneto [2].	20

Figura 16-Micrografia eletrônica de transmissão de aço 9% Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 540°C. (A) filmes de carbeto nos contornos das ripas, (B) carbeto precipitado no interior das ripas [2].	21
Figura 17-Micrografia óptica de aço 9% Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 590°C. Glóbulos de austenita reversa e precipitação de carbonetos são observados primeiramente nos contornos de pacotes de martensita prévia [2].	22
Figura 18-Micrografia eletrônica de transmissão de aço 9%Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 590°C. Note a presença de alguns grãos livres de discordâncias e carbeto [2]......	23
Figura 19- Microestrutura do aço 8,5%Ni normalizado a 900°C e 730°C. Aumento de 1000X. Ataque Picral [24]......	24
Figura 20-Microestrutura do aço 8,5%Ni normalizado a 900°C e 730°C e revenido a 480°C. Aumento de 1000X. Ataque picral [24]......	25
Figura 21-Microestrutura do aço 8,5%Ni normalizado a 900°C e 730°C e revenido a 565°C. Aumento de 1000X. Ataque Picral [24]......	25
Figura 22- Microestrutura do aço 8,5%Ni normalizado a 900°C e 730°C e revenido a 595°C. Aumento de 1000X. Picral [24].	26
Figura 23-Microestrutura do aço 8,5%Ni normalizado a 900°C e 730°C e revenido a 620°C. Aumento de 1000X. Ataque Picral [24].	26
Figura 24-Microscopia eletrônica de transmissão de aço 9%Ni temperado (temperatura de austenitização de 870°C) e revenido a 570°C. (a) ripas de martensita prévia e presença de alta densidade de discordância, (b) presença de austenita reversa entre ripas de martensita prévia e (c) presença de austenita reversa entre ripas de martensita prévia (micrografia de campo escuro) [9].	28
Figura 25-Micrografias de MEV de amostras revenidas a 600°C e temperadas a partir diversas temperaturas de austenitização (a) 750°C; (b) 800°C; (c) 850°C; (d) 900°C; (e) 1000°C [35]......	30
Figura 26-Micrografias de MEV de amostras revenidas a: (a) 540°C; (b) 570°C; (c) 600°C; (d) 630°C; (e) 650°C; (f) 670°C [35]......	31
Figura 27-Regiões da zona afeta pelo calor. Adaptado de [12]......	32
Figura 28-Diagrama esquemático dos constituintes da ZTA de uma solda multipasse. Adaptado de [36].	34
Figura 29 - Diagrama de resfriamento contínuo simulado da ZTA do 9%Ni [37].	35

Figura 30 - Microestrutura das amostras submetidas às temperaturas de pico de 500°C (a), 1000°C(b) e 1300°C(c) [13].....	36
Figura 31 - Microestrutura do aço 9%Ni submetido a temperatura de pico de 600°C (RIC) [14].....	37
Figura 32 - Microestrutura do aço 9%Ni submetido a temperatura de pico de 900°C (RGF) [14]......	37
Figura 33 - Microestrutura do aço 9%Ni submetido a temperatura de pico de 1200°C (RGG) (a) micrografia via MO e (b) micrografias via MEV [14].....	38
Figura 34- Difratoograma das condições RGGI e RGGGF [14]......	39
Figura 35 - Picos de difração da austenita(γ) e ferrita(α) para as amostras (a)RGGI e (b)RGGGF nas diferentes condições de ciclos térmicos [14].	40
Figura 36- Difratoograma da condição de RGGIC [14]......	41
Figura 37 - Picos de difração da austenita(γ) e ferrita(α) para as amostras RGGIC nas diferentes condições de ciclos térmicos [14]......	41
Figura 38 - Ciclos térmicos simulados na Gleeble [15].	43
Figura 39 - Comparação entre as temperaturas de pico 1450°C (A) e 1250°C (B) [15].	44
Figura 40 - Microestrutura analisada no MEV nas Tps de 1400°C (A) e 1250°C(B). Nital 2% [15]......	44
Figura 41 - Análise metalográfica via MO nas Tps de 1000°C(A), 750°C(B) e 400°C(C). Nital 2%. Aumento de 1.000X [15]......	45
Figura 42 - MEV das Tps de 1000°C(a), 750°C(b) e 400°C(c). Nital 2% [15].	46
Figura 43 - Ilustração esquemática dos principais componentes da Gleeble [41]......	49
Figura 44 - Gradiente térmica ao longo do comprimento da amostra e suas respectivas áreas úteis para dois Free Span diferentes.Adaptado de [44]......	50
Figura 45- Os raios-X incidentes e os raios X refletidos fazem um ângulo θ , simétrico ao normal do plano de cristal (a). O pico de difração é observado no ângulo θ de Bragg (b) [47]......	51
Figura 46 - Desenho esquemático de um magnetômetro de amostra vibrante. Adaptado de [52]......	54
Figura 47 – (a) Chanfro da junta e (b) distribuição dos passes de solda com raiz soldada pelo processo GTAW e enchimento e acabamento por GMAW no tubo circunferencial de aço 9%Ni temperado e revenido.....	57
Figura 48 - Fluxograma da metodologia utilizada na simulação computacional.	59
Figura 49 - Modelo duplo-elipsoide para fonte de calor. Adaptado de [39].	59

Figura 50 - Variação da temperatura de pico com a distância da linha de fusão [36]....	60
Figura 51 - Representação esquemática das temperaturas de pico à diferentes distâncias da linha de fusão.....	61
Figura 52 - Representação esquemática do corpo de prova sendo simulado na Gleeble.....	62
Figura 53 - Croqui das posições de retirada dos corpos de prova para dilatométrica.....	65
Figura 54 - Figura esquemática das regiões da ZTA obtidas na simulação computacional.....	71
Figura 55 - Ciclos térmicos obtidos por simulação computacional referente às temperaturas de pico de 1400°C, 1100°C, 850°C, 750°C, 700°C, 650°C, 600°C e 500°C.....	72
Figura 56 – Curvas de dilatométrica do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à Tp de (a)500°C, (b) 600°C, (c) 650°C e (d) 700°C. (e)750°C, (f) 850°C, (g) 1100°C e (h) 1370°C.....	74
Figura 57 - Microestrutura do aço 9%Ni temperado e revenido (a) MO e (b) MEV. Ataque nital 2%_1000X.....	76
Figura 58 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 500°C(a) MO e (b) MEV, 600°C(c)MO (d) MEV e 650°C (e) MO e (f) MEV.....	78
Figura 59 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de temperatura de pico de 700°C(a) MO e (b) MEV.....	80
Figura 60 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 750°C(a) MO e (b) MEV.....	81
Figura 61 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 850°C(a) MO e (b) MEV.....	82
Figura 62 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 1100°C(a) MO e (b) MEV.....	83
Figura 63 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 1370°C (a)MO e (b) MEV.....	84
Figura 64 - Difratoograma das amostras de simulação da ZTA e do metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido obtidos por DRX.....	85
Figura 65 - Difratoograma obtido por DRX com o ajuste da curva do metal de base por Rietveld.....	86

Figura 66 - Difratoogramas obtidos por DRX com o ajuste das curvas por Rietveld das amostras de Tps a) 500°C, (b) 600°C, (c) 650°C, (d) 700°C, (e) 750°C, (f) 850°C, (g) 1.100°C, (h) 1.370°C.....	87
Figura 67 - Relação entre a fração de austenita com a temperatura de pico.	88
Figura 68 – Micrografias de microscopia eletrônica de varredura do aço 9%Ni temperado e revenido submetido a temperatura de pico de 500°C de ciclos térmicos de soldagem da ZTA (a) MEV polimento mecânico e ataque Nital2% (b) MEV polimento mecânico e ataque de picral 4% (c) MEV polimento eletrolítico e ataque picral 4%....	90
Figura 69 - Medição da austenita na amostra de simulação de ZTA à tp de 500°C no aço 9%Ni (a) Imagem obtida no MEV 20000x and (b) Quantificação da austenita (fase branca colorida em vermelho) em (a) por meio da diferença de níveis de cinza por análise de imagens.	91
Figura 70 - Scanning electron macrographs of the quenched and tempered 9%Ni steel submitted to different welding thermal cycles of the heat affected zone: peak temperatures of (a) 500°C, (b) 700°C, (c) 850°C e (d) 1370°C Electrolytic polishing and picral 4% etching.	92
Figura 71 – Histograma das áreas das partículas de austenita no metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido e das amostras de simulação da ZTA.	93
Figura 72 - Imagens de MET do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 600°C.(a) Bright Field (b) Padrão de difração da ferrita (c) Padrão de difração da cementita.	95
Figura 73 - Imagens de MET do aço 9%Ni temperado e revenido submetido á temperatura de pico de 700°C. (a) austenita presente na matriz ferrítica e (b) detalhe para a austenita e (c) pd da austenita e (d) pd da ferrita.	96
Figura 74 - Imagem de MET do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 700°C.....	97
Figura 75 - Mapa de EDS de precipitados no interior do grão no modo STEM da amostra de Tp de 700°C considerando os elementos Ni e Mn.	98
Figura 76 - Mapa de EDS de precipitados no contorno do grão no modo STEM da amostra de Tp de 700°C considerando os elementos Ni e Mn.	99
Figura 77 - Micrografia de MET da amostra de aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de soldagem à temperatura de pico de 700°C. (a) Morfologia das ripas de martensita (b) Padrão de difração correspondente.....	100

Figura 78 - Micrografia de MET da amostra de aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de soldagem à temperatura de pico de 1370°C. Morfologia das ripas de martensita.....	101
Figura 79 - Micrografia de MET da amostra de aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de soldagem à temperatura de pico de 1370°C. (a) Morfologia das ripas de martensita (b) Padrão de difração correspondente.....	102
Figura 80 – Dureza HV10 das amostras de simulação da ZTA e do metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido.	103
Figura 81 - Microestrutura da ZTA da solda real nas respectivas distâncias dimensionadas na simulação computacional dos ciclos térmicos submetidos às temperaturas de pico de 500°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 850°C, 1100°C e 1370°C apontadas na Tabela 7.....	104
Figura 82 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. Lado esquerdo: solda real nas respectivas posições das temperaturas de pico da simulação computacional. Lado direito: amostras da ZTA simulada, onde (b) 500°C, (d) 600°C, (f) 650°C, (h) 700°C, (j) 750°C, (l) 850°C, (n) 1100°C, (p) 1370°C.....	107
Figura 83 – Relação entre a taxa de aquecimento e as temperaturas de transformação A_{c1} e A_{c3}	116

Lista de Tabelas

Tabela 1- Especificações do aço 9%Ni ASTM A 333 Gr.8. [1,3].	5
Tabela 2-Valores das temperaturas AC1 e AC3 do aço 9%Ni para diversos autores. Adaptado de [14].	8
Tabela 3-Tratamentos térmicos no aço 8,5%Ni e % de austenita encontrada em cada um deles [24].	24
Tabela 4 - Propriedades mecânicas e fração de austenita do aço 9%Ni para diferentes processos de tratamentos térmicos [9].....	27
Tabela 5 - Composição do aço 9%Ni como recebido.	57
Tabela 6 – Parâmetros de soldagem utilizados na junta soldada por GTAW na raiz e GMAW nos passes de enchimento e acabamento.	57
Tabela 7 - Distâncias dos ciclos térmicos de soldagem da linha de fusão da solda.	71
Tabela 8 – Ciclos térmicos de soldagem (taxa de aquecimento, temperatura de pico, Tp, tempo na temperature de pico, tp, e taxa de resfriamento) extraídas da simulação computacional.....	72
Tabela 9 - Temperaturas Ac ₁ , Ac ₃ , M _i , M _f e B _i determinadas por ensaios de dilatométrica no aço 9%Ni temperado e revenido adotando as condições de ciclos térmicos apresentados na Tabela 8.....	75
Tabela 10 - Tamanho de grão das amostras de ZTA de aço 9%Ni simuladas fisicamente.	85
Tabela 11 - Fração de austenita medida por DRX nas amostras de ZTA simuladas e no metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido.....	87
Tabela 12 - Quantificação da austenita por DRX e análise de imagens das amostras de ZTA simuladas termicamente e do metal de base do aço 9%Ni Q&T.....	90
Tabela 13 - Análise de partículas nas amostras de simulação da ZTA e no metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido.....	93

1. INTRODUÇÃO

O aço 9%Ni vem sendo utilizado para fabricação de tubos de óleo e gás. Atualmente ele está sendo aplicado em plataformas de extração de petróleo nas linhas de injeção de CO₂ e para resistir pressões de 550 bar por apresentar alta resistência mecânica e alta tenacidade em baixas temperaturas. A microestrutura almejada para este aço é obtida ou pelo tratamento térmico de dupla normalização ou pela têmpera e revenido, resultando em uma matriz ferrítica com presença de carbeto e 5-15% de austenita reversa [1,2,3,4,5].

Apesar do aço 9%Ni manter boas propriedades em temperaturas criogênicas, ainda não se conhece bem o seu comportamento em meios corrosivos e já que o sistema em que ele passou a ser utilizado conta com a presença de H₂S, H₂O e CO₂ é importante conhecer os seus mecanismos de fragilização pelo hidrogênio para evitar falhas. Estudos apontam que a microestrutura apresenta maior importância na resistência à corrosão sob tensão do que a própria quantidade de níquel [6]. A microestrutura do aço 9%Ni é sensível à composição química e o seu comportamento em relação a diversos tratamentos térmicos vêm sendo estudado por vários autores. É reportado na literatura que a presença de austenita reversa na sua microestrutura final é um dos principais fatores para a sua alta tenacidade à fratura em temperaturas criogênicas [2]. A austenita reversa contribui para a absorção de carbono da matriz e diminuição da precipitação de cementita e funciona como um agente aliviador de tensão durante o ensaio de impacto, por exemplo. Quando a ponta da trinca encontra a austenita, durante o teste, esta se transforma em martensita por deformação induzida devido ao alto nível de tensão em que está submetida e muita energia é absorvida. Sendo assim a tensão é aliviada, ocorre um embotamento e a trinca para de crescer. Estudos revelaram também que para garantir a presença de austenita reversa estável (não sendo susceptível à transformação martensítica durante o resfriamento) é necessário que a etapa do tratamento térmico de revenido intercrítico seja realizado à 600°C [7,8,9,10].

Os mecanismos de fragilização por hidrogênio no aço 9%Ni vêm sendo estudados e observou-se que os sítios mais prováveis de nucleação de hidrogênio seriam os contornos das ripas de martensita. Kim e colaboradores constataram que para o aço 5,5%Ni na condição QLT, a presença de austenita instável poderia potencializar a fragilização por hidrogênio na microestrutura. A transformação induzida por

deformação da austenita geraria uma martensita rica em hidrogênio, funcionando como um local preferencial para nucleação de trincas [11].

É conhecido que no processo de soldagem, a formação do cordão de solda, implica na imposição de diversos ciclos térmicos no metal de base e a região que sofre estas variações de temperaturas é conhecida por zona termicamente afetada (ZTA). Este gradiente de temperatura resulta em transformações microestruturais e mudanças nas propriedades mecânicas nesta área [12]. Desta forma é importante conhecer o efeito dos ciclos térmicos de soldagem na microestrutura inicial do aço 9%Ni uma vez que podem impactar diretamente na sua resistência à fragilização por hidrogênio e tenacidade à fratura [13].

A microestrutura formada na ZTA do aço 9%Ni vem sendo investigada por diversos autores. Técnicas avançadas de caracterização, como microscopia eletrônica de varredura (MEV) com EBSD acoplado e microscopia eletrônica de transmissão (MET) na maioria das vezes são requisitadas dada a granulometria refinada da matriz ferrítica (9 ASTM), dimensões diminutas da austenita reversa/retida e dos carbetos e a dificuldade de diferenciá-los. A microestrutura da ZTA do aço 9%Ni traz ainda maiores dificuldades de caracterização, pois, além de possuir uma extensão pequena, entre 2 mm e 3 mm, apresenta um gradiente muito grande de microestrutura resultante dos diferentes ciclos térmicos sentidos em cada ponto, e cujos efeitos na microestrutura ainda não são totalmente conhecidos [12,13].

Nippes, Rodrigues e Pereira [13-15] estudaram a microestrutura da ZTA, porém as fases e constituintes formados em cada condição de temperatura de pico escolhida para simular a ZTA não foram totalmente esclarecidas.

O objetivo deste trabalho é compreender a microestrutura da ZTA do aço 9%Ni para que seja possível no futuro, entender o comportamento quando submetidos a esforços mecânicos e meios corrosivos [2,5,11].

Este estudo apresenta um primeiro, mas detalhado passo na investigação de mudanças microestruturais na ZTA por meio de simulação computacional e mecânica de oito regiões diferentes da ZTA originada pelo passe de acabamento pelo processo GMAW utilizando liga de níquel 625 como cordão de solda. Nesta condição o metal de base foi submetido a apenas um ciclo térmico de soldagem, o qual permite avaliar as transformações microestruturais sem entrar em detalhe nos efeitos de reaquecimento (no caso da ZTA dos passes de enchimento). Foi assumido também que a microestrutura do metal de base temperado e revenido (inalterado por nenhum ciclo térmico) é o estado

inicial antes de sofrer a influência do ciclo térmico de soldagem pelo passe de acabamento. Foi utilizado para este trabalho um software comercial baseado em elementos finitos (Sysweld®) para simulação computacional do processo de soldagem e extração dos ciclos térmicos em diferentes pontos/ regiões da ZTA. Para isso as propriedades térmicas do material foram modeladas com JMatPro. A simulação termomecânica foi usada para aplicar os ciclos térmicos obtidos computacionalmente em uma amostra física real. Para avaliar as mudanças microestruturais na ZTA do passe de acabamento, 8 temperaturas de pico foram escolhidas, dentre elas algumas contemplam posições acima de A_{c3} , outras estão entre A_{c1} e A_{c3} e as demais abaixo de A_{c1} .

Para realizar a simulação computacional, os cordões de solda e a extensão da ZTA foram reproduzidos a partir de uma micrografia de uma solda real. Os parâmetros do processo da soldagem real como aporte de calor, voltagem, velocidade de soldagem, dentre outros também foram utilizados como dados de entrada para a simulação. Além do mais, os passes de raiz e enchimento foram considerados pré-existentes, somente o passe de acabamento foi simulado e por fim os ciclos térmicos foram extraídos de sua ZTA. Foi escolhido o método por elementos finitos para o cálculo dos ciclos térmicos devido a sua melhor precisão quando comparada com outros tipos de modelos como Rosenthal e Rikalin, os quais a fonte de calor considerada é muito simplificada e as variações das propriedades físicas com a temperatura não são levadas em consideração [16,17].

As amostras submetidas à simulação termomecânica na Gleeble® machine apresentam tanto microestrutura quanto propriedades mecânicas homogêneas ao longo da região em uma região específica da amostra, no caso deste trabalho foi obtido um comprimento máximo de 3 mm em uma área de 10 x 10 mm (bem maior do que a mesma região em uma solda real), o que torna a análise microestrutural mais fácil e confiável [18].

Com a ajuda de um dispositivo de dilatometria acoplado à máquina Gleeble, as temperaturas críticas de transformação, A_{c1} , A_{c3} , M_i , M_f e B_i também foram determinadas para cada uma das oito temperaturas de pico escolhidas. A microestrutura das amostras de ZTA simuladas termomecanicamente foi investigada por microscopia óptica, eletrônica de varredura e difração de raios-x e medidas de dureza. Um ponto de foco especial foi dado à análise quantitativa da austenita nas diferentes temperaturas de pico. Foi visto que o ciclo térmico de soldagem altera

drasticamente a fração de austenita e a martensita é a microestrutura predominante na ZTA do passe de acabamento do aço 9%Ni soldado.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Aço 9%Ni

O aço com teor de 9% de níquel foi desenvolvido pela primeira vez pela *International Nickel Company, EUA*, em 1942. Este aço possui excelente tenacidade à fratura à -196°C , alta resistência mecânica e sua junta soldada não necessita de tratamento térmico de alívio de tensão para espessuras de até 50 mm [3]. Por este motivo estes aços são muito utilizados para construção de vasos de pressão e tubos para transporte de gás natural liquefeito. Atualmente ele vem sendo largamente utilizado em plataformas de petróleo para re-injeção de CO_2 .

As especificações de composição química e propriedades mecânicas dos materiais segundo a norma ASTM A333 estão descritas na Tabela 1 [1, 3].

Tabela 1- Especificações do aço 9%Ni ASTM A 333 Gr.8. [1,3].

Especificações		ASTM
		A 333 grau 8
Composição Química	C	0,13 max.
	Mn	0,90 max.
	Si	0,13 – 0,32
	Ni	8,4 – 9,6
	S	0,025 max.
	P	0,025 max.
Propriedades Mecânicas	Limite de escoamento (MPa)	515
	Limite de resistência (MPa)	690
	Alongamento % (50mm)	22

Os aços 9%Ni são muito sensíveis à composição química, pequenas alterações nas quantidades dos elementos presentes podem afetar significativamente a qualidade do aço. Enxofre e fósforo devem estar presentes em mínimas quantidades, alumínio e titânio podem ser adicionados para refinar o grão e Mo e Mn, para aumentar a sua resistência e tenacidade em baixas temperaturas [5].

O diagrama de transformação em equilíbrio Fe-Ni, pode ser usado para estimar e prever com certa segurança as temperaturas de transformações de fases do aço 9%Ni de baixo carbono. A Figura 1 mostra o diagrama de equilíbrio proposto por

Swartzendruber [19]. Por ser o níquel um elemento estabilizador da austenita, ao ser adicionado na liga ele abaixa a temperatura de transformação de austenita em ferrita e suprime a transformação para o constituinte perlita em altas temperaturas [5, 20].

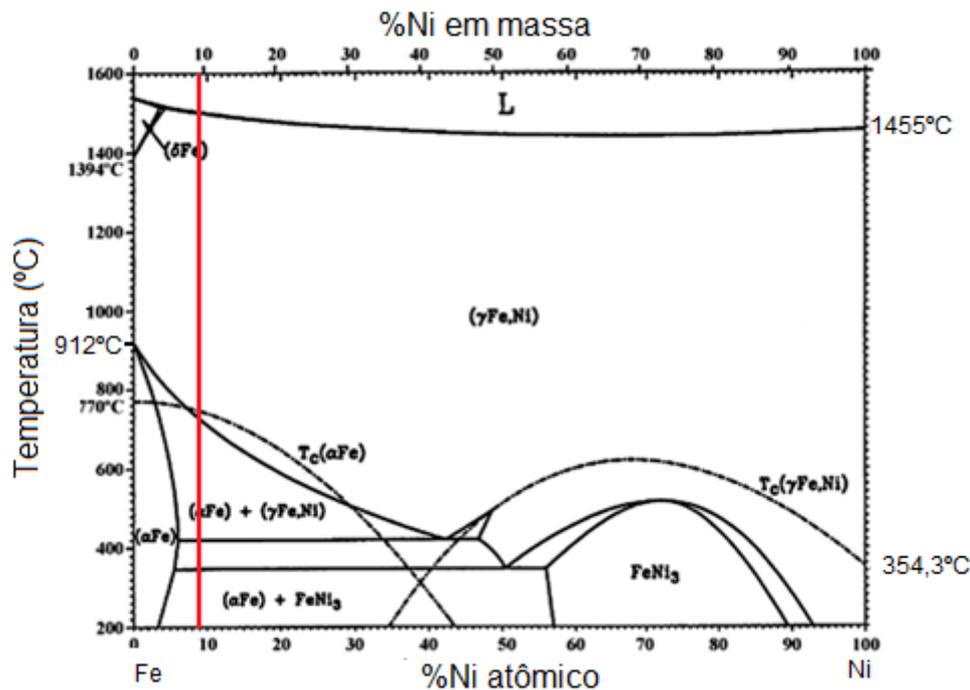


Figura 1- Diagrama FeNi adaptado de [19].

Além de atuar no sentido de retardar a transformação de ferrita e perlita em altas temperaturas o níquel age na redução da temperatura final de formação da martensita. A estrutura resfriada a partir da temperatura de austenitização e tratada termicamente apresenta uma quantidade substancial de austenita reversa, que permanece estável mesmo em temperaturas criogênicas. A presença da austenita estável melhora indiretamente a resistência ao impacto, pois evita a formação de carbeto de fragilização, uma vez que a sua formação e crescimento envolve a incorporação de carbono. Sendo assim, a estrutura de grão fino de níquel-ferrita em aço 9%Ni, tende a ser desprovida de redes de carboneto de fragilização e resulta em excelente resistência ao impacto em baixas temperaturas [2,13,21,22].

Os dois diagramas de resfriamento contínuo (CCT) mostrados na Figura 2 apresentam as curvas de resfriamento e ilustram muito bem a influência da composição química no aço 9%Ni onde, a principal diferença entre a Figura 2 (a) e Figura 2 (b) é a adição de manganês.

Nota-se que para baixas taxas de resfriamento, a Figura 2-(a), resulta na presença de bainita (Zw), ferrita (F), perlita (P) e martensita, enquanto que a Figura 2-(b) não ocorre a formação da ferrita e perlita, ocorrendo apenas a presença da martensita e bainita. Desta forma, fica evidente que pequenas modificações na composição química do aço 9%Ni alteram significativamente as fases e constituintes resultantes no resfriamento [23].

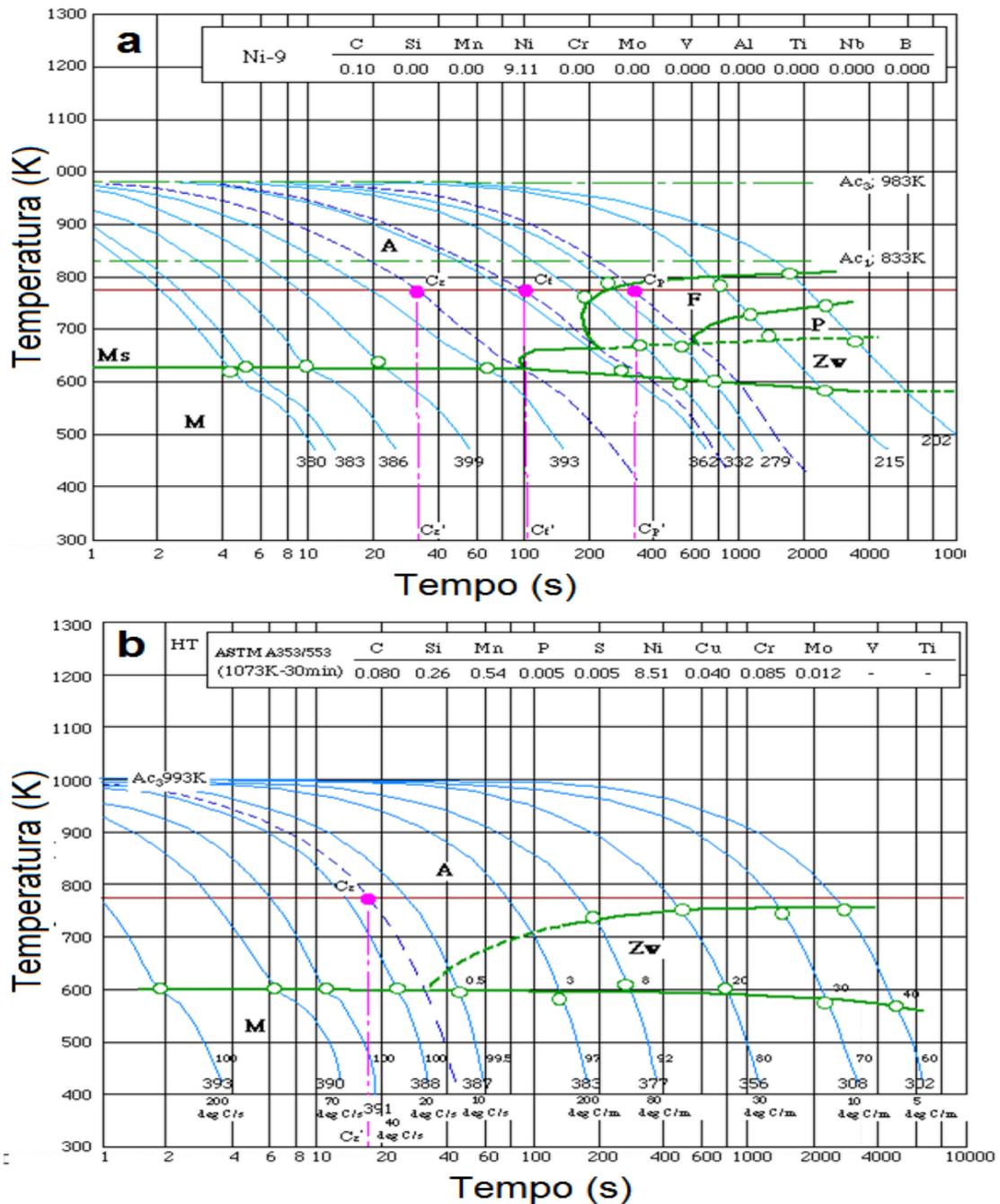


Figura 2- Diagrama CCT (a) aço 0,1C-9,11Ni (b) aço 0,08C-8,51Ni [23].

A Figura 3 apresenta o diagrama CCT para o aço de composição química 0,09C-9,02Ni-0,22Si-0,68Mn-0,03Al-0,008P-0,009S. Observa-se que as temperaturas Ac_1 e Ac_3 variam consideravelmente em relação às da Figura 2, o que reforça ainda mais a sensibilidade do aço 9%Ni a pequenas variações de composição química.

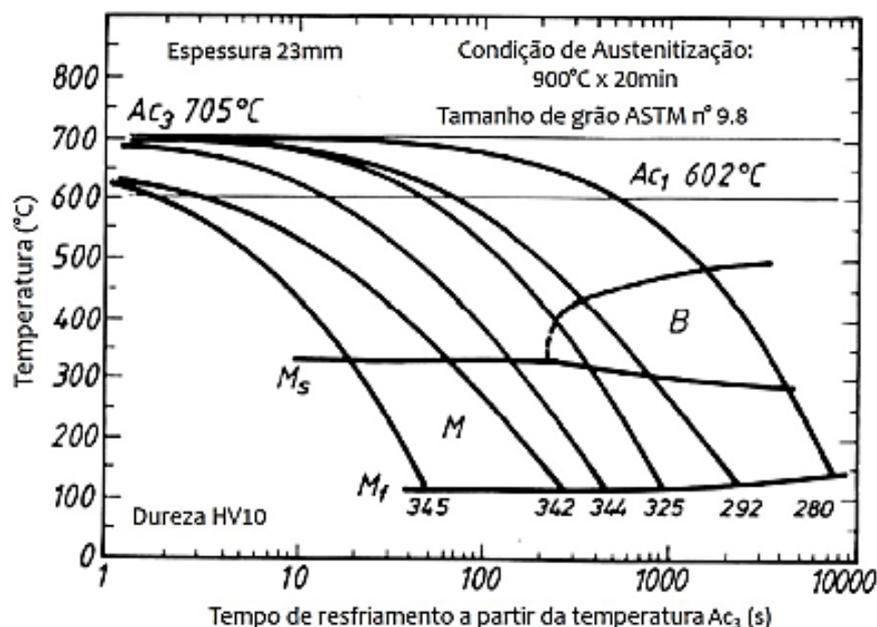


Figura 3-Diagrama de resfriamento contínuo do 9%Ni (0,09C-0,22Si-0,68Mn-0,008P-0,009S-0,031Al). Adaptado de [5].

Uma vez que as temperaturas de transformação Ac_1 e Ac_3 são muito importantes para o entendimento das fases e constituintes formados no diagrama CCT, Rodrigues [14] apresentou em seu trabalho uma tabela relacionando as temperaturas Ac_1 e Ac_3 aferidas para diferentes composições químicas, como pode ser observado na Tabela 2.

Tabela 2-Valores das temperaturas AC_1 e AC_3 do aço 9%Ni para diversos autores. Adaptado de [14].

Composição	Ac_1	Ac_3	Autor
0,10C-9,11Ni	560	709	(NIMS Materials Database, 2014)
0,08C-8,51Ni-0,54Mn	-	719	(NIMS Materials Database, 2014)
0,1C-8,6Ni-0,54Mn	552	643	(Brophy, Miller, 1948)
0,001C-8,95Ni-0,85Mn	590	725	(Ôoka, Sugino, 1960)
0,1C-8,95Ni-0,85Mn	540	720	(Ôoka, Sugino, 1960)
0,066C-9,28Ni-0,65Mn	664	694	(Jang, Ju et al., 2003)
0,09C-9,02Ni-0,68Mn	602	705	IIW-884-87 apud (Asan et al., 2014)
0,043C-9,35Ni-0,64Mn	577	703	(X. Q. Zhao et al., 2007)
0,036C-9,02Ni-0,70Mn	640	725	(Y. H. Yang et al., 2014)

Diante das Figura 2 e Figura 3, pode-se constatar que para a maioria das faixas de resfriamento aplicadas, a microestrutura final será composta por martensita e bainita, sendo que esta última será tanto maior quanto menor a velocidade de resfriamento e pode-se perceber também, que a dureza final diminui com a presença de bainita.

2.2. Microestruturas e tratamentos térmicos do aço 9%Ni

A fim de atender às propriedades mecânicas exigidas pela ASME, *Boiler and Pressure Vessel Code*, para aplicação em temperaturas criogênicas, dois processos de tratamentos térmicos devem ser realizados, dupla normalização seguida de revenimento ou têmpera seguida de revenimento [3]. Durante estes tratamentos, os carbeto presentes na estrutura são convertidos em austenita, que em virtude de possuir maior percentual de carbono e de níquel, é estável em baixas temperaturas [24].

No primeiro, o aço 9%Ni é aquecido até a temperatura de 900°C, produzindo uma estrutura completamente homogênea, composta por austenita. Posteriormente é realizado normalização à 790°C onde grãos finos de austenita são formados. O resfriamento é seguido ao ar e transforma a austenita em martensita e bainita. Cada temperatura é mantida durante o tempo de 2,4 minutos por milímetro de espessura da placa. Caso o tempo de permanência seja inferior a 15 minutos deve-se prosseguir o resfriamento ao ar. O revenido é realizado entre as temperaturas de 565-610°C, e causa reversão metaestável, produzindo 10-15% de austenita estável à temperatura ambiente [1,5].

Na têmpera e revenido, a placa de aço 9%Ni é elevada até a temperatura de 800-925°C, mantida nesta temperatura até que todo o material esteja uniformemente aquecido e então é realizado têmpera em água. O revenido deve ser realizado na região intercrítica do campo bifásico ($\alpha+\gamma$), entre 565 e 610°C, de forma a garantir a presença de austenita reversa estável (nos itens a seguir da revisão será explicado o motivo pelo qual esta faixa de temperatura é propícia para garantir a estabilidade da austenita). Ambos os tratamentos térmicos resultam na obtenção de uma microestrutura formada por uma matriz ferrítica, com presença de cementita e 5-15% de austenita [1,3].

A Figura 4 ilustra a microestrutura do metal de base resultante do processo de têmpera e revenido, que apesar de reportado na literatura, ser composto por ferrita, cementita e austenita reversa, uma diferenciação entre cementita e austenita não é apontada. Os contornos de grão da austenita podem ser identificados [25].

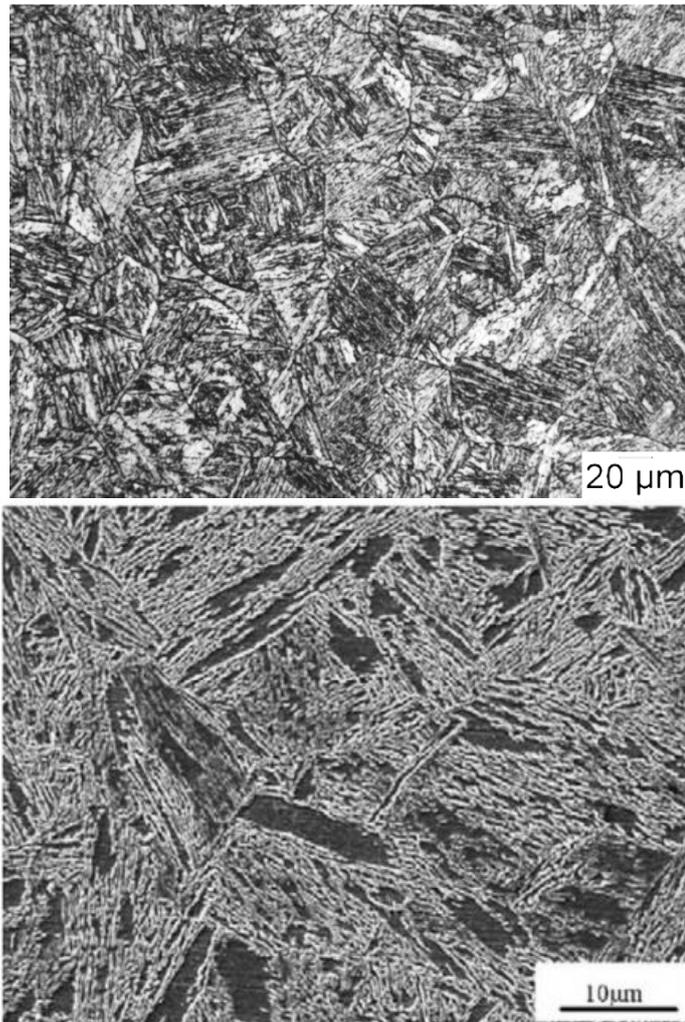


Figura 4- Microestrutura típica do aço 9%Ni temperado e revenido em MO e MEV [9, 25].

Os aços martensíticos conferem alta resistência aos aços estruturais. A transformação espontânea de cúbica de faces centradas (CFC) para cúbica de corpo centrado (CCC) envolve uma tensão que é acomodada pela introdução de uma alta densidade de discordâncias [26].

Quando o teor de carbono é alto ($> 0,6\%$ em peso em aços Fe-C), a temperatura de transformação martensítica é baixa, os defeitos primários são maclas internas. A martensita "maclada" resultante pode ser muito resistente, mas é geralmente muito frágil, sendo destinada a uso estrutural. Já quando o teor de carbono é relativamente baixo ($< 0,6\%$ em peso) e a composição química da liga é favorável, a microestrutura resultante é martensita em forma de ripas ou placas, o que proporciona boa combinação de resistência mecânica e dureza [26].

Kinney e colaboradores [27] propuseram estudar a microestrutura martensítica pois ela possui atraentes propriedades mecânicas, mas é difícil de ser caracterizada. A sua microestrutura é complexa pois a martensita formada possui muitas variantes cristalográficas, 24 no caso da relação comum de Kurdjumov-Sachs (KS), e a maioria ou todas estas aparecem durante a transformação de cada grão de austenita prévia.

A composição química do aço estudado por Kinney et al [27] é Fe-9Ni-0,64Mn-0,23Si-0,046C-0,02Al-0,01Cr. Em seu trabalho as amostras foram conduzidas a austenitização (1200°C por 1 hora e meia) e temperadas a 175°C e então reaustenitizada à temperatura de 1000°C por 5h antes de ser temperada a 15°C, levando a um tamanho de grão austenítico de 200 µm.

A microestrutura do aço 9%Ni na condição temperada é martensítica, podendo ter presença de bainita, como mostrado na análise de EBSD da Figura 5.

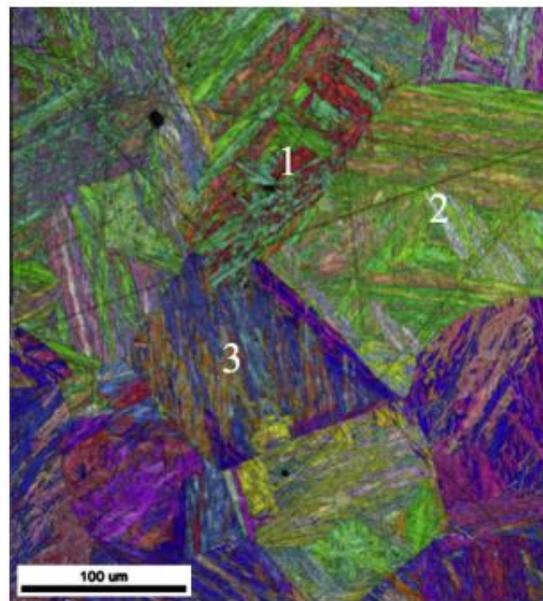


Figura 5 - Mapa de EBSD de estrutura martensítica em ripas do aço 9Ni como temperado. Três grãos de austenita prévia estão identificados [27]

É reportado que a formação da martensita está dividida em três níveis no interior dos grãos austeníticos prévios. As ripas de martensita são organizadas no interior de blocos, que por sua vez constituem os pacotes, como pode ser observado na Figura 6.

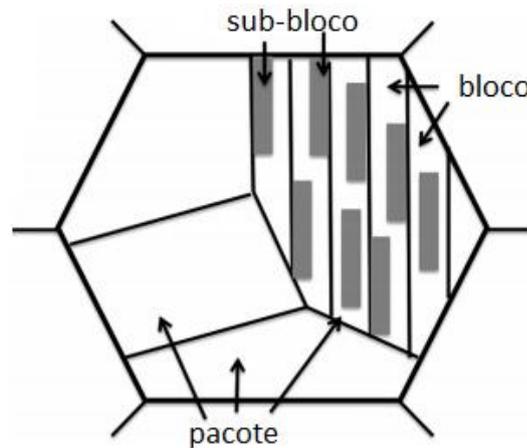


Figura 6 - Representação esquemática da estrutura de blocos e pacotes no interior do grão da austenita prévia [27].

Um segundo tratamento foi conduzido para produzir pequeno grão austenítico, de 50-100 μ m. As amostras foram austenitizadas a 1150 $^{\circ}$ C por 2 horas e então temperadas a 10 $^{\circ}$ C.

As microestruturas resultantes destes dois tratamentos térmicos foram avaliadas por meio do EBSD, onde as regiões nas quais as placas compartilham um plano comum $\{0\ 1\ 1\}$ foram localizadas e destacadas. A Figura 7 e a Figura 8 ilustram os quatro pacotes que estão presentes em cada grão de austenita prévia, referentes às amostras de grande e pequeno grão austenítico e estão em concordância com a aparência de todas as 24 variantes KS.

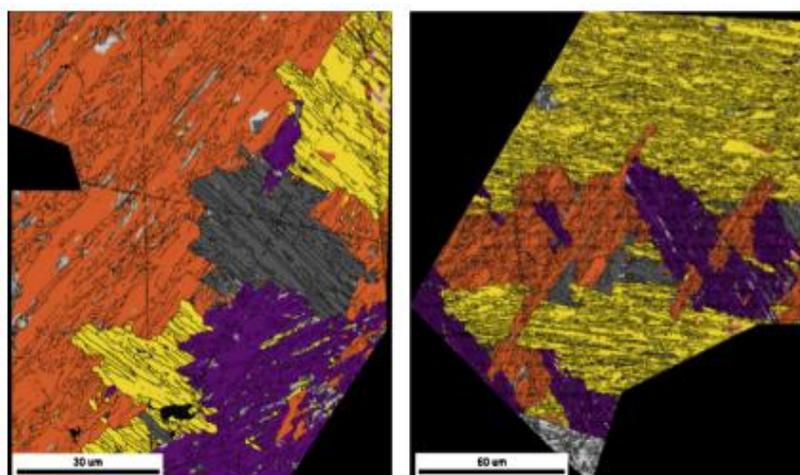


Figura 7 - Grãos grandes de austenita prévia de amostras de aço 9%Ni, identificando os quatro pacotes distintos de martensita [27].

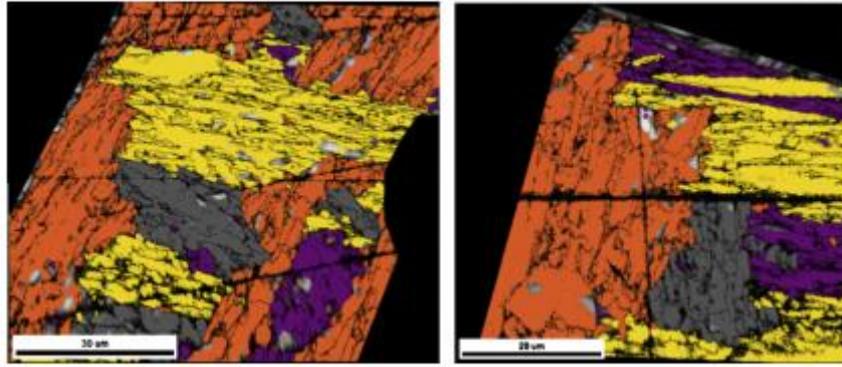


Figura 8 - Grãos pequenos de austenita prévia de amostras de aço 9%Ni, identificando os quatro pacotes distintos de martensita [27].

Furuhara e colaboradores [28] propuseram a estudar a estrutura bainítica no aço de composição Fe-9%Ni-(0,15-0,5%C) transformadas entre as temperaturas de 350°C e 450°C em comparação com a martensita formada. As amostras foram austenitizadas na temperatura de 1150°C e transformada isotermicamente nas temperaturas de 450°C, 400°C e 350°C, seguidas de têmpera.

O pacote de bainita formado é semelhante às ripas de martensita e é dividido em blocos e obedecem a mesma relação de planos KS. Os pacotes de bainita superior foram caracterizados em três tipos conforme descritos a seguir:

- Tipo A: o pacote contém ripas de apenas duas variantes com uma pequena orientação de baixo ângulo.
- Tipo B: o pacote é dividido em três blocos em que cada um possui orientações completamente diferentes um dos outros, e cada bloco possui sub-blocos.
- Tipo C: o pacote consiste em blocos contendo uma variante única de ripas, variantes em pares maclados são preferencialmente formados.

A Figura 9 ilustra as configurações cristalográficas da bainita. A Figura 9-d apresenta uma síntese do efeito do teor de carbono e temperatura no tipo de formação do pacote de bainita.

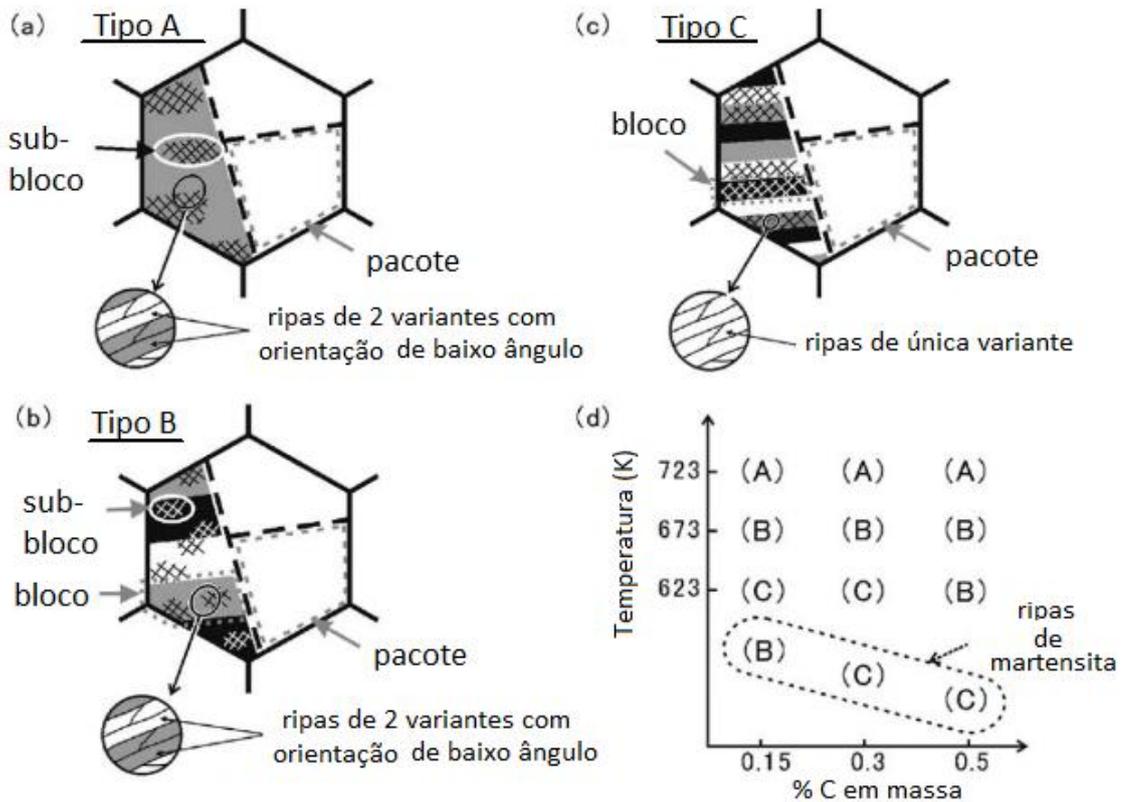


Figura 9 - Ilustração esquemática que descreve as características cristalográficas das subestruturas da bainita superior e das ripas de martensita em ligas de Fe-9Ni-C [28].

Todas as ligas transformadas a 450°C exibiram um pacote de bainita do tipo (A) e o teor de carbono não influenciou no tipo de bainita formada. Em 400°C e 350°C , a característica cristalográfica do pacote alterou para o tipo (B) ou para (C) e os blocos são grosseiros à medida que o teor de carbono aumenta. Isto acontece devido a força motriz, que diminui com o aumento de carbono a uma temperatura fixa. Para uma pequena força motriz, uma variante específica é selecionada naturalmente a partir do limite de grão da austenita. Durante o desenvolvimento do pacote, os sub-blocos são ocasionalmente formados, embora sua origem ainda não seja bem compreendida [28].

Para o mesmo teor de carbono, ao diminuir a temperatura de transformação, a característica do pacote muda do tipo (A) para (B) e para (C), resultando em refinamento dos blocos. Isto ocorre, pois, mantendo o teor de carbono, a força motriz aumenta com a diminuição da temperatura. Para uma grande força motriz, a diferença na energia de ativação para a nucleação entre variantes da bainita torna-se menor e mais variáveis podem se formar em um limite de grão de austenita dado, resultando em refino dos blocos [28].

A Figura 10 descreve esquematicamente a formação dos pacotes da bainita superior para diferentes forças motrizes.

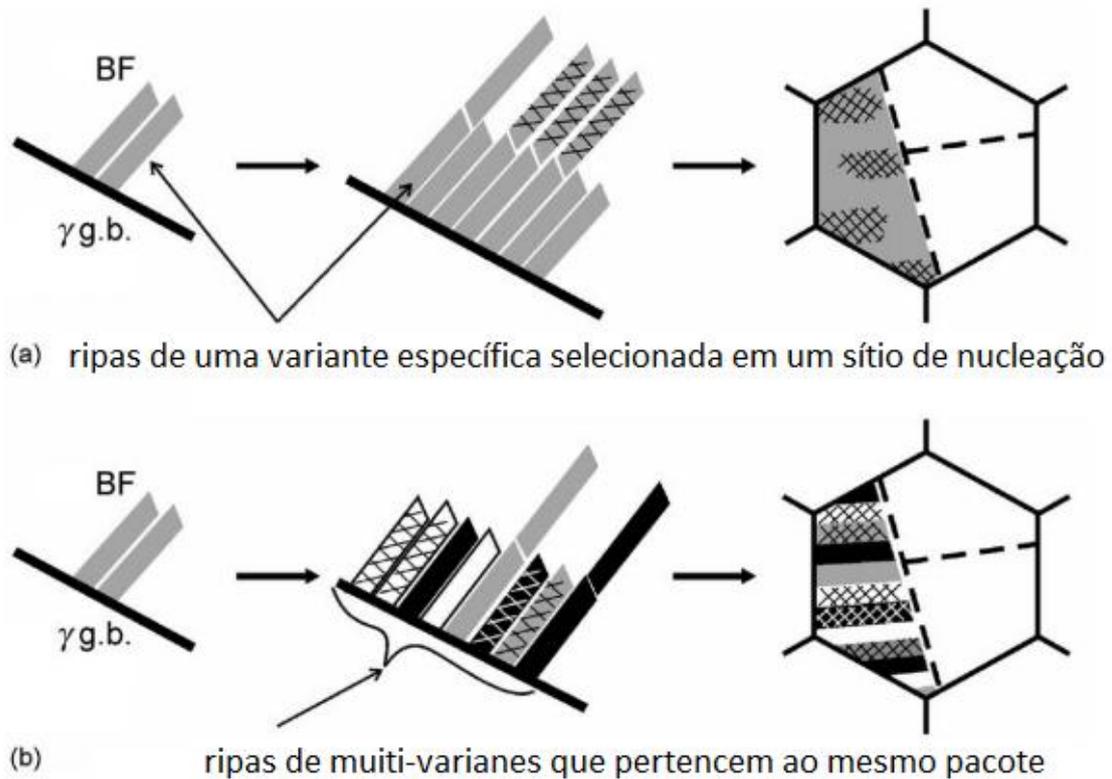


Figura 10 - Ilustração esquemática que descreve a formação de um pacote de bainita superior: (a) para uma força motriz pequena e (b) para uma força motriz grande [28].

A bainita fica mais grosseira enquanto que os pacotes de ripa de martensita são refinados com o aumento do teor de carbono. Um pacote de tipo (B) foi observado na liga de 0,15C, enquanto o tipo (C) foi obtido nas ligas de carbono mais alto. Apesar destes materiais apresentarem teores de carbono superiores aos requisitos da norma ASTM A333 gr. 8, a relação destes constituintes com o carbono tende a se manter, fazendo que estes conceitos sejam aplicáveis nos aços deste estudo.

A Figura 11 apresenta a microestrutura por microscopia ótica para as ripas de martensita e estruturas bainíticas formadas isotermicamente à 350°C para aços 9%Ni com percentuais de carbono de 0,15 e 0,5%, onde os blocos da bainita são refinados com a diminuição da temperatura e do teor de carbono e os blocos e ripas de martensita são refinadas com o aumento de carbono.

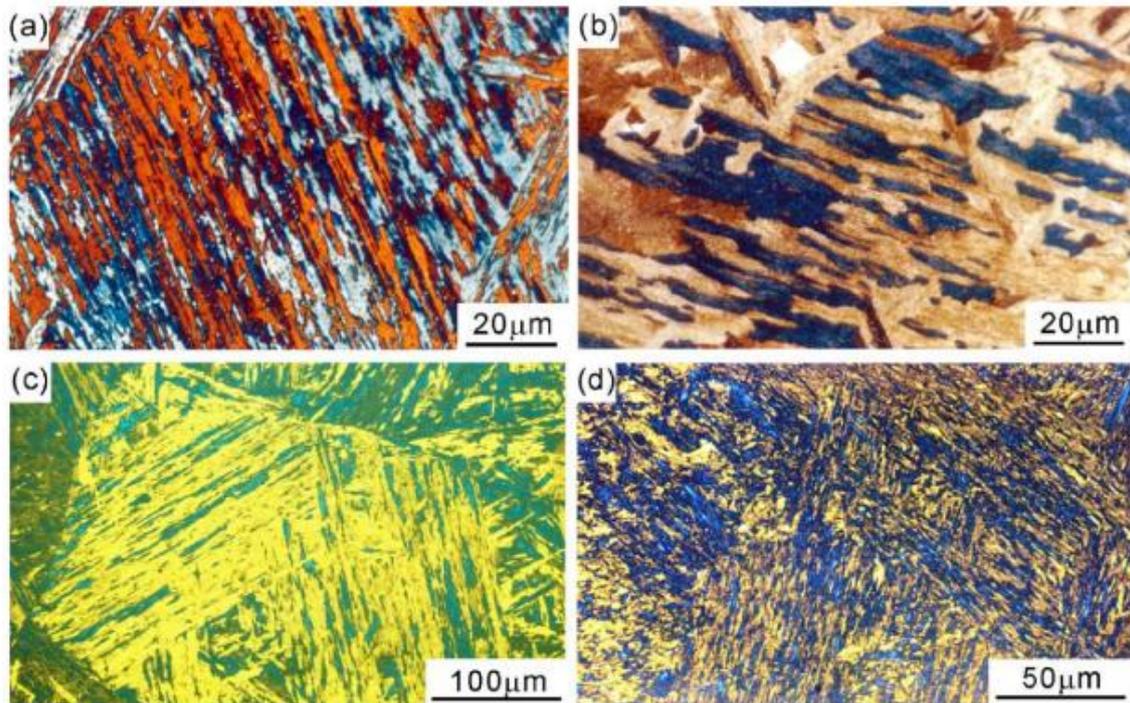


Figura 11-Micrografia ótica das estruturas bainíticas formadas à 350°C (a) 0,15% de C e (b) 0,5% C em peso e para estruturas de ripas de martensita obtidas por têmpera em água (c) 0,15% C em peso (d) 0,5% C em peso [28].

Outra configuração de bainita vem sendo reportada na literatura, a bainita coalescida em aços contendo alto teor de níquel [29-32]. A Figura 12 mostra um exemplo de sua morfologia. Ela é caracterizada por possuir contorno enriquecido em carbono e precipitados de carbeto em seu interior e por ter comprimento médio de 10µm. A bainita coalescida é geralmente acompanhada pela martensita, bainita superior e/ou inferior e se forma quando Bi e Mi são próximos [29-30].

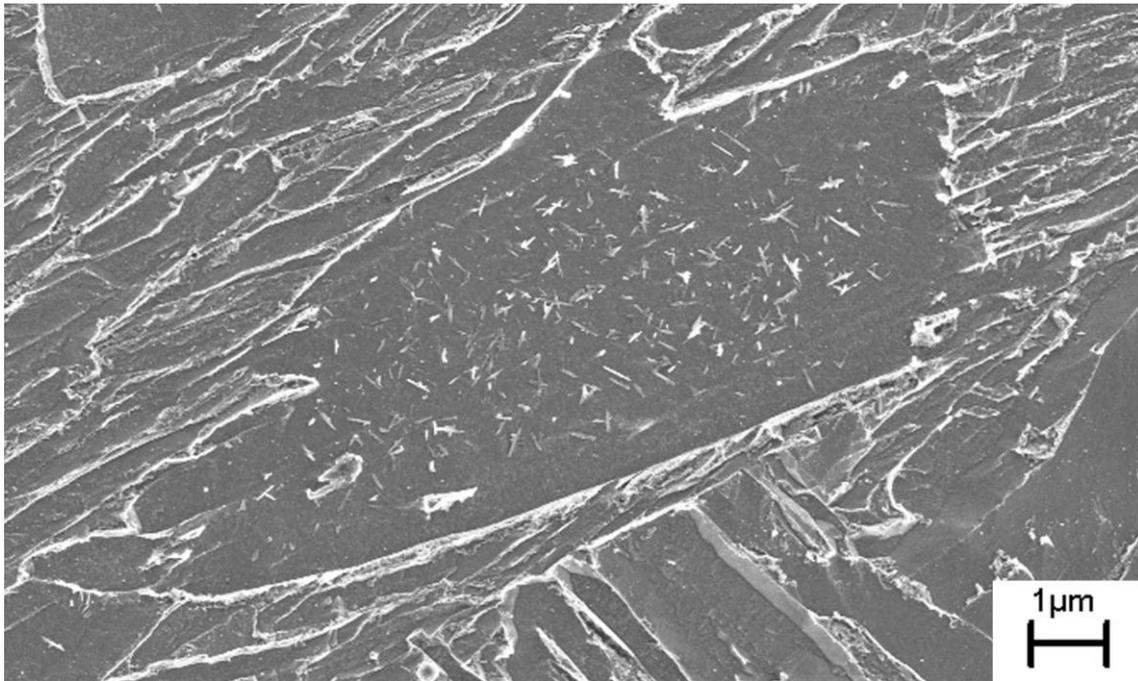


Figura 12- Morfologia da bainita coalescida em uma região de grãos grosseiros (Adaptado de 30).

As placas de bainita coalescida podem ser observadas em escala óptica, porém, precipitados de carbeto em seu interior só podem ser observados usando microscopia eletrônica ou de transmissão. A bainita coalescida consiste na união de finas placas de ferrita (sub unidades) que se formam adjacente umas às outras e nucleiam no contorno de grão da austenita prévia [30].

O mecanismo de formação da bainita coalescida está exemplificado na Figura 13. Ela se dá a partir de ferritas supersaturadas em carbono que possuem a mesma orientação cristalográfica entre si e que, durante o crescimento, coalescem em um único grande grão. Deve então existir uma grande força motriz para promover a formação da placa de bainita grosseira para sustentar o aumento da energia de deformação associado com a união das placas de ferrita supersaturada [29, 30].

No resfriamento, o carbono presente tende a ir para a austenita mais próxima, que se encontra na interface austenita/bainita coalescida, porém, para taxas de resfriamento lentas, a difusão do carbono é baixa e aquele que não consegue migrar para o contorno da bainita coalescida precipita em forma de carbeto em seu interior [30].

A princípio, suspeitou-se que esta nova microestrutura poderia ser martensita autorevenida pelo fato da temperatura de início da sua formação ser próxima de M_i , mas posteriores análises mostraram que esta hipótese era equivocada, o tamanho da bainita coalescida (de até aproximadamente 13 μm de comprimento e 4 μm de largura) e a

ausência de ripas no interior do seu grão não são esperados na martensita autorevenida. Além do mais, observou-se que a sua fração aumenta com a diminuição da taxa de resfriamento, oposto do que acontece com a fração de martensita [32].

Em seu estudo, Keehane colaboradores [29] constataram que a bainita coalescida é prejudicial à tenacidade ao impacto e leva a uma diminuição da tensão de limite de escoamento, mas, combinada à microestrutura martensítica confere boa combinação entre resistência mecânica e tenacidade.



Figura 13 - Representação esquemática da formação da bainita coalescida. Adaptado de [30].

Tentando entender o efeito das temperaturas de revenido na microestrutura do aço 9%Ni, Strife e Passoja [2] estudaram o efeito do tratamento térmico com e sem revenido na microestrutura do aço 9%Ni. Para estabelecer os parâmetros de tratamentos térmicos, as temperaturas críticas foram determinadas por dilatométrica nas amostras austenitizadas a 900°C e temperadas em água. Os valores de Ac1 e Ac3 obtidos foram 590°C e 740°C respectivamente.

Foram realizados vários tratamentos térmicos de revenimento a fim de alterar a fração da austenita retida. Foi constatado que o tempo e a temperatura de revenido influenciam na quantidade de austenita reversa formada. A Figura 14 mostra os resultados obtidos dos tratamentos térmicos realizados.

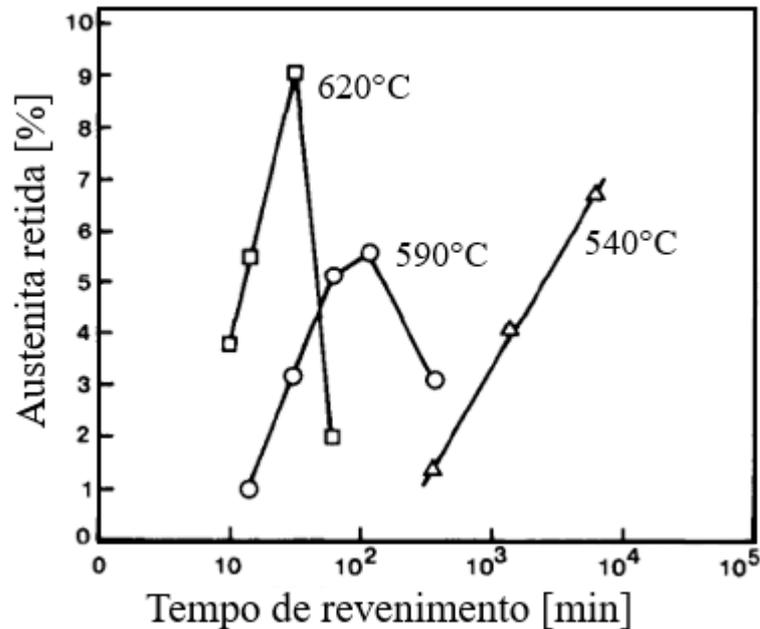


Figura 14 - Porcentagem de austenita a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ vs tempo de revenimento para aços 9%Ni temperados a partir de $843\text{ }^{\circ}\text{C}$, revenidos nas temperaturas indicadas seguido de têmpera a $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ [2].

É possível perceber que a quantidade de austenita reversa atinge um máximo para certa temperatura e tempo de revenimento e o tempo que leva a maximização da austenita reversa diminui à medida que a temperatura de revenido aumenta. Isto ocorre, pois, a austenita que se forma inicialmente é estável, rica em elemento de liga. À medida que a temperatura de revenido aumenta, a austenita continua a crescer e o soluto que estava em seu interior passa a ser distribuído em um volume maior. Sendo assim a estabilidade da austenita diminui e a austenita fica susceptível a se transformar em martensita durante o resfriamento [2].

Strife e Passoja [2] ainda constataram que quando o revenimento foi realizado à $540\text{ }^{\circ}\text{C}$ por uma hora, a quantidade de austenita reversa obtida por meio de ensaio de difração de raios-X foi de 0,5%, houve recuperação parcial das discordâncias e a precipitação generalizada de carbeto foi maior do que a observada à $590\text{ }^{\circ}\text{C}$, que possui maior porcentagem final de austenita. A Figura 15 mostra a microestrutura obtida por

microscópio óptico reportada por Striffe e Passoja [2] que, apesar de afirmarem a presença de carbeto, não os sinalizam na micrografia.

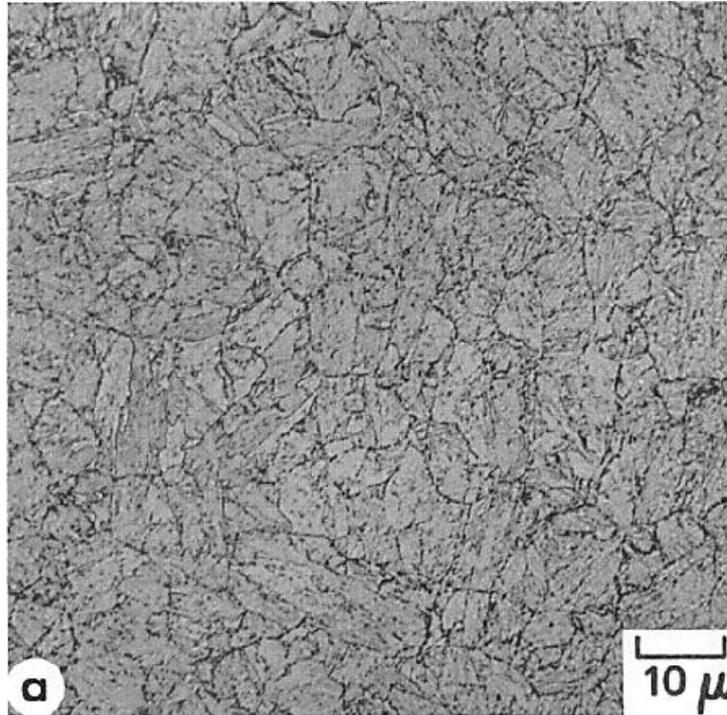


Figura 15 - Micrografia óptica de aço 9%Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 540 °C. Note a precipitação generalizada de carboneto [2].

A Figura 16 apresenta a micrografia resultante da análise por microscópio eletrônico de transmissão. A densidade de discordâncias variou de ripa para ripa e carbeto em forma de filmes foram observados nos contornos das ripas e em forma de precipitados no interior das ripas.

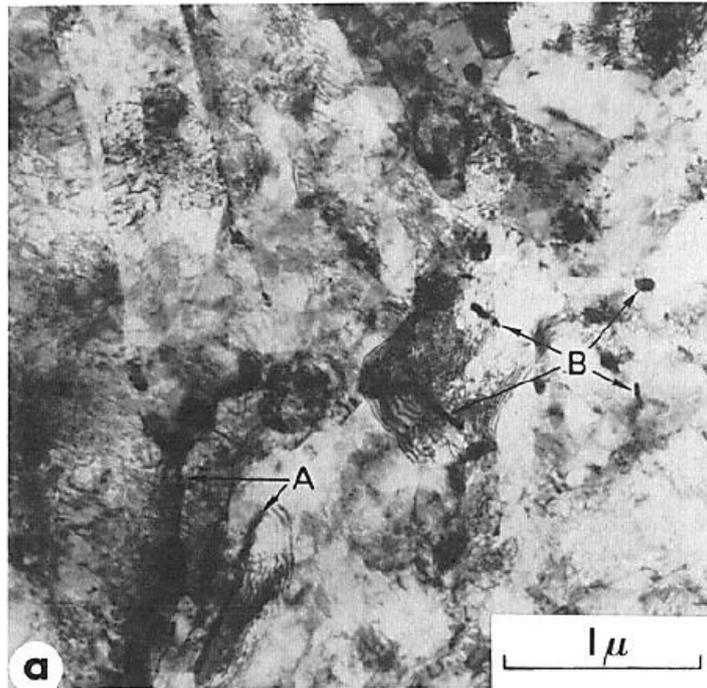


Figura 16 - Micrografia eletrônica de transmissão de aço 9% Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 540°C. (A) filmes de carbeto nos contornos das ripas, (B) carbeto precipitado no interior das ripas [2].

Já no revenido à 590°C durante uma hora, foi encontrado 5,2% de austenita reversa por difração de raios-X. A precipitação de carbeto foi menos pronunciada quando comparada à 540°C, vide Figura 17. Apesar de reportarem que os glóbulos de austenita reversa podem ser observados nos contornos dos pacotes de martensita prévia e apesar da notável diferença da sua microestrutura em relação à Figura 15, não é apontado com clareza a sua posição e nem a distinção entre a austenita e os carbeto são evidenciados.

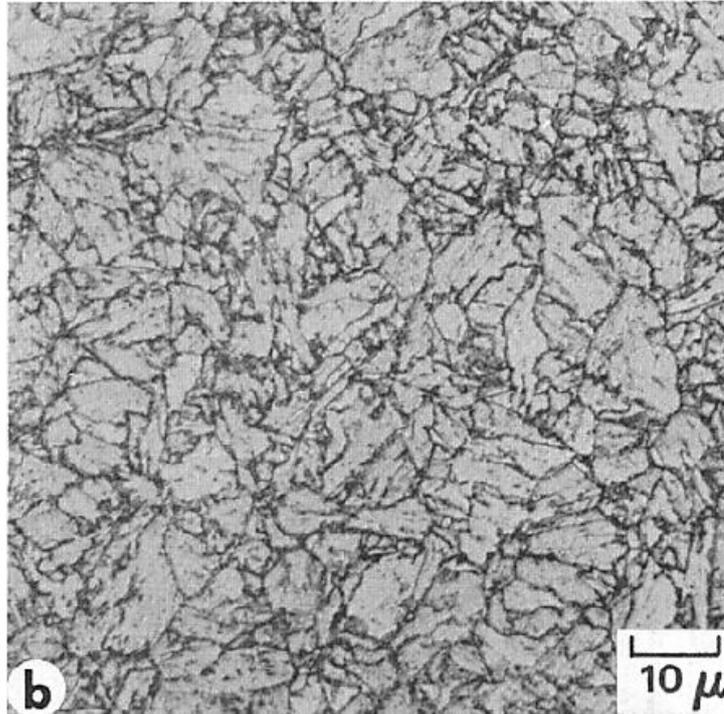


Figura 17 - Micrografia óptica de aço 9% Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 590°C. Glóbulos de austenita reversa e precipitação de carbonetos são observados primeiramente nos contornos de pacotes de martensita prévia [2].

A Figura 18 mostra a análise realizada em microscopia eletrônica de transmissão onde se observou maior recuperação e alguns grãos apresentaram-se livres de discordâncias. A estrutura de ripas permaneceu e não ocorreu precipitação de filmes de carbeto nos contornos das ripas. Ou seja, o revenido a 590°C propiciou o crescimento da austenita, que por sua vez está associada à incorporação de carbono, suprimindo a precipitação da cementita, diferentemente do revenido a 540°C.

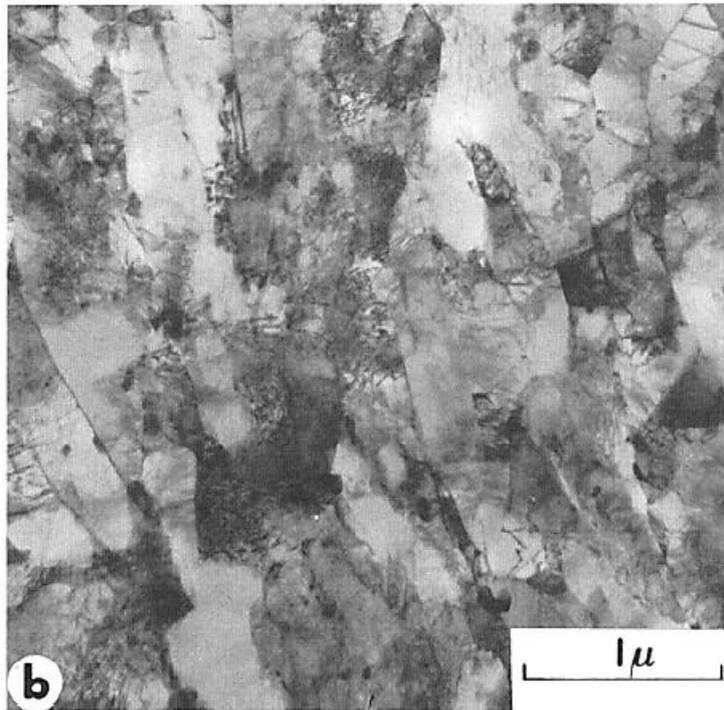


Figura 18 - Micrografia eletrônica de transmissão de aço 9%Ni temperado (temperatura de austenitização de 843°C) e revenido a 590°C. Note a presença de alguns grãos livres de discórdâncias e carbetos [2].

Strife e Passoja [2] ainda observaram a microestrutura do aço 9%Ni temperado por microscopia eletrônica de transmissão. Eles notaram que a estrutura martensítica possuía elevada densidade de discórdâncias e estava posicionada em paralelo. A precipitação de carbetos não foi constatada nesta condição.

Brophy e Miller [24] estudaram a influência de tratamentos térmicos na microestrutura do aço com faixa de composição química de 3 a 10% de níquel e perceberam que as composições que atingiram melhores propriedades mecânicas em temperaturas criogênicas foram aquelas que continham a fração de 8 a 10% de níquel.

Foram conduzidos ensaios dilatométricos com taxa de aquecimento igual a 2°C/min e taxa de resfriamento de 0,4°C/min e as temperaturas críticas de transformação Ac_1 e Ac_3 obtidas para o aço 8,5%Ni foram iguais a 550°C e 730°C, respectivamente.

Os tratamentos térmicos realizados no aço 8,5%Ni e a quantidade de austenita encontrada em cada um por meio de análises na difração de raios-X estão presentes na Tabela 3.

Tabela 3 - Tratamentos térmicos no aço 8,5%Ni e % de austenita encontrada em cada um deles [24].

Tratamento térmico	%Austenita
Normalização de 900°C a 790°C- Sem revenimento	10
Normalização de 900°C a 790°C + revenimento à 425°C por uma hora	5
Normalização de 900°C a 790°C+ revenimento à 565°C por uma hora	12
Normalização de 900°C a 790°C+ 565°C+ revenimento à 425°C por uma hora	15

A partir do aço 9%Ni normalizado de 900°C a 790°C, contendo 10% de austenita, foi observado que ao realizar o revenido à temperatura de 425°C, a austenita remanescente caiu para 5%, ou seja, se tornou instável e metade dela se decompôs. Já quando foi aplicada uma temperatura de revenido mais alta, de 565°C, a fração de austenita além de não perder estabilidade, aumentou de volume, passando de 10 para 12%. Ao aplicar um segundo revenido de 425°C sobre este último obteve-se uma quantidade de austenita ainda maior, 15% [24].

Brophy e Miller [24] reportaram que a microestrutura do aço 8,5%Ni normalizado é constituída por martensita, ferrita e alguma austenita. A Figura 19 apresenta a microestrutura via microscopia óptica, porém pode-se perceber que a identificação das fases não é apresentada.

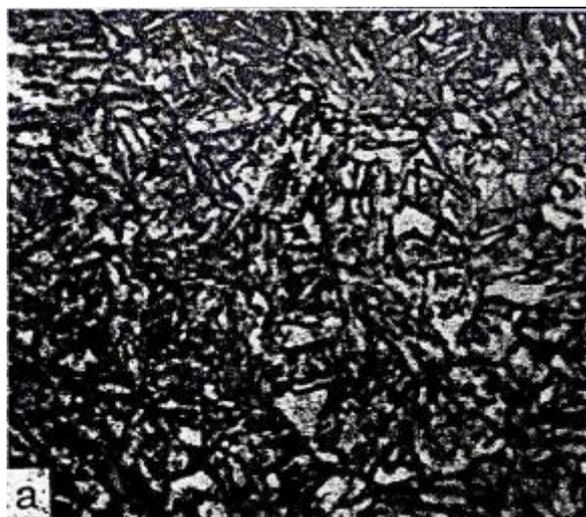


Figura 19 - Microestrutura do aço 8,5%Ni normalizado a 900°C e 730°C. Aumento de 1000X. Ataque Picral [24].

A Figura 20 mostra a microestrutura típica do aço normalizado, também reportado por Brophy e Miller [24], revenido a temperaturas abaixo da temperatura crítica Ac1. A martensita preexistente se transforma praticamente em ferrita e carbeto.

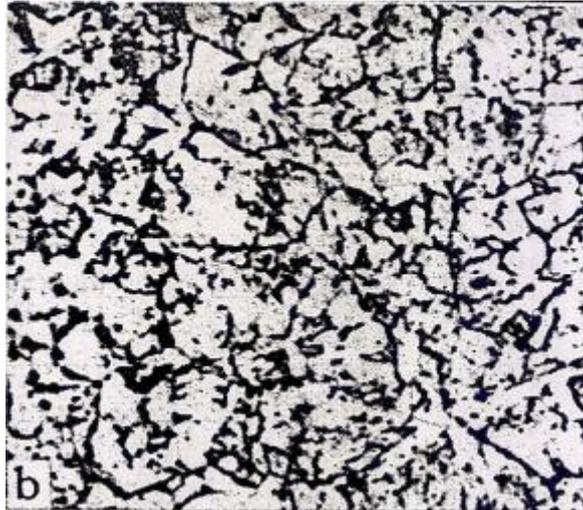


Figura 20 - Microestrutura do aço 8,5%Ni normalizado a 900°C e 730°C e revenido a 480°C. Aumento de 1000X. Ataque picral [24].

Já quando a temperatura de revenimento excede A_{c1} , a maioria dos carbonetos é convertida em austenita estável e a microestrutura resultante está presente na Figura 21, que consiste em ferrita, austenita e algum carboneto remanescente.

Somente após revenimento à 595°C que o último traço de carbonetos se transforma em austenita estável e a microestrutura final é constituída por ilhas de austenita em uma matriz ferrítica, como mostra a Figura 22. Esta é a estrutura que alcança a melhor resistência ao impacto na menor temperatura.



Figura 21 - Microestrutura do aço 8,5%Ni normalizado a 900°C e 730°C e revenido a 565°C. Aumento de 1000X. Ataque Picral [24].

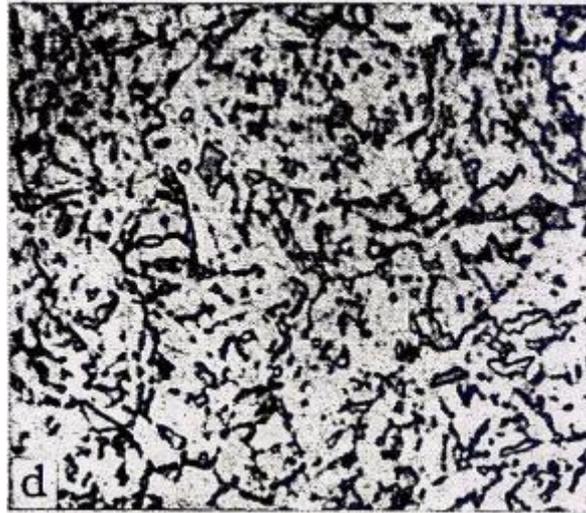


Figura 22 - Microestrutura do aço 8,5%Ni normalizado a 900°C e 730°C e revenido a 595°C. Aumento de 1000X. Picral [24].

A microestrutura após o revenimento à 620°C consiste em ferrita, austenita e martensita, como mostra a Figura 23. Uma vez que a temperatura do revenimento é maior, a austenita que se formou à 595°C cresce e perde sua estabilidade devido a diluição dos elementos de liga, com isso, durante o resfriamento ela se transforma em martensita. Nota-se que para os diversos tratamentos térmicos analisados, a microscopia óptica não foi suficiente para caracterizar a austenita e os carbonetos presentes.



Figura 23 - Microestrutura do aço 8,5%Ni normalizado a 900°C e 730°C e revenido a 620°C. Aumento de 1000X. Ataque Picral [24].

Zhang e colaboradores [33] avaliaram o efeito da taxa de aquecimento de 2, 5, 10, 20 e 40°C/s no revenimento da austenita reversa para o aço 9%Ni e observaram que a quantidade de austenita reversa atinge um máximo para taxas de aquecimento em torno de 10°C/s e sua distribuição ocorre de maneira uniforme em todos os tipos de contornos (contornos de ripas de martensita e contornos de grãos de austenita prévia).

Da mesma forma, em um estudo do aço inoxidável martensítico Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si, Dong-Seok Leem [34] constataram que as temperaturas de início e fim da transformação austenítica aumentam com o aumento da taxa de aquecimento até 10°C/s e, acima deste valor, as temperaturas não variaram com a variação da taxa de aquecimento. Por este motivo, os autores concluíram que, para taxas de aquecimento menores que 10°C/s a reversão de austenita ocorre de maneira difusional, enquanto que para valores maiores que 10°C/s, a reversão da austenita ocorre de maneira adifusional (por cisalhamento). Os autores ainda observaram que a taxa de aquecimento afetou a difusão dos átomos de carbono e a austenita retida atuou como sítio preferencial para nucleação da austenita reversa, aumentando assim sua quantidade na microestrutura. Contudo, a formação de austenita reversa atinge maiores quantidades, valores próximos a 8%, por meio de mecanismo difusional, este sendo afetado pela taxa de aquecimento.

Zhang e colaboradores [9] se propuseram a estudar a influência entre os tratamentos térmicos de têmpera, têmpera intercrítica e revenido (Q-IQ-T) com a têmpera e revenido (Q-T) na microestrutura e nas propriedades mecânicas do aço 9%Ni. As microestruturas foram analisadas por microscopia óptica e eletrônica de transmissão e a fração de austenita foi medida por meio do ensaio de difração de raios-x. O Q-IQ-T foi realizado à 820°C, 670°C e 570°C, respectivamente e a têmpera e revenido foi conduzida à 820°C e 570°C. A Tabela 4 apresenta a fração de austenita e a energia de impacto em ambos tratamentos térmicos. Pode-se perceber que a tenacidade em temperaturas criogênicas foi melhorada com aplicação da têmpera intercrítica que por sua vez possui maior porcentagem de austenita.

Tabela 4 - Propriedades mecânicas e fração de austenita do aço 9%Ni para diferentes processos de tratamentos térmicos [9].

	% Austenita	E_{c_v} à -196°C [J]
Q-T	0,9 ± 0,5	96 ± 3
Q-IQ-T	9,8 ± 0,5	201 ± 5

Para a condição temperado e revenido, mesmo tratamento térmico empregado no aço deste estudo, a microestrutura reportada por Zhang e colaboradores [9] é composta por ferrita e 0,9% de austenita. A presença de cementita não foi citada.

Com o auxílio do microscópio eletrônico de transmissão observou-se que as ripas de martensita prévia possuem alta densidade de discordâncias e também foi possível detectar a presença de austenita reversa (campo claro e escuro) entre as ripas de martensita prévia, como mostra na Figura 24.

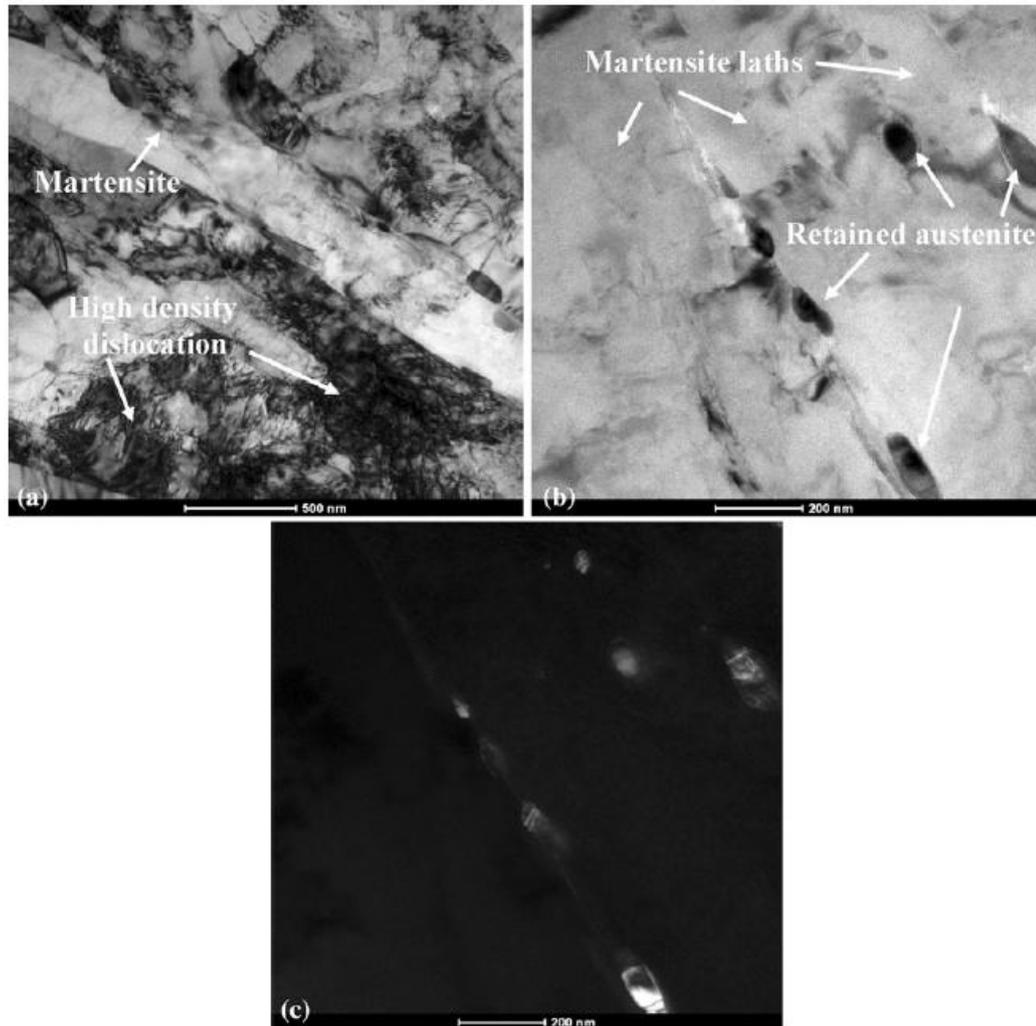


Figura 24 - Microscopia eletrônica de transmissão de aço 9%Ni temperado (temperatura de austenitização de 870°C) e revenido a 570°C. (a) ripas de martensita prévia e presença de alta densidade de discordância, (b) presença de austenita reversa entre ripas de martensita prévia e (c) presença de austenita reversa entre ripas de martensita prévia (micrografia de campo escuro) [9].

Yang et al. [35], avaliaram a influência das temperaturas de austenitização e de revenimento para aço 9%Ni (0,036%C, 0,10%Si, 0,70%Mn, 0,096%Mo, 0,0068%P, 0,005%S e 9,02%Ni). Eles perceberam que a temperatura de austenitização influencia

fortemente na fração volumétrica de austenita reversa obtida após o revenido a 600°C. Observou-se que ela aumenta à medida que a temperatura aumenta de 750°C para 900°C, onde atinge seu máximo. Para temperaturas de austenitização maiores que 900°C, a tendência da quantidade de austenita reversa é diminuir.

Isto ocorre pois, como os grãos de austenita prévia e de “pacotes” de martensita funcionam como sítios preferenciais para nucleação da austenita reversa e o refino proporcionado por temperaturas menores que 900°C permitem um aumento da densidade destes sítios. A Figura 25 apresenta a análise realizada no microscópio eletrônico de varredura (MEV) em que avalia a presença de austenita em diferentes temperaturas de austenitização. É possível notar que os grãos ficam grosseiros a partir de 900°C.

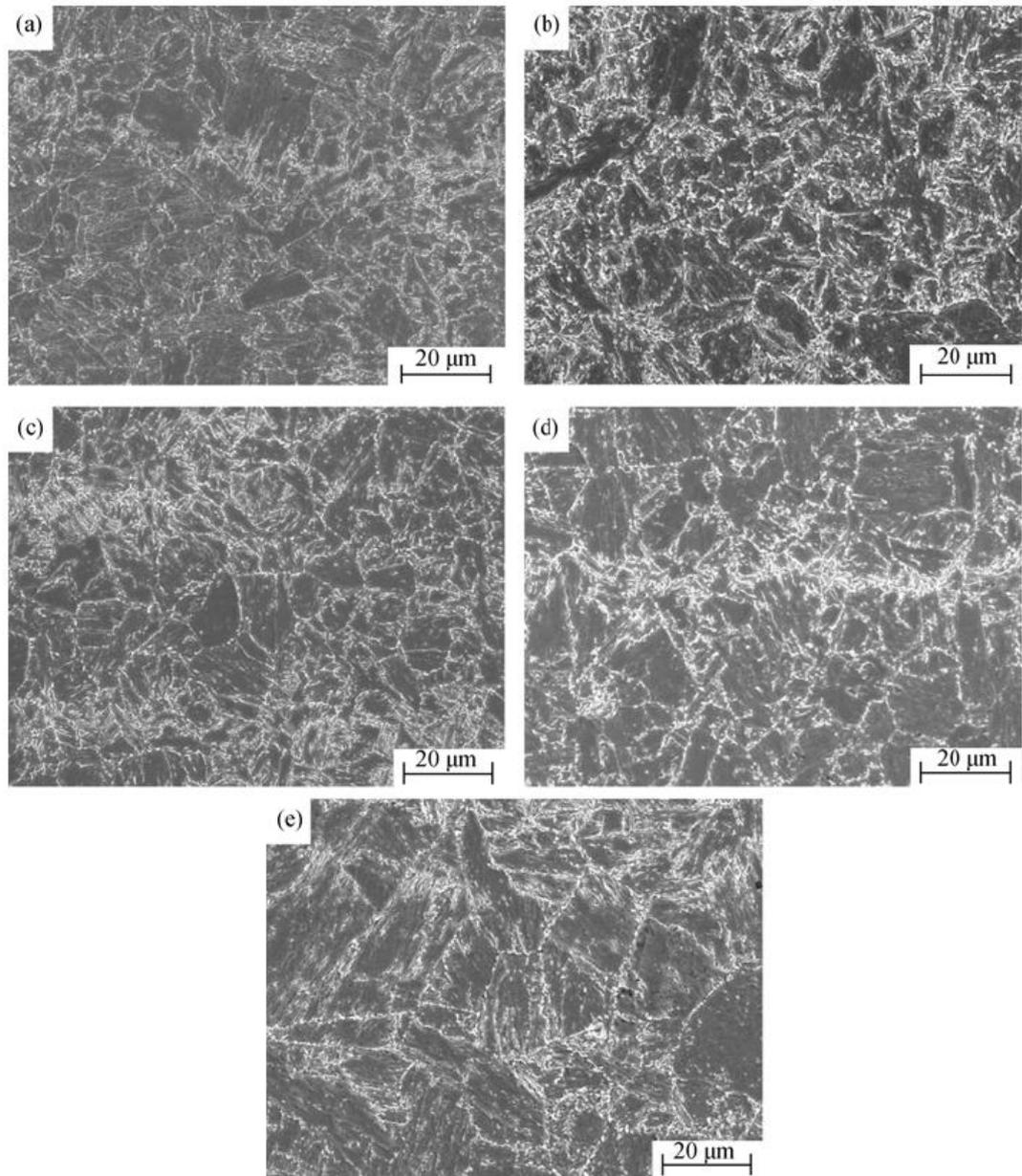


Figura 25 - Micrografias de MEV de amostras revenidas a 600°C e temperadas a partir diversas temperaturas de austenitização (a) 750°C; (b) 800°C; (c) 850°C; (d) 900°C; (e) 1000°C [35].

Yang e colaboradores [35] também estudaram a o efeito da temperatura de revenido na formação da austenita reversa. Eles observaram que a austenita se forma em contornos de grãos de austenita prévia e em contornos de “pacotes” de martensita. Foi avaliada a faixa de temperatura entre 540-630°C de revenido. Percebeu-se que, com o aumento da temperatura de revenido, parte da austenita torna-se instável e transforma-se em martensita não revenida durante o resfriamento. A microestrutura resultante é formada por ripas grosseiras de martensita com austenita reversa e martensita não-

revenida nos contornos das ripas de martensita. O estudo também mostrou que a austenita formada no revenimento em temperaturas abaixo de 600°C apresentou maior estabilidade. A Figura 26 ilustra o fenômeno observado para diferentes temperaturas de revenimento.

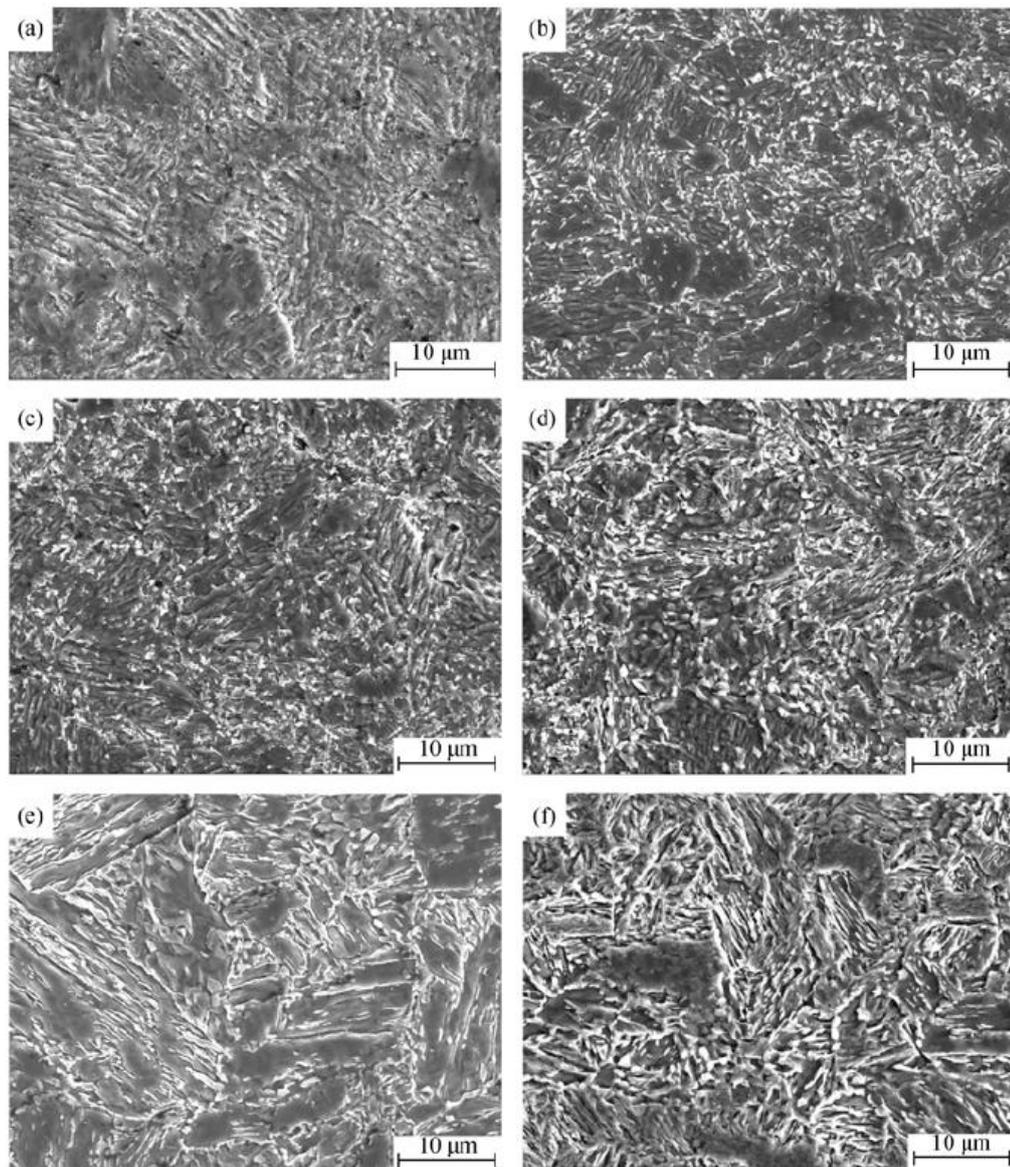


Figura 26-Micrografias de MEV de amostras revenidas a: (a) 540°C; (b) 570°C; (c) 600°C; (d) 630°C; (e) 650°C; (f) 670°C [35].

2.3. Microestruturas da ZTA

É conhecido que o processo de soldagem impõe altas temperaturas entre as partes que são unidas. Cada ponto distante do centro do cordão experimenta um ciclo térmico de aquecimento e resfriamento à diferentes temperaturas de pico, levando assim

a uma mudança na microestrutura do metal de base e conseqüentemente alterações em suas propriedades mecânicas e metalúrgicas. Esta região que experimentou mudança microestrutural devido ao efeito de aquecimento e resfriamento rápidos de ciclos térmicos de soldagem é conhecida por zona termicamente afetada (ZTA). Ela é caracterizada por possuir uma microestrutura heterogênea e é de suma importância compreender as suas transformações microestruturais para entender o seu comportamento quando submetido à esforços mecânicos e ao meio agressivo (corrosão) [12].

A ZTA pode ser classificada em diferentes regiões devido às características conferidas por cada faixa do gradiente de temperatura sofrida por ela. A Figura 27 ilustra as diferentes regiões que constituem a zona termicamente afetada para de único passe para um aço carbono, relacionadas aos intervalos de temperatura do seu diagrama de equilíbrio [12]. Ela é classificada em região de grãos grosseiros (RGG), grãos finos (RGF), região intercrítica (RIC), indicada como parcialmente transformada, e a região subcrítica (RS), indicada como região revenida ou esferoidizada [12].

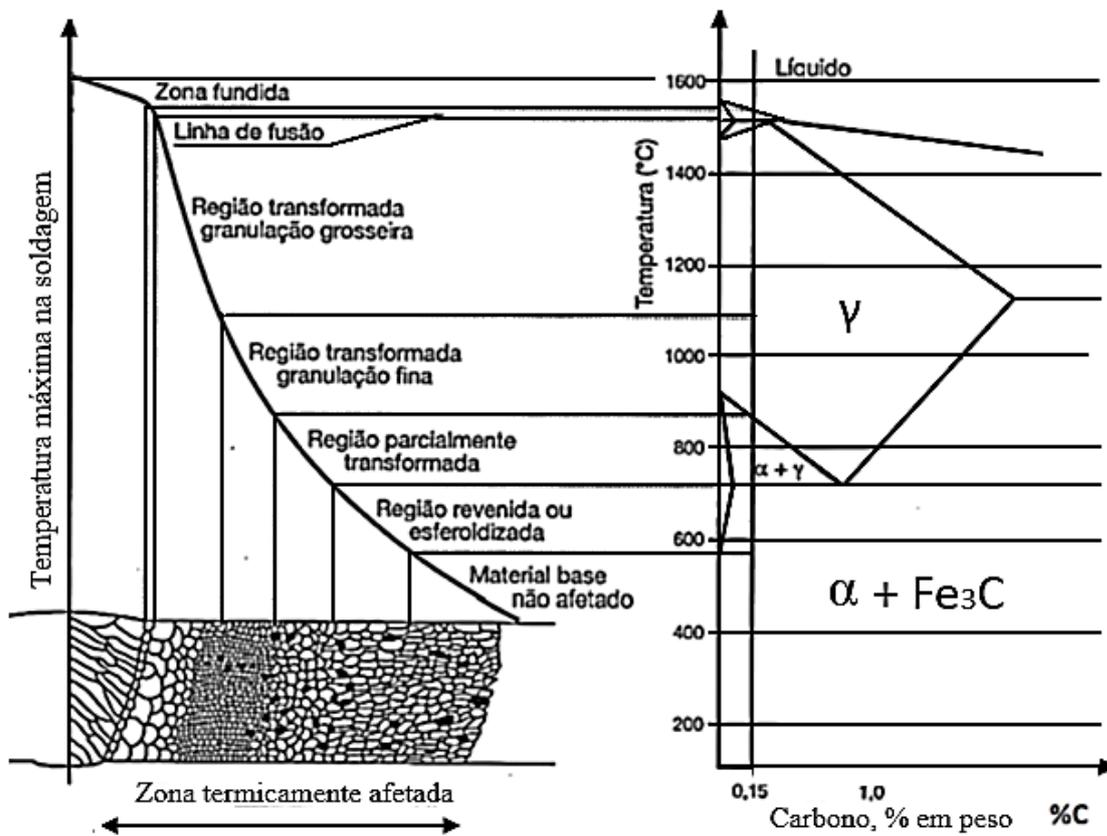


Figura 27-Regiões da zona afeta pelo calor. Adaptado de [12].

A região de grãos grosseiros, como o nome já diz, é caracterizada por apresentar grãos de austenita prévia com granulação grosseira, 1 a 3 ASTM. A faixa de temperatura que compreende esta região está entre 1100°C e 1450°C. Nesta região há dissolução completa da maioria dos precipitados, como carbonetos, nitretos e carbonitretos [12].

A região de grãos finos compreende a faixa de temperatura acima de A_{c3} até aproximadamente 1100°C e não é esperado crescimento dos grãos austeníticos [12].

A região intercrítica está compreendida entre A_{c1} e A_{c3} , onde a microestrutura é parcialmente transformada em austenita, que está enriquecida em carbono e com isso apresenta geralmente maior temperabilidade. A microestrutura resultante dependerá da composição química, principalmente do carbono, e tenderá a ser uma região que apresenta uma mistura de microestruturas. Pode ocorrer também aumento da densidade de discordâncias e coalescência dos precipitados [12].

A região subcrítica é a região abaixo de A_{c1} , onde ocorre um revenimento da microestrutura. Em aços endurecidos por precipitação, pode ocorrer um envelhecimento e por consequência diminuição da dureza e da tenacidade [12].

Quando a soldagem é de multipasses cada região da ZTA sofre influência dos ciclos térmicos dos passes subsequentes podendo alterar e gerar inúmeras microestruturas. Consequentemente a dureza e a tenacidade também são alteradas [12].

A Figura 28 mostra a nomenclatura utilizada das regiões reaquecidas. A região 5, RGG, é a região de grãos grosseiros inalterados reaquecida acima de uma temperatura específica de crescimento de grão ou não reaquecida. A região de grãos refinados reaquecidos supercriticamente, RGRRS, é a região reaquecida acima de A_{c3} . A região de grãos grosseiros reaquecido intercriticamente, RGGRI, é a região reaquecida entre A_{c1} e A_{c3} . A RGGRS (região de grãos grosseiros reaquecidos subcriticamente) é a região reaquecida abaixo de A_{c1} [12].

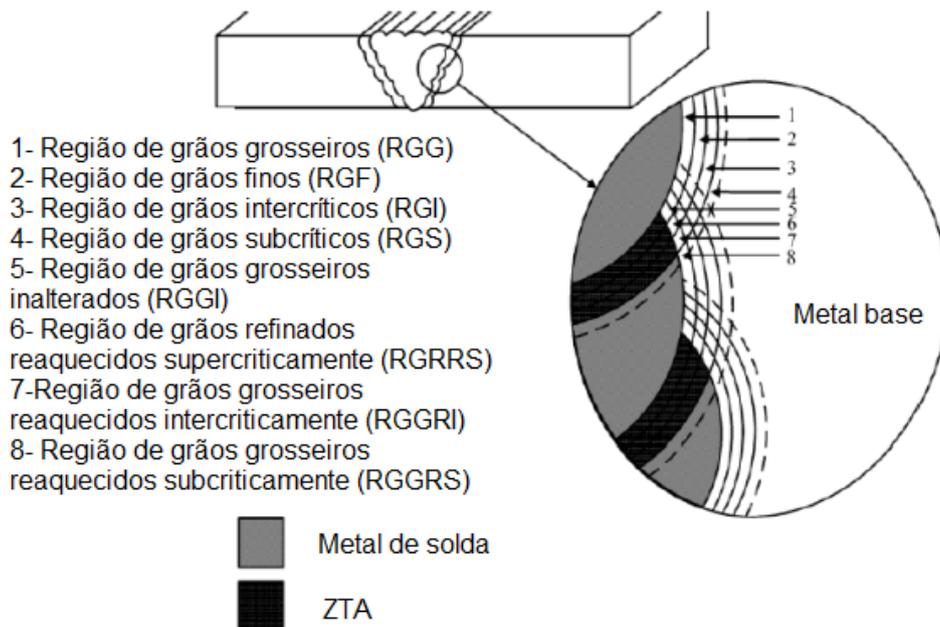


Figura 28-Diagrama esquemático dos constituintes da ZTA de uma solda multipasse. Adaptado de [36].

Partin [9] aponta que para não alterar as propriedades do aço 9%Ni na soldagem, deve-se utilizar o aporte térmico baixo e optar por soldagem multipasse. Utilizando baixo aporte de calor, o crescimento dos grãos será restrito bem como a zona afetada termicamente.

Em juntas soldadas de aço 9%Ni, a ZTA é composta majoritariamente por martensita revenida originada pelo reauecimento imposto pelos múltiplos passes e uma vez que a porcentagem de carbono é baixa, a martensita é caracterizada por possuir alta tenacidade, não sendo necessário tratamento pós soldagem [9].

A microestrutura tanto da solda quanto da ZTA é determinada pela taxa de resfriamento, especialmente em aços tratados termicamente. Yan e colaboradores [37] propuseram um diagrama de resfriamento contínuo da ZTA simulada, que está presente na Figura 29. Devido ao fato do aço 9%Ni ser muito temperável, é possível prever a partir da velocidade de resfriamento que, mesmo em taxas de resfriamento lentas a microestrutura resultante será martensítica.

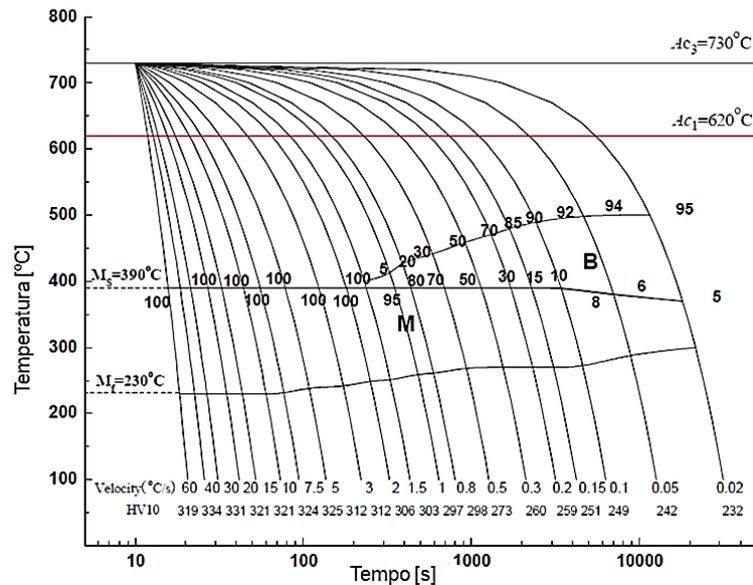


Figura 29 - Diagrama de resfriamento contínuo simulado da ZTA do 9%Ni [37].

Com o intuito de estudar a microestrutura da ZTA no aço 9%Ni, Nippes e colaboradores [13] realizaram simulações de ciclos térmicos na *Gleeble® Machine*. Por meio de dilatometria, utilizando alta taxa de aquecimento (350°C/s) e baixa taxa de resfriamento (3°C/s) foram extraídas as temperaturas críticas Ac_1 , igual a 618°C, Ac_3 igual a 666°C e Ms igual a 354°C.

Os ciclos térmicos de soldagem utilizados foram calculados utilizando os dados de estudos anteriores, para placas de 12,5 mm de espessura [38]. A temperatura inicial da placa foi de 22°C e as distâncias de 10,4; 7,9 e 7,4 mm da linha central da solda foram escolhidas para produzir as temperaturas de pico de 500°C, 1000°C e 1300°C respectivamente.

Nippes et al. [13] mostraram que a microestrutura da amostra submetida à temperatura de pico de 500°C não sofreu alterações significativas em relação ao tamanho de grão, dureza e energia de impacto quando comparadas ao metal de base. Porém, o volume de austenita, medido por difração de raios-x, reduziu de 9,4 para 3,9%.

O corpo de prova quando submetido a temperatura acima de Ac_3 , 1.000°C, apresentou refino de grão devido à transformação da ferrita em austenita durante o aquecimento. Por meio de medidas de microdureza, constataram que a microestrutura desta amostra foi completamente endurecida, no entanto a máxima dureza possível foi alcançada por 100% de transformação em martensita. Ao que tudo indica, a relativa baixa taxa de resfriamento associada com o ciclo térmico de 1.000°C não proporcionaram significativo revenimento da martensita [13].

A microestrutura do aço 9%Ni submetida ao ciclo térmico de 1.300°C foi completamente alterada. Os valores de microdureza medidos nesta amostra apresentaram valores um pouco abaixo dos avaliados à 1.000°C, porém bem maiores que os da condição do material como recebidos [13].

A Figura 30 mostra as microestruturas resultantes das amostras submetidas às temperaturas de pico de 500°C, 1.000°C e 1.300°C. Nota-se que a microscopia óptica não revela com detalhes a microestrutura das amostras simuladas, como quantidade e disposição de austenita e carbeto e, portanto, não mostrou ser uma boa ferramenta para caracterizá-la.

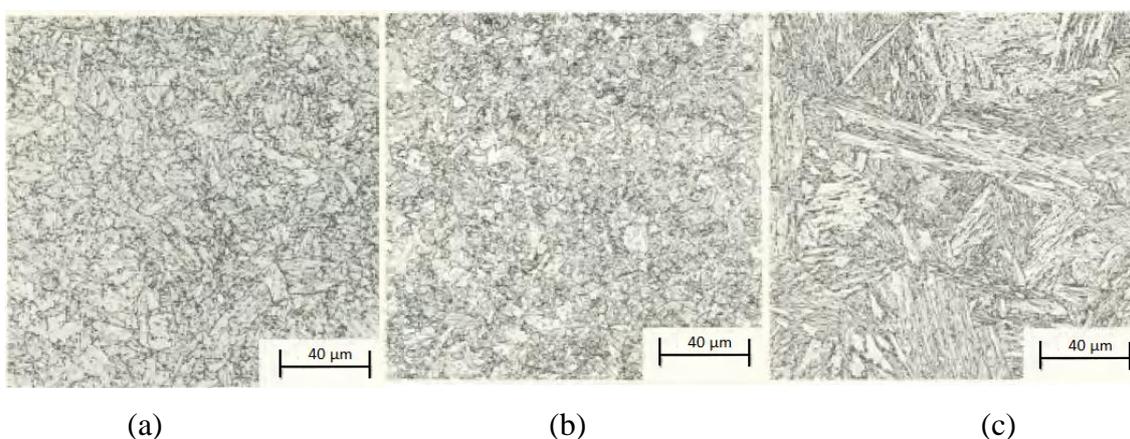


Figura 30 - Microestrutura das amostras submetidas às temperaturas de pico de 500°C (a), 1000°C(b) e 1300°C(c) [13].

Rodrigues [14], com o intuito de avaliar as transformações de fase das zonas termicamente afetadas simuladas, realizou simulações no equipamento Gleeble® XTMS com difração de raios-X síncrotron in situ no aço 9%Ni. Por meio de dilatométrica, utilizando taxa de aquecimento de 10°C/min foram extraídas as temperaturas críticas Ac_1 , igual a 541°C, Ac_3 igual a 711°C, M_i igual a 467°C e M_s igual a 338°C.

Foram realizados ciclos térmicos que simularam um e dois passes a fim de reproduzir as diferentes regiões da ZTA. As temperaturas de pico escolhidas para representar um passe foram, 1200°C (RGG), 900°C (RGF) e 600°C (RIC) [14].

As microestruturas referentes à região intercrítica (RIC-600°C), região de grãos finos (RGF-900°C) e região de grãos grosseiros (RGG-1200°C), foram avaliadas via microscopia óptica e eletrônica de varredura e estão presentes nas FigurasFigura 31Figura 32 Figura 33, respectivamente.

A microestrutura da condição da RIC não apresentou diferenças em relação à condição como recebido, sendo composta por ferrita e austenita reversa. Foi constatado também que os valores de energia de impacto, dureza e o aspecto da fractografia são muito próximos também, da condição como recebido [14].

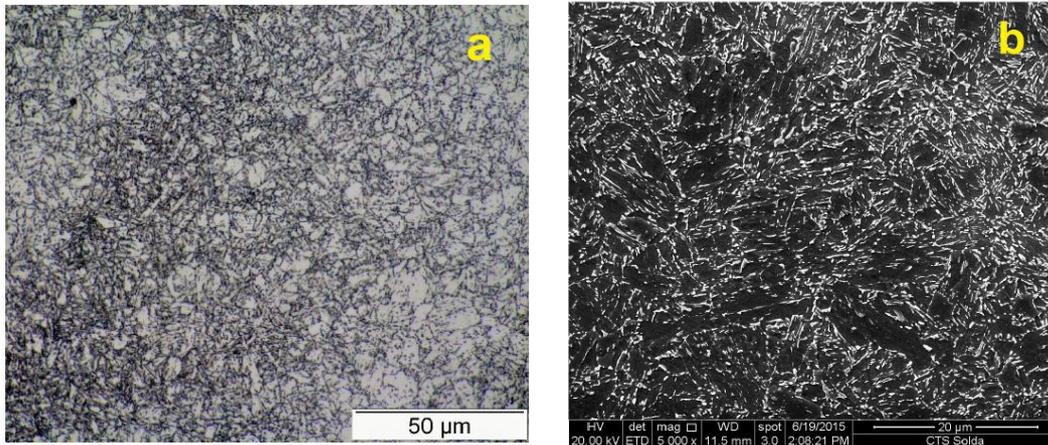


Figura 31 - Microestrutura do aço 9%Ni submetido a temperatura de pico de 600°C (RIC) [14]

A região de grãos finos (RGF) apresentou refino dos grãos com um aspecto mais bainítico do que martensítico. Os pontos claros são creditados à presença de cementita na bainita já que o percentual de austenita nesta condição é muito baixo. A dureza apresentou um pequeno aumento e a energia de impacto se mostrou menor do que a situação de RIC [14].

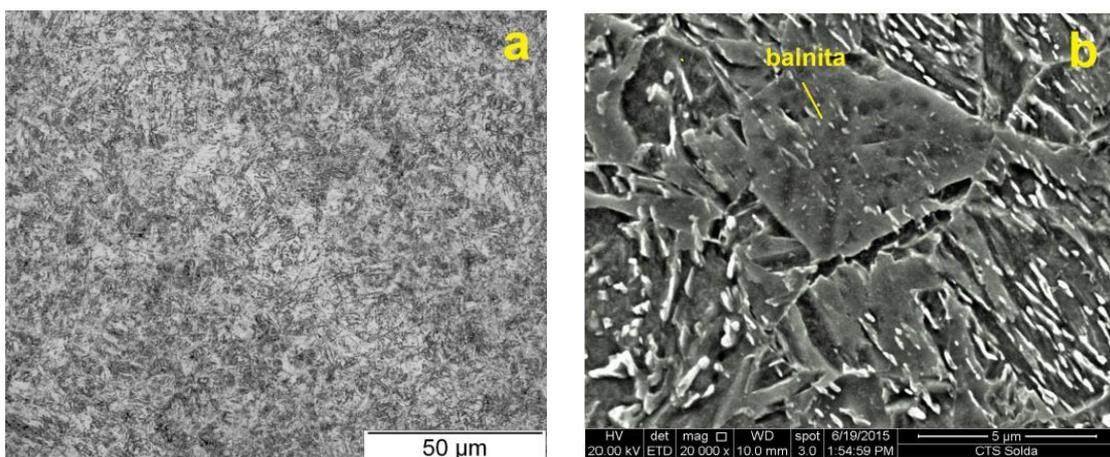


Figura 32 - Microestrutura do aço 9%Ni submetido a temperatura de pico de 900°C (RGF) [14].

A microestrutura da RGG é composta majoritariamente por martensita, com alguma bainita, e os grãos grosseiros são facilmente observados. Os valores de dureza e energia de impacto são pertos daqueles obtidos na RGF [14]. A Figura 33 (a) apresenta com detalhe a martensita reportada por Rodrigues [14] via microscopia óptica e em (b) via eletrônica de varredura.

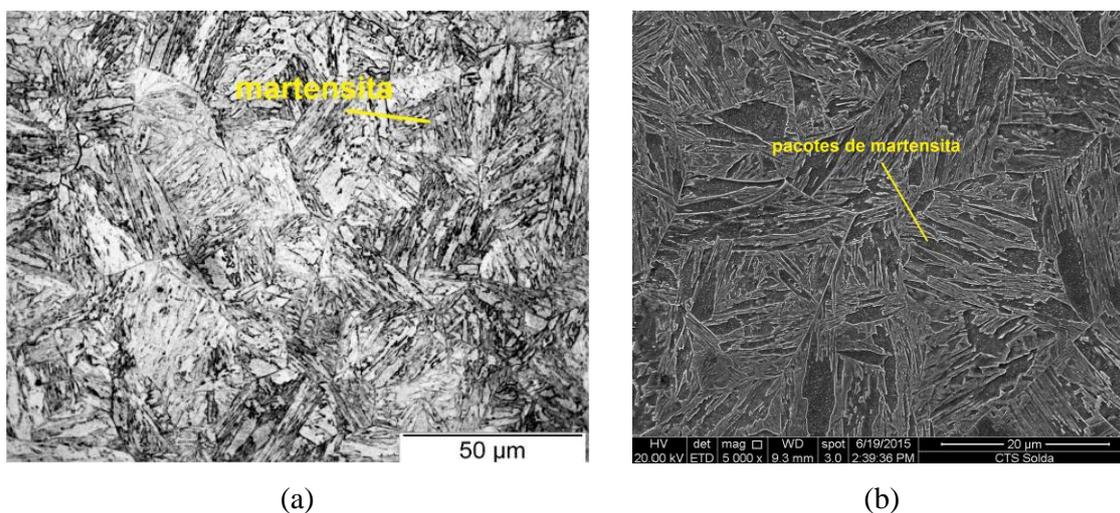


Figura 33 - Microestrutura do aço 9%Ni submetido a temperatura de pico de 1200°C (RGG) (a) micrografia via MO e (b) micrografias via MEV [14].

Rodrigues [14] ainda observou a presença do constituinte A-M na condição de revenido a 600°C e uma vez que este caso apresentou um dos maiores valores de energia de impacto em temperaturas criogênicas, o constituinte A-M pode não ser o único agente causador da fragilização ao revenido à 400°C.

O segundo ciclo de soldagem após o primeiro ciclo térmico ter sido conduzido à temperatura de pico de 1200°C, foi realizado às temperaturas de pico de 1200°C (região de grão grosseiro inalterada, RGGI), 900°C, (região de grão grosseiros reauecida na região de grão fino, RGGGF) e 600°C (região de grão grosseiro reauecida na região intercrítica, RGGIC) [14].

O difratograma das amostras simuladas nas condições de duplo ciclo, RGGI e RGGGF não apresentaram picos de austenita. Nem mesmo o aquecimento a 900°C no segundo ciclo levou a formação da austenita reversa. Contudo, toda a austenita se transformou em martensita no resfriamento [14].

A Figura 34 mostra os difratogramas das condições de RGGI e RGGGF.

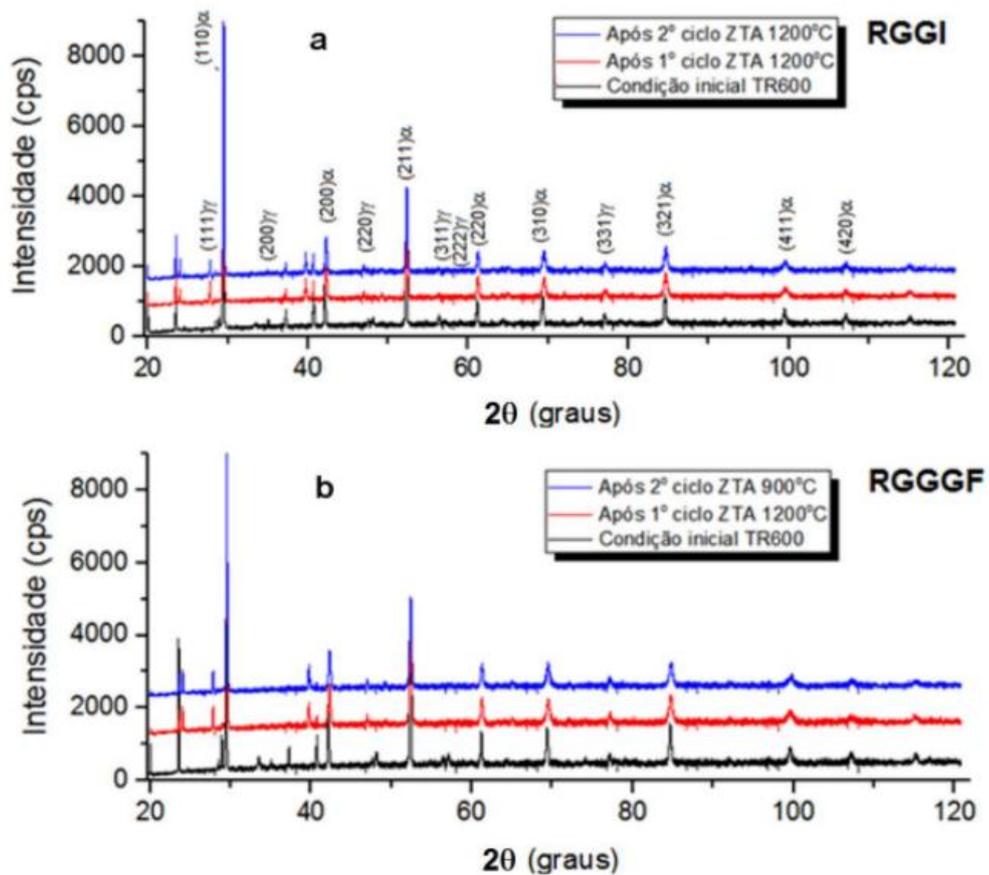


Figura 34- Difratoograma das condições RGGI e RGGGF [14].

Analisando o comportamento de cada ciclo em detalhe, Rodrigues [14] percebeu que já no primeiro ciclo térmico à 1200°C não houve formação da austenita, fato este que permaneceu após o segundo passe à 1200°C e 900°C, como mostrado na Figura 35.

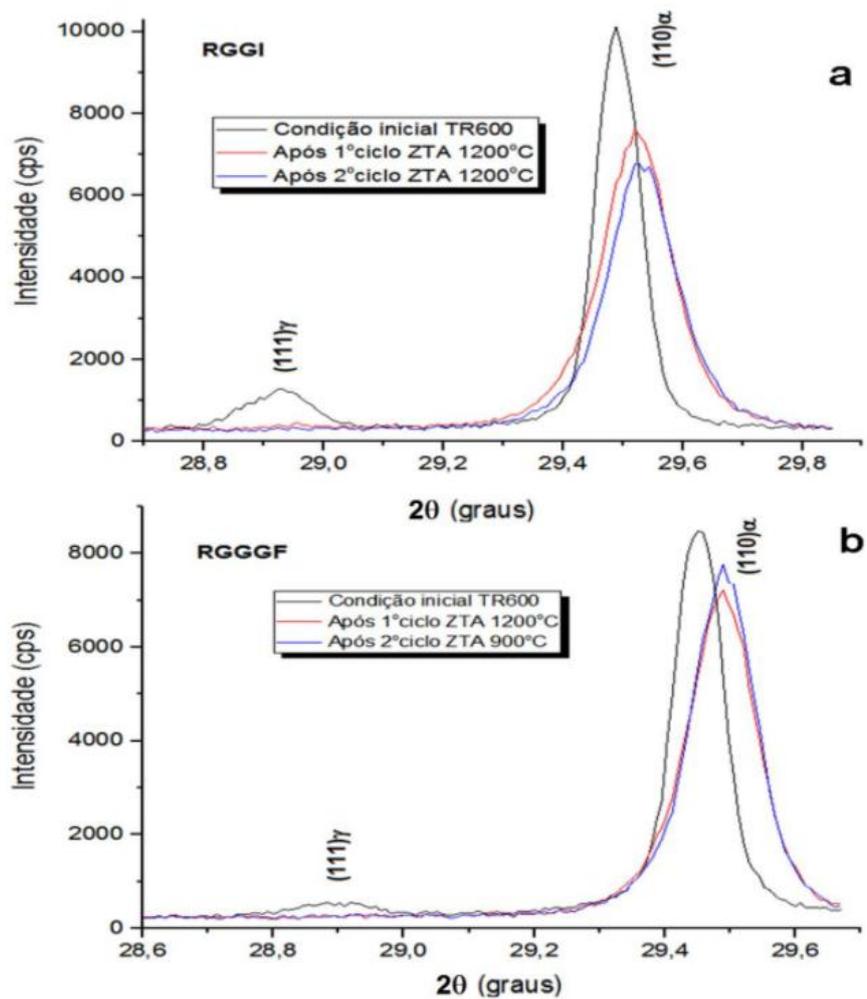


Figura 35 - Picos de difração da austenita(γ) e ferrita(α) para as amostras (a)RGGI e (b)RGGGF nas diferentes condições de ciclos térmicos [14].

Já na condição de RGGIC, Figura 36, o processo de reversão da austenita foi observado durante o segundo ciclo de aquecimento simulado à 600°C, sendo confirmado na Figura 37.

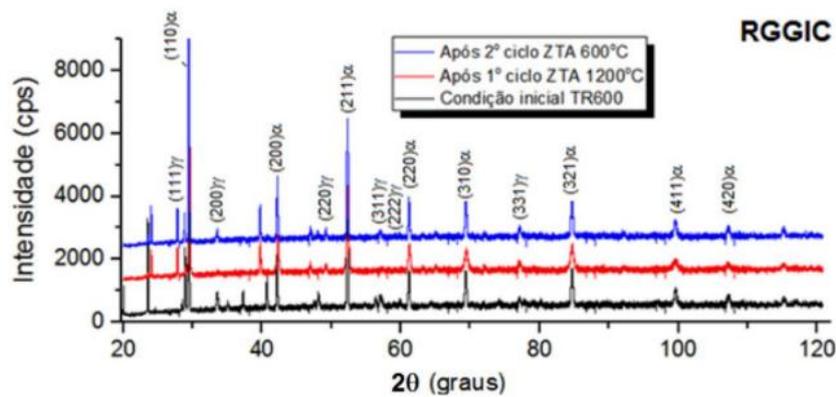


Figura 36- Difratoograma da condição de RGGIC [14].

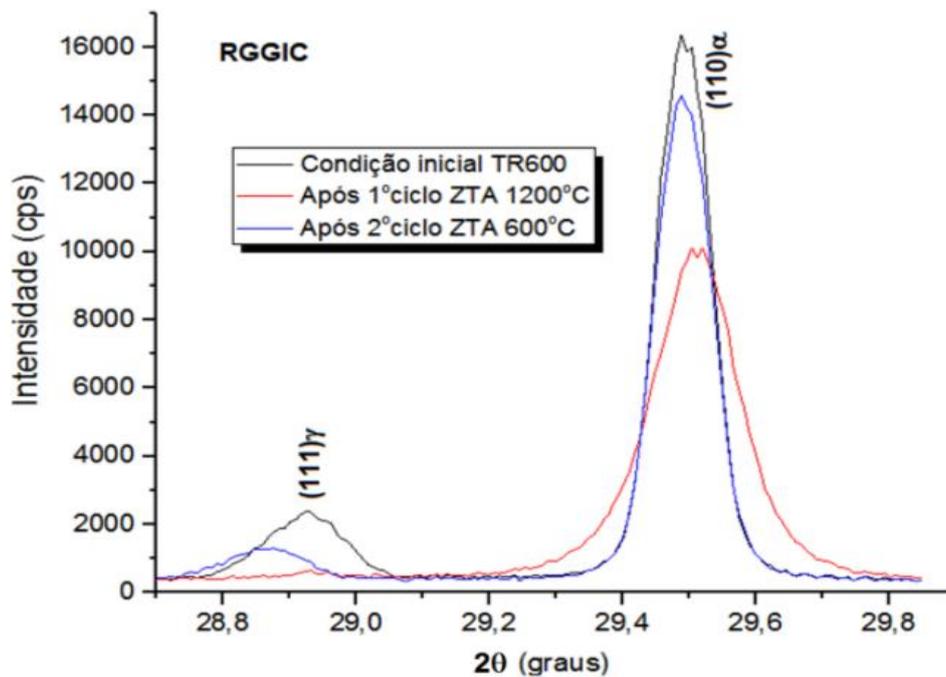


Figura 37 - Picos de difração da austenita(γ) e ferrita(α) para as amostras RGGIC nas diferentes condições de ciclos térmicos [14].

Este fato deve ter ocorrido, pois, quando a amostra foi submetida ao primeiro ciclo, à 1.200°C, o tempo para a austenita redistribuir o carbono e o níquel não foi suficiente e o reaquecimento à 600°C propiciou condições termodinâmicas favoráveis para uma nova nucleação da austenita [14].

Rodrigues [14] ainda presumiu que as partículas claras presentes nas imagens microscopia eletrônica de varredura das amostras de simulação da ZTA fossem austenita. Ao quantificá-las, encontrou valores muito acima do esperado, indicando que a contagem foi superestimada. Porém, como os carbeto não foram diferenciados,

presume-se que a análise levou em consideração os carbeto e austenita e desta forma a quantificação por imagem somente da austenita não pôde ser conduzida.

Pereira [15] também se propôs a estudar as diferentes microestruturas da ZTA do aço 9%Ni com o intuito de avaliar o seu comportamento em relação ao efeito da fragilização por hidrogênio.

Foi utilizado o sistema Gleeble® 3800 e foi seguido o modelo de Rikalyn 3D para a simulação dos ciclos térmicos e o modelo de Rosenthal para obter as distâncias das temperaturas de pico de cada região da ZTA em relação à linha de fusão. O aporte de calor adotado foi de 2,5KJ/mm, com taxa de aquecimento de 150°C/s e com tempo de permanência de 1 segundo na temperatura de pico [15].

As temperaturas de pico para a análise das regiões da ZTA foram escolhidas de acordo com o diagrama de equilíbrio Fe-Ni (Figura 1) onde Ac_1 e Ac_3 , são 345°C e 720°C, respectivamente.

As temperaturas de transformação foram retiradas do *Atlas of continuous cooling transformation diagrams for engineering steels, da Brithish Steel Company* e por meio do diagrama TTT para o aço 9%Ni, em que o material foi aquecido até a temperatura de 790°C e então resfriado à taxa de 500°C/min. M_i , M_f , Ac_1 e Ac_3 foram definidas como 340°C, 135°C, 520°C e 720°C, respectivamente.

As regiões da ZTA foram simuladas considerando apenas um único passe de soldagem. Desta forma as temperaturas de pico escolhidas foram: 1450°C referente à região próxima à linha de fusão (RLF), 1250°C, à região de grãos grosseiros (RGG), 1000°C, à região de grãos finos (RGF), 750°C à região Intercrítica (RIC) e 400°C, à região subcrítica (RSC) [15].

A Figura 38 mostra as temperaturas das curvas de resfriamento dos ciclos térmicos para cada temperatura de pico. As temperaturas de transformação obtidos do diagrama TTT foram adicionadas como referência para as fases formadas em cada ciclo térmico.

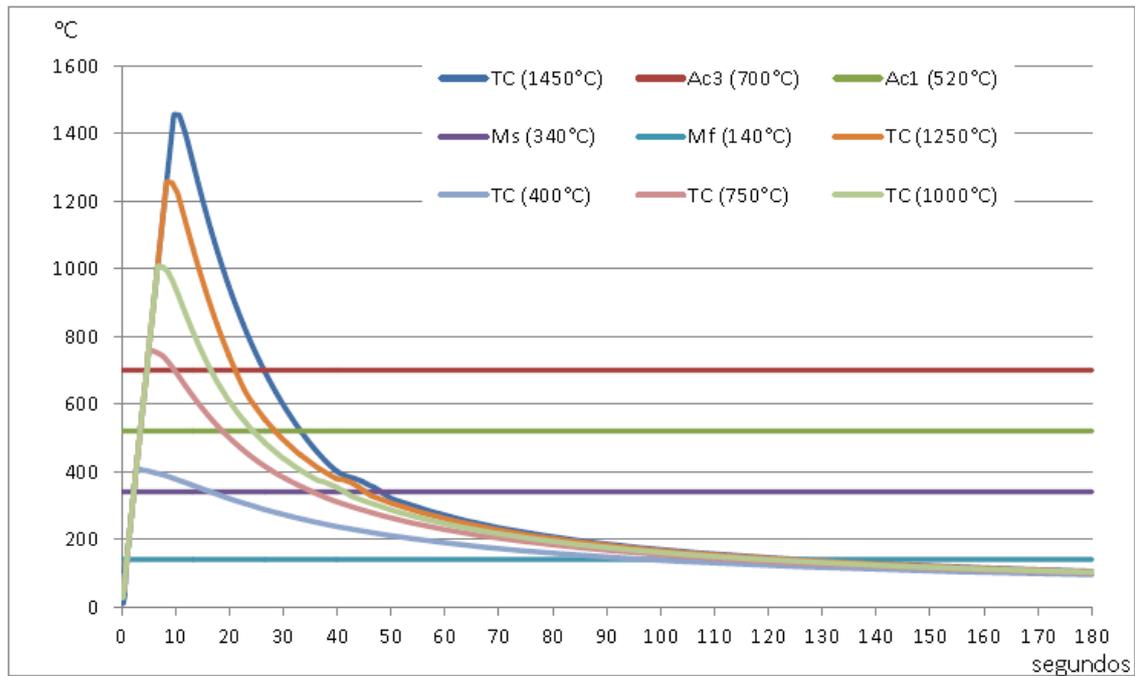


Figura 38 - Ciclos térmicos simulados na Gleeble [15].

As análises microestruturais foram realizadas por meio de microscopia óptica e eletrônica de varredura.

Segundo Pereira [15], a microestrutura resultante dos corpos de prova submetidos à temperatura de pico acima de Ac_3 é composta majoritariamente por martensita na forma de pacotes que cresceram a partir do contorno de grão da austenita e que também é limitada por ele.

A temperatura de pico de 750°C foi considerada neste trabalho como região intercrítica, porém ela corresponde à região de grãos finos uma vez que está acima da Ac_3 considerada, de 720°C . A sua microestrutura confirma esta posição uma vez que é composta majoritariamente por martensita. Fica evidente a importância da realização da dilatométrica com as condições de soldagem (altas taxas de aquecimento e baixas taxas de resfriamento) para a correta determinação das temperaturas de transformação, Ac_1 e Ac_3 para determinar com precisão a localização correspondente de cada temperatura de pico, acima de Ac_3 , abaixo de Ac_1 ou situada entre elas.

A microestrutura da amostra submetida à temperatura de pico de 1450°C apresentou tamanho de grão austenítico maior do que a 1250°C , o que já era de ser esperado pois quanto maior temperatura de pico maior é a energia fornecida para o grão da austenita crescer. A Figura 39 mostra a comparação do grão austenítico entre as temperaturas de pico de 1450°C e 1250°C .

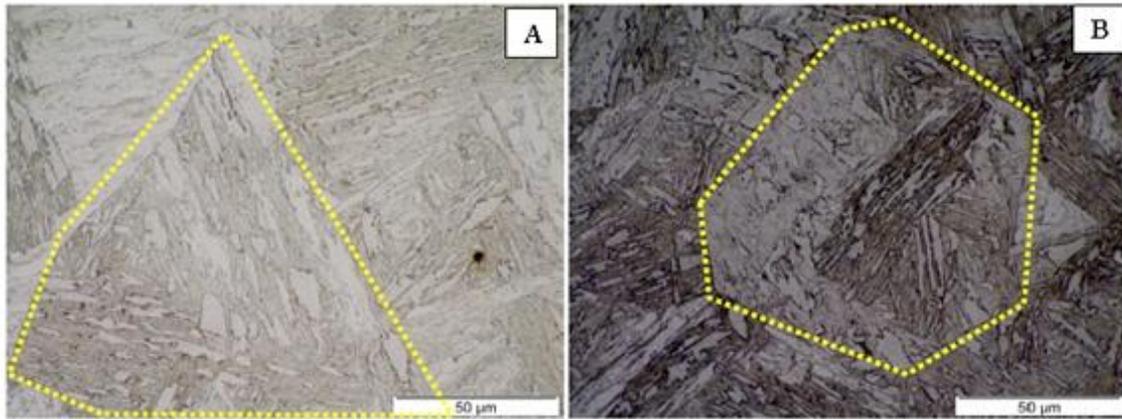


Figura 39 - Comparação entre as temperaturas de pico 1450°C (A) e 1250°C (B) [15].

As micrografias da Figura 40 apresentam os pacotes de martensita formados a partir do contorno de grão da austenita. Contudo nota-se que quanto maior a temperatura de pico, maior é o tamanho de grão austenítico e maiores são os blocos de martensita formados durante o resfriamento [15].

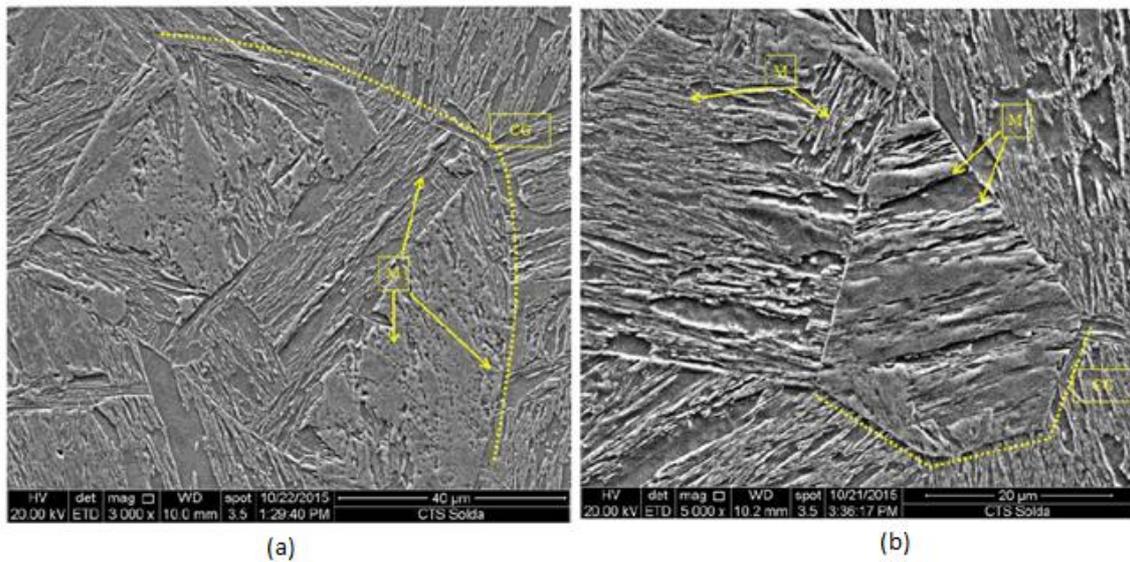


Figura 40 - Microestrutura analisada no MEV nas Tps de 1400°C (A) e 1250°C(B). Nital 2% [15].

A Figura 41 apresenta as análises das Tps de 1.000°C, 750°C e 400°C observadas no microscópio óptico. Observa-se que as microestruturas à 1.000°C e 750°C são semelhantes, apresentando grãos finos. A amostra submetida à Tp de 400°C, não apresentou diferença significativa em relação ao metal de base, pois não ultrapassou a temperatura Ac_1 .

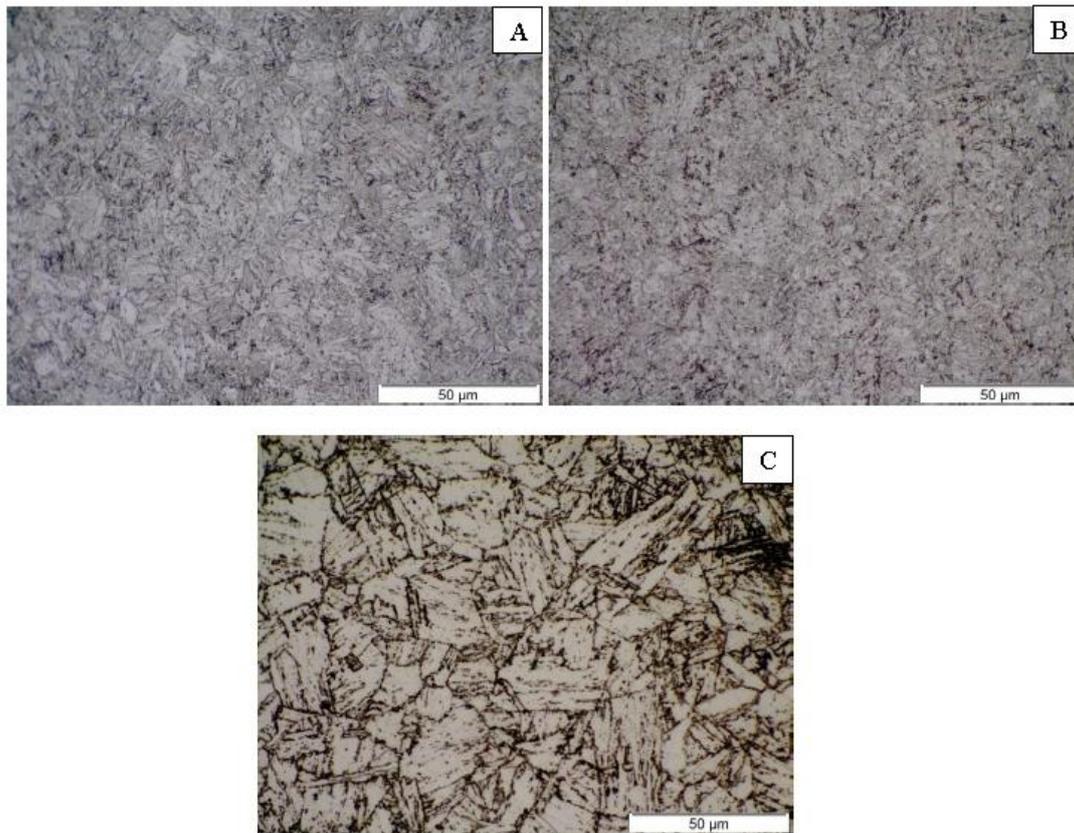


Figura 41 - Análise metalográfica via MO nas Tps de 1000°C(A), 750°C(B) e 400°C(C). Nital 2%. Aumento de 1.000X [15].

A dureza da amostra simulada na Tp de 1.000°C é maior do que a das Tp de 1.450°C e 1.250°C, pois, durante o resfriamento, a martensita tem dificuldades de crescer uma vez que é limitada pelo pequeno contorno de grão austenítico e assim se dá o surgimento sucessivo de novas agulhas de martensita. Logo, a resistência mecânica é maior neste caso. O mesmo ocorre à temperatura de pico de 750°C [15].

Na avaliação da microestrutura da amostra simulada na temperatura de pico de 400°C, Figura 42-c, Pereira [15] notou indício de precipitação de carbeto no contorno de grão da austenita prévia e nas agulhas finas de martensita e ele sugeriu que os pontos mais claros podem ser designados por austenita residual. Esta amostra apresentou dureza baixa, o que está em conformidade com o estudo de Nippes, em que a dureza diminui devido ao revenimento da martensita na Tp de 500°C.

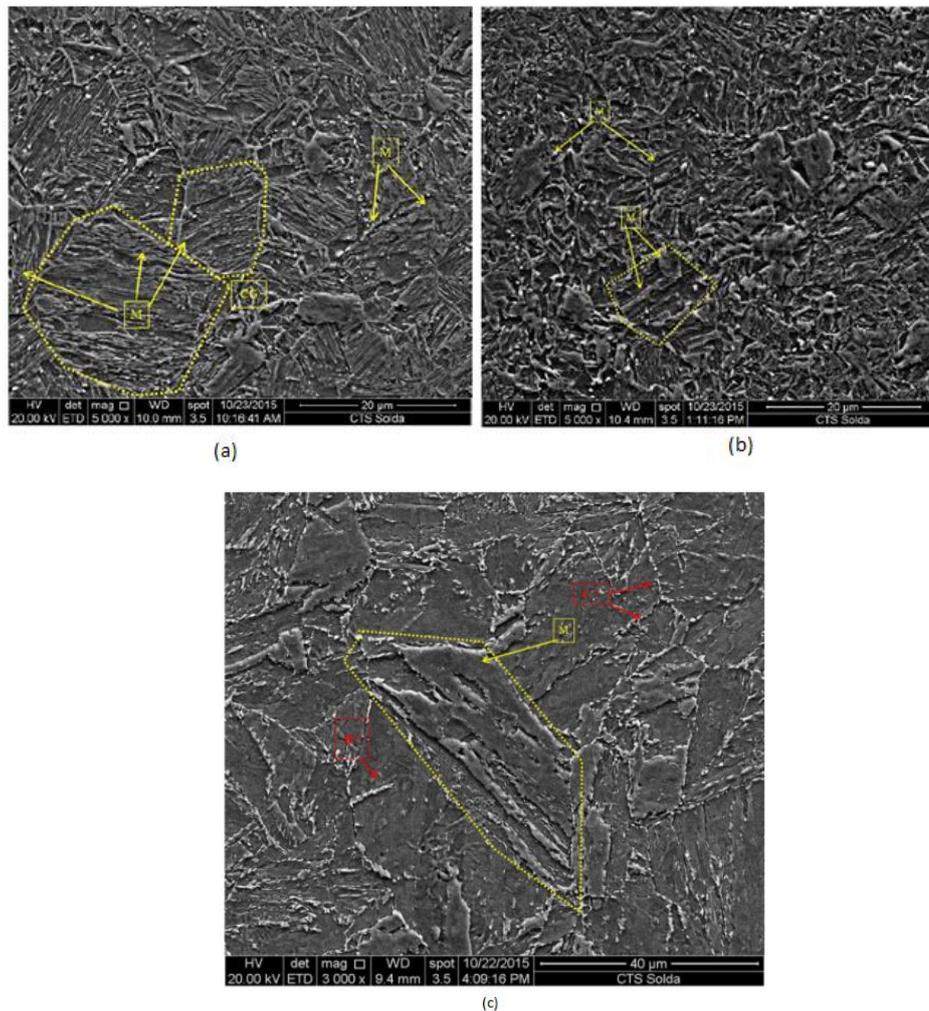


Figura 42 - MEV das Tps de 1000°C(a), 750°C(b) e 400°C(c). Nital 2% [15].

As temperaturas de transformações M_i , M_f , A_{c1} e A_{c3} foram definidas como 340°C, 135°C, 520°C e 720°C respectivamente. Pode-se observar pelo gráfico da Figura 38 que as taxas de aquecimentos foram iguais, o que demonstra coerência com a premissa adotada de 150°C/s. As temperaturas de pico mais elevadas tiveram uma curva de resfriamento mais acentuada. Ainda, as Tps iguais a 1450°C, 1250°C, 1000°C e 750°C se encontram acima de A_{c3} e portanto, foram austenitizadas completamente.

2.4. Simulação de soldagem

Os processos de soldagem são complexos uma vez que envolvem ciclos térmicos de aquecimento e resfriamentos rápidos. Atualmente, diversos autores vêm recorrendo à simulação matemática e ou computacional, para prever a influência dos fluxos de calor

impostos no metal de solda e no metal de base (zona termicamente afetada) durante os processos de soldagem [13,14,15,18,38,39,40].

Diante das alterações microestruturais no metal de base decorridas do processo de soldagem e da necessidade de compreendê-las bem, a simulação computacional tem sido aliada à simulação termomecânica e vem se tornando uma excelente alternativa para reproduzir uma região ou um ponto específico da ZTA em uma amostra real, em uma área muito maior do que a observada na junta soldada [13-15]. A descrição mais detalhada da simulação computacional e termomecânica estão presentes nos itens a seguir.

2.4.1. Simulação computacional

Os processos de soldagem envolvem análises físicas complexas e diante disto houve a necessidade de criar modelos numéricos que descrevessem o comportamento do sistema para facilitar o seu entendimento e diminuir os custos com a produção [18].

Rosenthal e Rykalin no final dos anos 30 baseados na teoria de Fourier, propuseram equações de fluxo de calor em movimento em soldagem levando em consideração as propriedades físicas, a espessura do metal a ser soldado e os principais parâmetros de soldagem tais como temperatura de preaquecimento, energia e o próprio processo de soldagem. No modelo de Rosenthal, um sistema de coordenadas é fixado sobre a fonte da solda onde a origem dos eixos é o ponto entre o arame e a peça a ser soldada e o sistema se move à medida que a fonte produz o cordão de solda. Rosenthal assumiu sistema estacionário e temperatura infinita na fonte de calor. A curva é construída levando em consideração o aporte térmico, a temperatura de pré-aquecimento, velocidade de soldagem, distância do ponto da ZTA até o centro do cordão de solda e a eficiência do arco [16]. É reportado na literatura que este modelo está sujeito a erros quando se trata de temperaturas próximas à linha de fusão e da zona termicamente afetada uma vez que não leva em consideração a correta distribuição de calor no arco e adota fonte de calor com temperatura infinita [18,39,40].

O modelo de Rykalin adota a fonte de calor perpendicular ao eixo da solda e considera as propriedades como a condutividade térmica, a densidade e o calor específico do material que está sendo ensaiado, porém não leva em consideração as suas variações com a temperatura. A curva é levantada considerando a temperatura de pico, o

aporte térmico, a temperatura de pré-aquecimento, a taxa de aquecimento e a espessura da chapa [17].

Para contornar os problemas relacionados à previsão de fluxo de calor obtida pelos modelos matemáticos, têm-se optado pela utilização de elementos finitos devido a sua maior precisão, que leva a uma reprodução mais fiel da realidade mediante os parâmetros variados de processo de soldagem [40]. Com o avanço da tecnologia, programas computacionais puderam ser desenvolvidos, como por exemplo, o Syswerd®, que utiliza o modelo de fonte de calor móvel no formato de duplo elipsóide Goldak [39] que apesar de ser uma abstração simples da complexa interação de físicas envolvidas na soldagem a arco apresenta boa capacidade representar diferentes processos de soldagem.

2.4.2. Simulação termomecânica

O uso de simuladores termomecânicos vem sendo adotados por diversos autores para replicar condições de processos reais tais como laminação a frio e ou a quente, forjamento, fusão e soldagem (simulação de zona afetada pelo calor em passe único ou em multipasses) [14,15,38]. Nippes e Savage [38] foram os pioneiros no uso do simulador termomecânico *Gleeble* para avaliar a microestrutura da ZTA em amostras de impacto Charpy entalhados.

O principal objetivo da simulação termomecânica é reproduzir de maneira fiel os processos físicos e mecânicos de um material, para obter a mesma microestrutura e propriedades mecânicas alcançadas de quando ele é submetido ao processo real [41].

O aquecimento no sistema *Gleeble* é realizado por efeito Joule e por condução, e a taxa de aquecimento pode chegar até 10.000°C/s. A amostra é posicionada entre garras de cobre que são responsáveis pelo resfriamento da peça. A Figura 43 mostra uma ilustração esquemática da disposição da amostra no servo hidráulica da *Gleeble* [41].

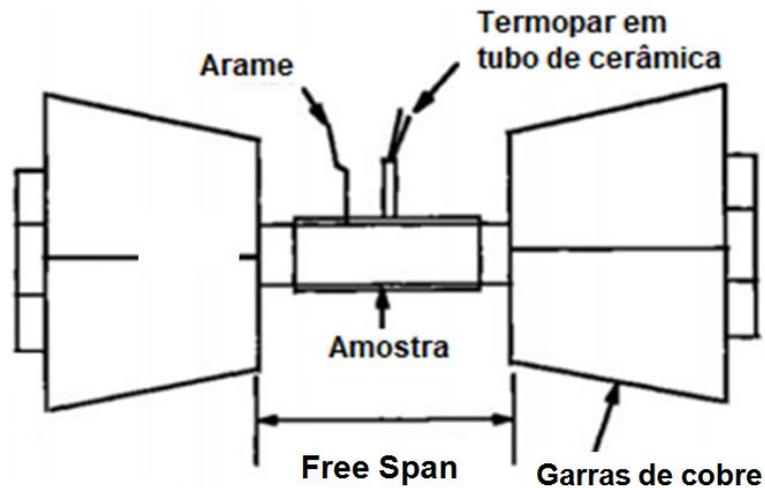


Figura 43 - Ilustração esquemática dos principais componentes da Gleeble [41].

Durante o aquecimento a corrente flui na direção axial do corpo de prova gerando planos isotérmicos na região aquecida. Durante o resfriamento, as garras de cobre auxiliam na obtenção precisa de altas taxas de resfriamento, pois possuem alta condutividade térmica. Também pode ser utilizado gás inerte, água e ou nitrogênio líquido para aumentar a refrigeração. A temperatura pode ser monitorada por meio de termopar ou pirômetro [42].

O centro da amostra experimenta a temperatura máxima pois é o ponto mais afastado das garras. Quanto mais próximo um ponto da amostra estiver da garra de cobre, menor é a temperatura de pico atingida. Desta forma, o *free span* (distância entre as garras de cobre) apresenta um perfil isotérmico e, quanto maior ele for, maior é a área útil alcançada, ou seja, maior a área submetida à mesma temperatura de pico (com variação máxima de 10°C), conforme apresentado na Figura 44. A região da amostra que está em contato direto com a garra se mantém em temperatura ambiente devido à eficiência do resfriamento das garras. É possível também utilizar extensômetros e dilatômetros para testes precisos de dilatação e deslocamento [41].

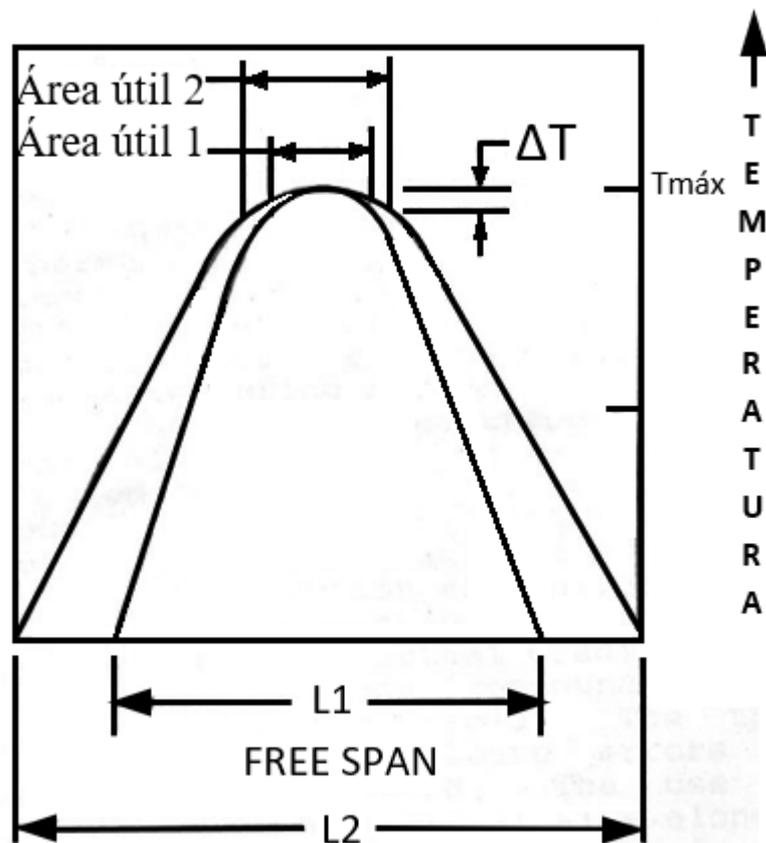


Figura 44 - Gradiente térmico ao longo do comprimento da amostra e suas respectivas áreas úteis para dois Free Span diferentes. Adaptado de [44].

2.5. Difração de raios-x (DRX)

A técnica de difração de raios-x (DRX) representa o fenômeno de interação entre um feixe incidente de raios-x e os elétrons dos átomos componentes de um material, em que a detecção dos fótons difratados constitui o feixe difratado [45-47].

Segundo Jenkins e Snyder [45], os fótons de raios X após colidirem com o elétron da amostra muda sua trajetória, mas mantém o mesmo comprimento de onda da radiação incidente. Se os átomos que geram este espalhamento estiverem arranjados de maneira sistemática, como em uma estrutura cristalina, pode-se verificar que as relações de fase entre os espalhamentos se tornam periódicas. Com isso, o fenômeno de difração de raios-X é observado em vários ângulos de incidência do feixe desde que seu comprimento de onda λ , seja da ordem de grandeza das distâncias entre os centros espalhadores $-d$, como resultado de uma interferência construtiva e ocorrendo nas

direções de espalhamento que satisfazem a Lei de Bragg, como mostra a Figura 45. A Lei de Bragg é expressa pela Equação:

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

onde, λ corresponde ao comprimento de onda da radiação incidente, “n” à ordem de difração (número inteiro), “d” à distância interplanar para o conjunto de planos hkl da estrutura cristalina e θ ao ângulo de incidência dos raios X (entre o feixe incidente e os planos cristalinos [47]).

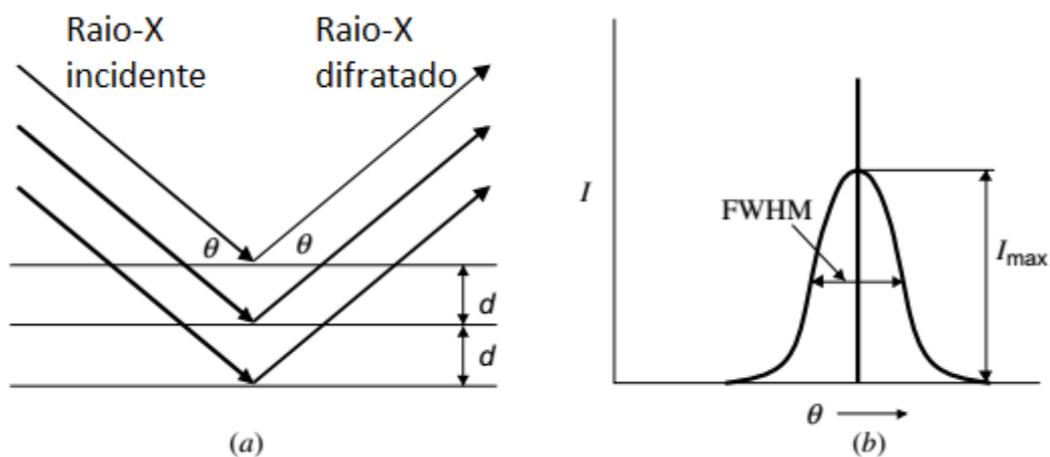


Figura 45- Os raios-X incidentes e os raios X refletidos fazem um ângulo θ , simétrico ao normal do plano de cristal (a). O pico de difração é observado no ângulo θ de Bragg (b) [47].

Cada sólido cristalino possui um arranjo de átomos ordenados e únicos, ou seja, cada cristal possui características específicas de espaçamento interplanar, planos de difração, propriedades da célula unitária do cristal e padrão de difração. Desta maneira os feixes difratados possibilitam a identificação dos compostos cristalinos por meio das posições angulares e intensidade relativa dos feixes. Ao realizar uma varredura na amostra em uma faixa de ângulo 2θ , irá aparecer um pico de intensidade referente à austenita e ferrita, por exemplo, nos seus ângulos correspondentes [45-47].

A técnica de difração de raios-x pode ser usada para identificação de fases, determinação de parâmetros da célula unitária, estudos relacionados a transformação de fases em temperaturas elevadas, avaliação de tensão residual e avaliação de textura [45-47].

2.6. MET

A microscopia eletrônica de transmissão (MET) é uma ferramenta fundamental para caracterização de materiais já que permite não só visualizar a morfologia como também permite identificar defeitos, estrutura cristalina, relações de orientação entre fases, entre outros. É um instrumento poderoso para análise química, qualitativa e quantitativa, com alta resolução espacial [48].

O microscópio eletrônico de transmissão consiste em uma coluna de alto vácuo que contém um canhão de elétrons e um conjunto de lentes eletromagnéticas, uma lente objetiva, lentes intermediárias e uma lente protetora. As lentes controlam o foco, intensidade de iluminação e magnificação [48].

O MET é utilizado para a caracterização de materiais em escala nanométrica e ou subatômica. Por meio dele obtêm-se imagens de altíssima resolução, atingindo entre 0,8 e 2,2 Å [48]. Os feixes de elétrons atravessam uma amostra fina, os feixes transmitidos e difratados são detectados e assim as imagens são formadas [48].

Para a formação de imagens a partir de sistema de iluminação de feixe paralelo existem três mecanismos de contraste no MET. O contraste de absorção, para amostras amorfas, onde os elétrons são espalhados elasticamente. O contraste de fases, obtido pelo contraste da interferência de ondas de elétrons difratados espalhados e por último, o contraste por difração, o mais utilizado para formação de imagens em materiais cristalinos, metálicos ou não metálicos. Uma vez que os elétrons possuem comprimento de onda pequeno, a difração dos feixes sai quase rasante aos planos difratantes, a depender da orientação dos planos da amostra, haverá contraste. No contraste por difração temos dois modos de formação de imagem: campo escuro, formado pelos elétrons difratados e o campo claro, formado pelos elétrons transmitidos [48].

No modo de operação STEM (*scanning transmission electron microscopy*) o sistema de iluminação usado é convergente, ou seja, forma um feixe pontual que varre a amostra e a inclinação não varia. Nas imagens de alta resolução, por exemplo, posições reais de colunas atômicas são detectadas, o que já não é possível na microscopia eletrônica no modo em paralelo, na qual se tem uma maior área para ser analisada e as reais posições dos átomos são dificultadas pelo padrão de interferência gerado [48].

A preparação das amostras analisadas por MET é uma etapa fundamental para o sucesso da análise pois a probabilidade que um elétron incidente em uma amostra tem de sofrer colisões com os seus átomos é proporcional ao trajeto percorrido. Sendo assim

as amostras devem ser finas o suficiente para que a chance de interação (colisões) se mantenha pequena. A espessura das amostras deve variar entre 500 e 5000Å, dependendo do material e da tensão aplicada [49].

As amostras de espessura pequena para análise no MET podem ser preparadas das seguintes maneiras: réplicas, folhas finas.

A réplica é uma técnica que se baseia na deposição de uma fina camada sobre a superfície da amostra, que em seguida é retirada ou por lavamento ou por dissolução do substrato. Usam-se polímeros (dissolvidos em solventes orgânicos), deposição de carbono por evaporação em vácuo, ou ainda óxidos, por anodização do alumínio. São utilizados principalmente para a análise de metais e superfícies fraturadas [49].

O método de folhas finas foi utilizado neste trabalho e nele, os metais possuem dimensões de um disco de 3 mm de diâmetro e a região a ser analisada deve possuir uma espessura da ordem de 100 nm, de modo que seja transparente ao feixe de elétrons. O processo de preparação deve se dar de forma que preserve as características da amostra maciça, sem modificar a mesma [49].

O corte é realizado por serras especiais ou eletroerosão, para se obter uma fatia fina da amostra. Em seguida, fabrica-se um disco de 3 mm de diâmetro, com um punhão em tubo similar a um furador de papel. Por processos abrasivos, obtém uma espessura da ordem de 10 a 1 µm. A seção transparente aos elétrons, de espessura da ordem de 100 nm, é geralmente obtida por ataque eletroquímico, mas podem ser utilizados abrasão e feixe de íons para realizar o furo e obter a espessura necessária [49].

2.7. Dilatometria

A dilatometria é uma técnica utilizada para medir as propriedades térmicas dos materiais. Monitora-se o comportamento volumétrico dos aços de acordo com a temperatura em que estão sendo submetidos e as temperaturas de início e fim de formações das fases podem ser extraídas. Este ensaio se baseia em acoplar um extensômetro ao aço na região de direção do aquecimento e registrar os comprimentos atingidos à medida que este é aquecido. Forma-se um gráfico entre a variação de volume versus a temperatura ($dV/V_0 \times T$) e as inflexões observadas referentes as expansões e contrações do material são diretamente relacionadas com as fases formadas no aquecimento e no resfriamento. Ao aquecer um aço que na temperatura ambiente possui microestrutura ferrítica, cúbica de corpo centrado, por exemplo, este se

transforma em uma estrutura mais compacta, cúbica de faces centrada, e uma contração volumétrica do aço e sua temperatura de formação é esperada [50,51].

2.8. Magnetometria de amostra vibrante

A Magnetometria de Amostra Vibrante (Vibrating Sample Magnetometry, VSM), é uma técnica que permite aferir medidas magnéticas precisas, possui baixa fonte de erros, é de simples manuseio e de baixo custo. No equipamento VSM, a amostra é presa na extremidade de uma haste rígida, que por sua vez é posicionada em um vibrador. Em seguida, é aplicado um campo magnético perpendicular à direção de vibração da amostra, como ilustra a Figura 46 [52].

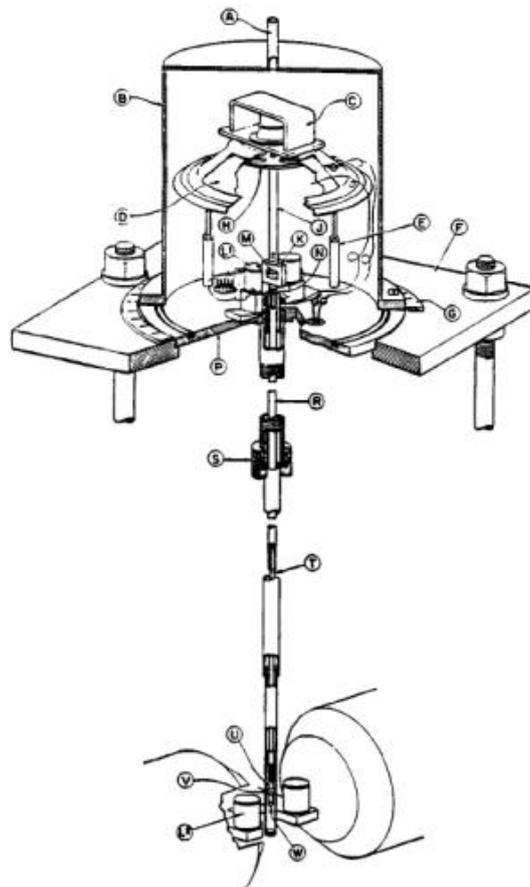


Figura 46 - Desenho esquemático de um magnetômetro de amostra vibrante. Adaptado de [52].

Quando a amostra vibra em certa frequência f , uma voltagem é induzida nas bobinas coletoras. Como esta voltagem está diretamente relacionada com o momento magnético,

este aparato permite que uma variação de fluxo magnético da amostra seja detectada nas bobinas [53].

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Este tópico apresenta a metodologia que foi aplicada para caracterização da zona termicamente afetada do passe de acabamento, referente à influência de um único passe na junta do aço 9%Ni, soldada pelo processo GMAW. Este processo foi escolhido por se tratar de uma técnica amplamente utilizada e de fácil operação, o que permite um monitoramento mais confiável dos reais parâmetros de soldagem. Serão expostos os procedimentos adotados para a etapa de simulação computacional no *software* Sysweld® e simulação termomecânica na *Gleeble Machine*®. Serão apresentadas as técnicas de caracterização microestrutural utilizadas nos diferentes ciclos térmicos ensaiados, referentes às regiões da ZTA.

As amostras de simulação da ZTA foram obtidas por meio de corte abrasivo (Isomet) para evitar que possíveis alterações microestruturais pudessem ser induzidas durante o seccionamento, como por exemplo, transformação da austenita em martensita por deformação mecânica.

3.1 Materiais

Para o desenvolvimento deste trabalho uma junta tubular circunferencial de topo com 219,1 mm de diâmetro nominal, 31,7 mm de espessura e comprimento de 300,1 mm de um aço 9% níquel temperado e revenido (classificação ASTM A333 Gr.8) foi soldada nos passes de raiz e reforço da raiz com o processo GTAW (Gas Tungsten Arc Welding), com o equipamento da Miller modelo PIPEWORKX 400 e os passes de enchimento e acabamento foram realizados pelo processo GMAW (Gas Metal Arc Welding), com o equipamento da Kemppi modelo PRO 420. O metal de adição utilizado foi a liga de níquel 625 (classificação AWS A5.14 ER NiCrMo-3).

O tratamento térmico utilizado na fabricação do aço 9%Ni foi o de têmpera e revenido, onde o metal foi elevado à temperatura de $800 \pm 15^\circ\text{C}$ e temperado em água. O revenido foi realizado entre as temperaturas intercríticas de $565\text{-}605^\circ\text{C}$ de forma a garantir a presença de austenita reversa estável.

A composição química do aço 9%Ni como recebido está presente na Tabela 5:

Tabela 5 - Composição do aço 9%Ni como recebido.

Composição química (% peso)					
C	Ni	Mn	Si	Mo	Al
0,061	9,70	0,607	0,279	0,142	0,0218

A Figura 47 (a) e (b) apresenta o croqui do chanfro da junta soldada e a distribuição dos seus passes de solda. Pode-se observar que na soldagem de múltiplos passes, a maior parte da extensão da ZTA sofreu influência de mais de um ciclo térmico, salvo o passe de acabamento. Desta forma para avaliar as mudanças microestruturais do aço 9%Ni em relação aos ciclos térmicos sofridos por um cordão de solda, somente o passe de acabamento foi alvo do estudo. A ZTA do passe 28 foi escolhida para análise. A Tabela 6 apresenta os parâmetros do processo da soldagem.

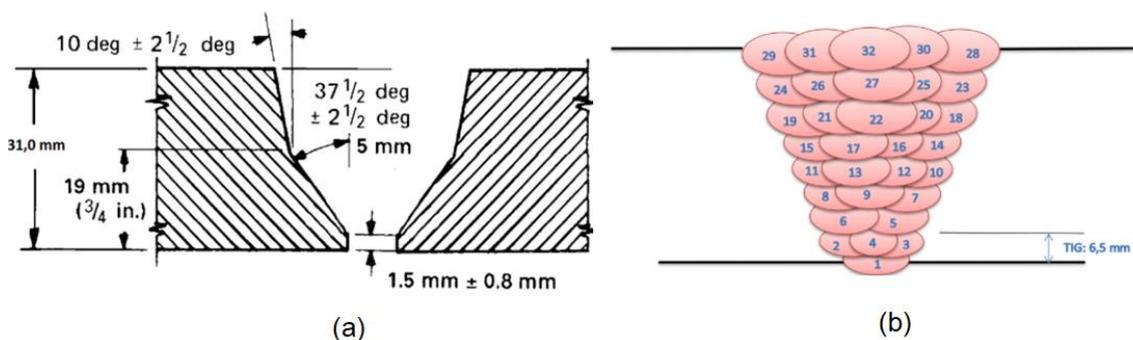


Figura 47 – (a) Chanfro da junta e (b) distribuição dos passes de solda com raiz soldada pelo processo GTAW e enchimento e acabamento por GMAW no tubo circunferencial de aço 9%Ni temperado e revenido.

Tabela 6 – Parâmetros de soldagem utilizados na junta soldada por GTAW na raiz e GMAW nos passes de enchimento e acabamento.

Temperatura de pré-quecimento	<100°C
Limpeza entre os passes	Acetona
GMAW pulsado	CC+-
Gás de proteção	Argônio e hélio
Temperatura de interpasse, max. [°C]	100
Aporte térmico [kJ/mm]	0,85
Voltagem [V]	25,5
Velocidade de Soldagem [mm/s]	3,48

A secção transversal da junta GMAW soldada foi preparada metalograficamente com lixas de até 1.200# e polimento em pasta de diamante com panos de 1 e 3 µm. Foi

utilizado ataque nital para revelar a microestrutura. A microestrutura da zona termicamente afetada do passe 28 (Figura 47 (b)) foi analisada por microscopia eletrônica de varredura, onde aumentos de 5, 10 e 20 mil vezes foram empregados.

3.2. Simulação computacional

A simulação computacional foi realizada pela equipe do LNTSold abrangendo apenas o último passe de acabamento da junta soldada e usando o software comercial Sysweld (ESI Group), que é baseado no método de elementos finitos.

A Figura 48 apresenta um fluxograma esquemático com as etapas seguidas para a realização da simulação computacional. A primeira etapa se refere a modelagem do material, isto é, compilar dados de propriedades físicas, químicas e metalúrgicas significativas para a resolução que se deseja (térmica, termomecânica, termometalúrgica-mecânica). As propriedades fundamentais para simulação térmica são condutividade térmica, densidade e calor específico. Para adicionar a resolução mecânica do problema seria necessário adicionar dados de limite de escoamento, encruamento do material, coeficiente de expansão térmica e módulo de elasticidade. Porém, tanto as propriedades para simulação térmica quanto mecânica são na verdade função da temperatura, o que torna muito complicado a obtenção de dados experimentais. Por fim, para se adicionar a evolução metalúrgica de fases no aço é necessário adicionar dados referentes a diagramas de transformação de fase (diagrama de equilíbrio, tempo temperatura transformação (TTT) e transformação em resfriamento contínuo (TRC – em inglês CCT)). É importante ressaltar que a evolução de fases também interfere na resolução térmica e mecânica, pois cada fase terá propriedades próprias. Por exemplo, a austenita e ferrita possuem coeficientes de condução e expansão térmica bem diferente. Neste trabalho o foco da simulação foi a resolução do problema termometalúrgico. Os dados dessa compilação podem vir da bibliografia, de resultados experimentais ou ainda de outras ferramentas de simulação. No caso desse estudo foi utilizado o software JmatPro (Sente Software) para obtenção dessas propriedades para composição química e histórico de processamento do aço 9%Ni estudado. Assim, foram extraídos os valores de densidade, calor específico e condutividade térmica em função da temperatura e também dados do diagrama TRC considerando o tamanho de grão de 40 μm - referente a dados experimentais da região de grãos grosseiros na junta soldada para alimentar um modelo de transformação de

fases em resfriamento rápido. Em seguida, por meio de uma macrografia, foi realizada a modelagem geométrica da junta soldada real, onde as dimensões da junta, dos passes e da ZTA foram extraídas. A etapa seguinte é referente a inserção dos parâmetros da soldagem conforme condição experimental real. Estes parâmetros já foram previamente expostos na Tabela 6. Os parâmetros principais de soldagem (corrente, tensão e velocidade de soldagem), bem como dados da geometria do cordão, são necessários para a etapa seguinte de modelagem da fonte de calor móvel. Nesse estudo, foi utilizado o modelo de fonte de calor móvel no formato de duplo elipsoide, proposto por Goldak [39], que, apesar de ser uma aproximação simples das complexas interações físicas envolvidas na soldagem à arco, apresenta boa capacidade representar diferentes processos de soldagem. Para se ter validade na simulação é necessário calibrar a fonte de calor móvel, alterando seus parâmetros geométricos e de distribuição de aporte de calor, conforme pode ser observado na Figura 49, de modo a conseguir a melhor coincidência possível entre a linha de fusão observada na macrografia e na simulação computacional.



Figura 48 - Fluxograma da metodologia utilizada na simulação computacional.

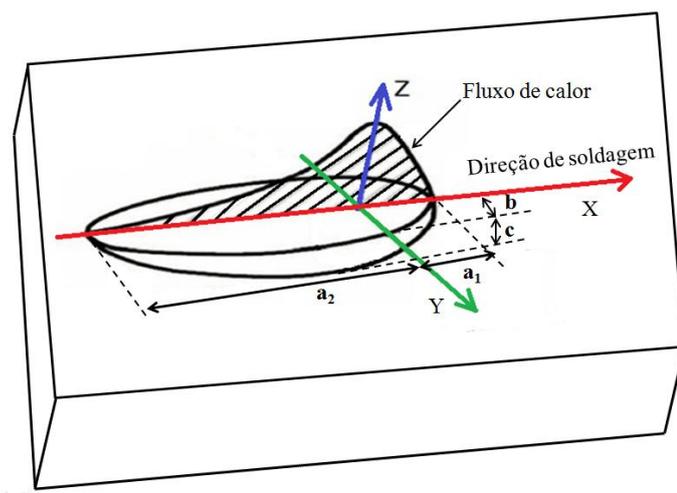


Figura 49 - Modelo duplo-elipsoide para fonte de calor. Adaptado de [39].

Ao fim da simulação, é possível extrair o ciclo térmico de cada nó da malha. Para esse estudo, o objetivo era selecionar os nós que possuísem temperaturas de pico referente à diferentes regiões da zona termicamente afetada.

A ZTA formada por um passe de solda possui um gradiente de temperatura de pico que decresce à medida que se afasta da linha de fusão como se pode observar no exemplo da Figura 50. Para monitorar as principais microestruturas presentes na ZTA, foram extraídos ciclos térmicos de oito temperaturas de pico em função da distância da linha de fusão. A microestrutura resultante em cada temperatura de pico foi caracterizada e a sua correspondente na solda real foi identificada.

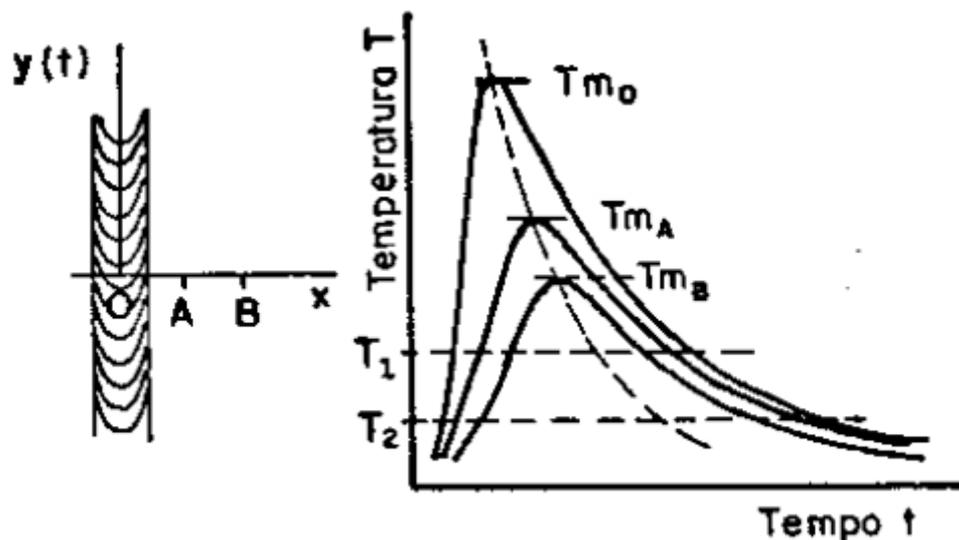


Figura 50 - Variação da temperatura de pico com a distância da linha de fusão [36].

Conforme mencionado, as temperaturas de pico foram escolhidas visando abranger as diversas regiões da zona termicamente afetada. Um refino maior foi conduzido próximo à região intercrítica, onde, no equilíbrio aponta estar entre 602 e 705°C [5] onde pode ter maior variação do número de fases formadas e o efeito da temperatura de pico na quantidade de austenita pode ser monitorado melhor. A Figura 51 apresenta um desenho esquemático das oito temperaturas de pico escolhidas para análise microestrutural.

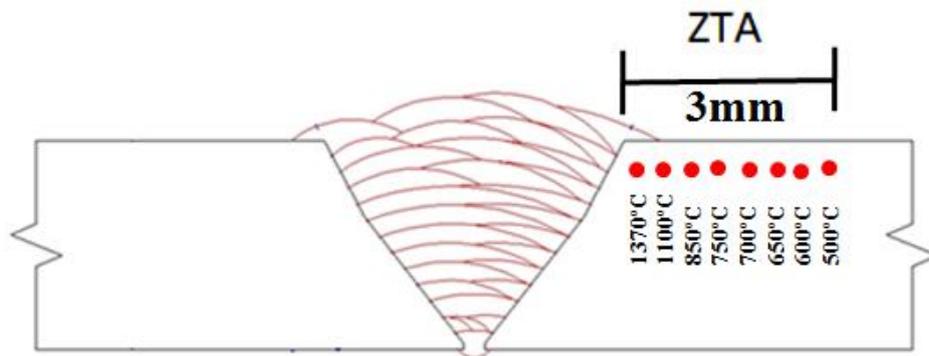


Figura 51 - Representação esquemática das temperaturas de pico à diferentes distâncias da linha de fusão.

Estas temperaturas de pico foram escolhidas com o objetivo de avaliar a microestrutura nas seguintes condições:

- TP de 1.370°C- Temperatura mais próxima do ponto de fusão do aço 9%Ni (1455°C). Crescimento máximo do grão [14,15];
- TP de 1.100°C- Temperatura em que o grão é menor que a média do tamanho de grão grosseiro [1,14];
- TP de 850°C- Temperatura que abrange a região de grãos finos, pois está compreendida um pouco acima de Ac_3 , que pode atingir 765°C pelo efeito da taxa de aquecimento [54];
- TP de 750°C- Temperatura próxima à Ac_3 (765°C), esperava-se que sua microestrutura fosse composta majoritariamente por austenita reversa [54];
- TP de 700°C- Temperatura compreendida na região intercrítica, superior à de revenimento, mais próxima de Ac_3 . Pretende-se avaliar a austenita formada nesta condição, uma vez que suspeita-se que ela tenha baixa estabilidade quando submetida à temperatura maior que 600°C [2,24]
- TP de 650°C- Temperatura intercrítica que pode conferir estabilidade à austenita [20,24];
- TP de 600°C- Temperatura utilizada para o tratamento térmico de revenido intercrítico, que pode conferir a maior estabilidade na austenita reversa formada [5,20,24,35];
- TP de 500°C- Temperatura subcrítica próxima de Ac_1 [13].

3.3. Simulação termomecânica

Os ciclos térmicos obtidos pela simulação computacional no Sysweld® foram reproduzidos no simulador termofísico Gleeble® Machine 38000. Foi utilizado corpo de prova retangular, de 10 mm largura, 10 mm de altura e 72 mm de comprimento para permitir a adequação das taxas de resfriamento impostas. Se o comprimento do CP fosse muito maior do que 72 mm, o resfriamento teria que ser realizado a taxas mais elevadas devido a maior quantidade de material possível de escoamento do calor e não seria possível atingir temperaturas acima de 1.300°C por exemplo. Já se fosse menor que 72 mm a falta de material adjacente a região aquecida permitiria o acúmulo excessivo de calor, impedindo a obtenção da taxa de resfriamento desejada. Para monitorar a temperatura do corpo de prova durante a simulação termomecânica, um termopar foi soldado no centro da amostra. O termopar do tipo R foi utilizado para as temperaturas de pico de 1.370 e 1.100°C por resistir temperaturas de até 1.480°C sem fundir, já as demais temperaturas de pico foram monitoradas com termopar do tipo K (que resiste até 1.260°C). A Figura 52 ilustra a composição do ensaio, onde os termopares estão soldados no corpo de prova que por sua vez está posicionado nas garras de cobre no simulador termomecânico Gleeble.

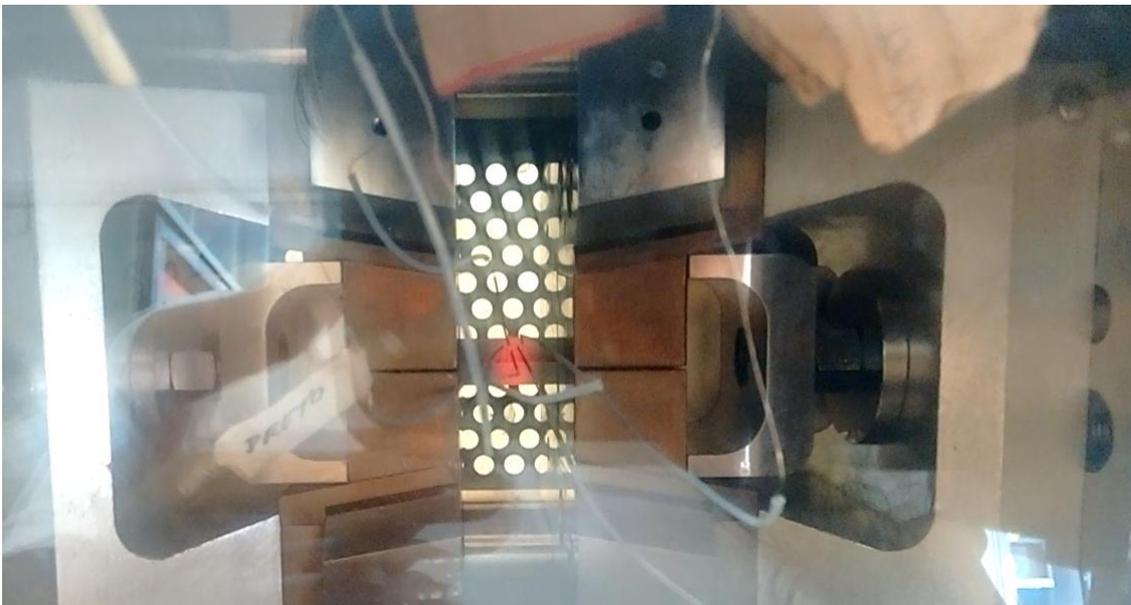


Figura 52 - Representação esquemática do corpo de prova sendo simulado na Gleeble.

Após simulação termomecânica, os corpos de provas para análise metalográfica foram cortados ao centro e sua superfície transversal foi analisada. Os corpos de prova de simulação da ZTA referente às temperaturas de pico de 1.370, 700 e 600°C foram analisados via microscopia eletrônica de transmissão (MET) e demandaram área útil de 3 mm para obtenção de corpos de prova suficiente para a análise. A complexa preparação e a pequena área de análise (região fina) que envolve as amostras de MET, fizeram com que fosse necessário obter pelo menos 3 corpos de prova, por condição, a fim de garantir regiões suficientes para analisar e encontrar o que se deseja.

Para que fosse possível atingir a área útil de 3 mm com a simulação termomecânica, com o equipamento Gleeble foi preciso adequar as taxas de resfriamento impostas pelo ciclo térmico no corpo de prova. Contudo foi necessário aumentar a frequência de leitura das temperaturas, ajustar o *free span* e o comprimento do corpo de prova de acordo com a temperatura de pico atingida.

Na temperatura de pico de 1.370°C, o controle do ciclo térmico foi dificultado pelas altas taxas de aquecimento e resfriamento impostas bem como pela alta temperatura atingida. Foi então utilizada amostra de dimensão de 10 mm x 10 mm x 72 mm e *free span* de 10 mm, de modo que as garras de cobre ficaram mais próximas para atingir as taxas de resfriamento mais elevadas e o comprimento do CP permitiu acomodação do calor no centro da amostra. Já a 700 e 600°C, por se tratar de temperaturas mais baixas e por ter um ciclo térmico com taxa de resfriamento menor que a de 1.370°C, o comprimento do corpo de prova e o *free span* precisaram ser, 73,20 mm e 11,2 mm, respectivamente, para que fosse evitado um superaquecimento no centro da amostra e que as taxas de resfriamento fossem adequadas.

Foi avaliado por meio da implementação de um termopar às distâncias de 1,5; 2 e 2,5 mm do centro da amostra e somente a posição à 1,5 mm deste obteve o menor gradiente de temperatura, 10°C, em relação a temperatura alcançado no centro (de pico), constituindo a área útil considerada para este trabalho de 3 mm.

3.4. Dilatometria

Ensaio de dilatação foram conduzidos segundo a norma ASTM A1033-10 [55]. Os corpos de prova foram retirados na parte externa do tubo a fim de evitar segregação formada em seu interior devido ao seu processo de conformação. A Figura 53 mostra o esquema da posição de retirada dos corpos de prova. Os ciclos térmicos das oito temperaturas de pico foram reproduzidos em duplicata, considerando as altas taxas de aquecimento e resfriamento dos ciclos térmicos de soldagem simulados computacionalmente no software Sysweld® a fim de avaliar as temperaturas de transformação, Ac_1 , Ac_3 , M_i , M_f , B_i .

Neste trabalho, a determinação das temperaturas de transformação, Ac_1 e Ac_3 foi realizada pelo método das derivadas, proposto por Siefert [56], a fim de diminuir a subjetividade relacionada à sua detecção mediante ao ponto de inflexão da curva no aquecimento. Neste método, diferente do proposto pela norma ASTM A1033-10, a temperatura em que ocorre mudança de fase é detectada por meio da derivada primeira da curva de dilatação, ponto em que esta deixa de ser constante quando há transformação de fase.

Para o resfriamento, um tratamento adicional dos dados foi necessário visto que estes apresentaram ruídos e a diferenciação de transformação de fase em temperaturas mais baixas, como por exemplo a transformação bainítica e martensítica, foi estimada. A derivada de segunda ordem foi calculada nos dados tratados e as temperaturas de transformação foram obtidas com maior precisão.

As temperaturas de transformação foram determinadas por meio de uma média dos valores encontrados nos dois ensaios de dilatação.

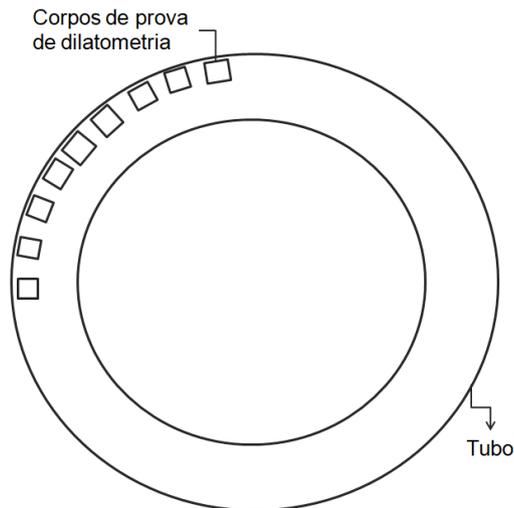


Figura 53 - Croqui das posições de retirada dos corpos de prova para dilatométria.

3.5. Análise microestrutural por Microscopia Óptica (MO)

Todas as amostras simuladas na Gleeble foram avaliadas por microscopia óptica. A preparação metalográfica foi realizada seguindo as etapas de lixamento nas sequências de #100, #220, #320, #400, #500, #600 e #1200. Após lixamento, os corpos de prova foram polidos com pasta de diamante na ordem de 6 μm , 3 μm e 1 μm .

Para as medições do tamanho de grão, as amostras foram atacadas com o reagente para revelar contorno de grão de austenita prévia, solução de 4g de ácido pícrico, 4g de cloreto férrico e 200ml de água destilada. Utilizou-se também detergente comercial neutro, como agente hidrofílico. Sobre a amostra já polida, depositou-se o detergente neutro e com o auxílio de uma pinça tenaz um chumaço de algodão foi imergido na solução e pincelou-se a amostra por 3 minutos. O ataque foi interrompido por água corrente e álcool e posterior secagem. Os contornos de grão foram medidos pelo método dos interceptos, de acordo com a norma ASTM E112 [57].

Para análise da microestrutura foi utilizado o reagente químico Nital 2%.

3.6. Análise Microestrutural por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Todas as amostras simuladas termomecanicamente no equipamento *Gleeble Machine* foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura. Foram avaliados tamanho, formato. A composição química (por meio do EDS) não foi satisfatória uma vez que não foi possível detectar carbono e diferença de concentração de níquel entre a austenita e ferrita. Por se tratar de um grão muito pequeno, da ordem de até 1 μm , o feixe de elétrons em formato de gota seleciona, além da austenita alguma porção da matriz e a diferença da composição química não pôde ser observada. A preparação metalográfica das amostras seguiu a mesma rotina utilizada para o MO (secção 3.2.2).

Para a detecção da austenita na microestrutura, além do lixamento e polimento utilizado para análises de microscopia óptica, as amostras foram polidas eletroliticamente com o objetivo de remover a camada superficial deformada mecanicamente durante a etapa de preparação mecânica. A solução utilizada é composta por 9% de ácido perclórico e 91% de ácido acético. O polimento eletrolítico foi realizado no equipamento Electro Met™ Polisher Etcher em uma voltagem constante de 30V por 10 minutos à 20°C. Sob a superfície polida eletroliticamente, foi utilizado o ataque picral por ser revelador característico da austenita. Diferente da superfície polida mecanicamente o ataque picral sob o polimento eletrolítico permitiu que os precipitados, possivelmente cementita e a austenita fossem distinguidos pela coloração, onde, acredita-se que os constituintes brancos são austenita enquanto que a cementita é cinza claro. Sendo assim, a quantificação da austenita foi realizada por meio de análise de imagens levando-se em consideração a diferença de cor entre as fases. Para a quantificação da austenita foram realizadas 20 imagens via MEV no aumento de 5.000x de cada temperatura de pico a fim de obter estatística dos dados. Foi utilizado o software de análise de imagens ImageJ para quantificação e dimensionamento da austenita. Os equipamentos de microscopia eletrônica de varredura utilizados foram o microscópio FEI modelo Inspect S50 e o Tescan Vega.

3.7. Análise Microestrutural por Difração de Raios-X (DRX)

As oito amostras de ZTA simuladas e o metal base do aço 9%Ni tiveram seus difratogramas obtidos por difração de raios-X. As amostras foram polidas eletroliticamente a fim de que a camada superficial deformada por preparação

metalográfica mecânica fosse removida. Foi utilizado o difratômetro Xpert-Pro do Lnnano, usando radiação de Co, de $K\alpha$ de 1,78901Å e $K\beta$ de 1,62083Å. O intervalo de varredura do goniômetro foi de 45° a 125°, com passo do ângulo 2Θ de 0,019°, no modo escaneamento contínuo.

As frações volumétricas das fases ferrita e austenita foram obtidas por meio do refinamento de Rietveld com o auxílio do programa de análise de difratogramas, Xpert-Pro da PANalitical. Para isso, foi inserido no programa um padrão das fases que se desejava encontrar, austenita e ferrita. O refinamento de Rietveld [58] foi realizado de forma que o difratograma calculado com base na estrutura cristalina inserida se aproximasse o máximo possível do difratograma analisado.

3.8. Saturação magnética

A análise de saturação magnética foi utilizada a fim de verificar a fração da fase paramagnética, no caso a austenita, do aço 9%Ni. Ela foi realizada somente no metal de base visto que não foi possível obter amostras de simulação da ZTA nas dimensões específicas para este ensaio.

Uma amostra de aço 9%Ni temperada e revenida foi temperada em nitrogênio líquido a partir de 800°C a fim de se obter uma amostra de referência, 100% ferrítica (magnética). O ensaio foi então realizado com a amostra temperada e com o metal de base. A diferença de magnetismo entre estas amostras correspondeu à fração de austenita no metal de base.

O ensaio foi realizado no magnetômetro de amostra vibrante do laboratório de ensaios não destrutivos, corrosão e soldagem da UFRJ, LNDC da marca Bruker's TRACER III-SD. Foi utilizado amostras de 3 mm de diâmetro e 1,5 mm de altura, para diminuir o efeito de borda. O ensaio obteve duração de 12 minutos e o campo magnético máximo aplicado, correspondendo à condição 100% magnética, foi de 218,14 emu/g.

Após o ensaio, o software do equipamento forneceu a magnetização de saturação (M_s) de cada uma das amostras mas o seu valor também calculado por meio do gráfico m_s/kg x campo aplicado, onde ele é identificado pela projeção do patamar superior da curva no eixo y.

A fração de fase paramagnética (f_{PARA}) foi calculada por meio das Equações 1 e 2 descritas abaixo, onde, com base no valor de saturação máxima a diferença entre o valor da magnetização da amostra em análise (m_s) para a magnetização de saturação

intrínseca da fase ferromagnética (m_{s0}) corresponde à fração da fase paramagnética (neste caso a austenita).

$$f_{\text{FERROM}} = m_s / m_{s0} \quad \text{Equação 1}$$

$$f_{\text{PARA}} = 1 - f_{\text{FERROM}} \quad \text{Equação 2}$$

Sendo que:

m_s = magnetização da amostra a ser analisada

m_{s0} = magnetização correspondente à 100% da fase ferromagnética

f_{PARA} = fração de fase paramagnética

f_{FERROM} = fração de fase ferromagnética na amostra de análise

3.9. Análise microestrutural por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

As análises no MET foram conduzidas nos CP'S que foram submetidos à temperatura de pico de 600°C, 700°C e 1.370°C a fim de analisar a presença da cementita, austenita e das ripas de martensita.

A preparação da amostra foi realizada segundo a técnica de folhas finas. Cada amostra simulada termomecanicamente foi usinada na sua área útil em um torno mecânico até atingir o diâmetro de 3 mm. Três discos de aproximadamente 0,5 mm foram seccionados com disco de corte fino, Isomet®, e sua espessura foi reduzida à 100 µm na sequência de lixas de 300#, 600# e 1200#. O acabamento final foi realizado no pano de polimento de 1 µm. Por fim foi realizado um furo com ataque eletrolítico, no equipamento Tenupol® utilizando a solução de 9% de ácido perclórico e 91% de ácido acético. Os parâmetros utilizados para a realização do furo foram: voltagem de 20,5 V, luz e fluxo de 40 e temperatura de 15°C.

As microestruturas das amostras de condição de simulação de ciclo térmico de soldagem foram observadas no microscópio de transmissão modelo FEI TECNAI T20 de 200Kv. Devido ao pequeno tamanho dos precipitados de cementita e da austenita, o padrão de difração foi obtido com o menor tamanho de diafragma possível para garantir abrangência somente na fase ou precipitado, ou seja, para evitar padrões de difração policristalinos contendo vários grãos e ou precipitados e assim facilitar a análise.

Para análise dos padrões de difração foi utilizado o software cristalográfico Carine, onde a partir das medições de duas distâncias interplanares e o ângulo entre elas foi possível indexar a austenita, cementita e ferrita. Para a análise, os parâmetros de rede utilizados para ferrita (CCC) e austenita (CFC) foram obtidos por meio dos difratogramas do ensaio de difração de raios-x, 2,86Å e 3,58Å respectivamente. Os parâmetros de rede da cementita (ortorrômbica) foram obtidos na literatura, $a=5,05 \text{ \AA}$, $b=6,76 \text{ \AA}$ e $c=4,53 \text{ \AA}$.

3.10. Ensaio de Dureza

A fim de se obter uma propriedade característica do material, foram realizadas dez medições de dureza Vickers com a carga de 10kgf (HV10) segundo a norma ASTM E92 [59] em cada corpo de prova simulado termicamente e no metal base.

4. RESULTADOS

Este tópico apresentará os resultados obtidos da caracterização microestrutural da ZTA do aço 9%Ni referente a um passe de solda por microscopia óptica, eletrônica de varredura e transmissão, difração de raios-x, dilatométrica e dureza. A saturação magnética também foi utilizada como um método complementar para confirmar a fração de fase paramagnética no metal de base.

4.1. Simulação computacional

A Figura 54 apresenta o aspecto final do resultado da simulação, vista perpendicularmente à solda, exibindo os campos de temperatura (mapa de cores) máxima (pico) alcançado em cada nó da malha na região próxima ao cordão de solda. Foi observado o bom ajuste entre a linha de fusão advinda da macrografia e a isoterma de fusão (1.490°C) resultante da simulação. Além disso, indicam-se com setas os nós que representam as temperaturas de interesse e de onde foram extraídos os ciclos térmicos para simulação física no sistema Gleeble®.

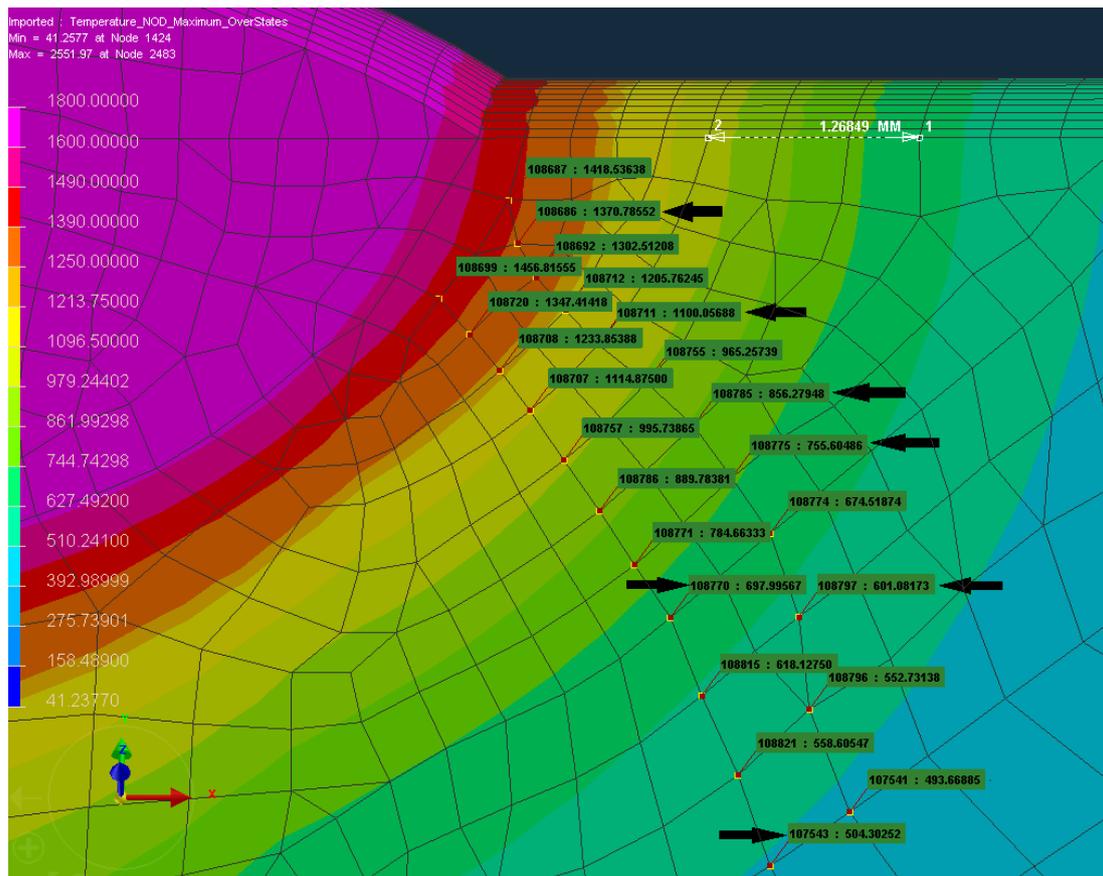


Figura 54 - Figura esquemática das regiões da ZTA obtidas na simulação computacional.

Observa-se que à medida que se afasta da linha de fusão a temperatura de pico diminuiu. A Tabela 7 apresenta a distância de cada uma das oito temperaturas de pico em estudo em relação à linha de fusão.

Tabela 7 - Distâncias dos ciclos térmicos de soldagem da linha de fusão da solda.

Temperatura de pico [°C]	1.370	1.100	850	750	700	650	600	500
Distância da linha de fusão [mm]	0,21	0,91	1,67	2,06	2,42	2,59	2,88	3,39

A Figura 55 apresenta o perfil dos ciclos térmicos extraídos dos nós da malha da simulação computacional. Observa-se na Figura 54 que as linhas em que os ciclos térmicos foram retirados não constavam a temperatura de pico de 650°C. Desta forma, esta T_p foi retirada de um perfil de gradiente de temperaturas em uma região mais

afastada e por isto apresentou uma defasagem de tempo em relação aos demais, mantendo o perfil do ciclo térmico, o que não comprometeu a análise.

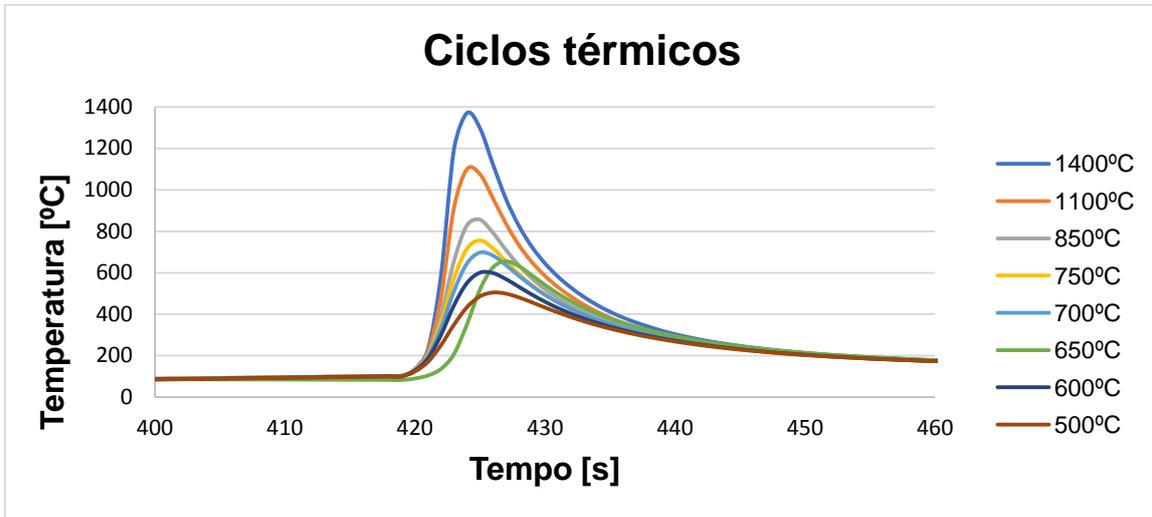


Figura 55 - Ciclos térmicos obtidos por simulação computacional referente às temperaturas de pico de 1400°C, 1100°C, 850°C, 750°C, 700°C, 650°C, 600°C e 500°C.

A Tabela 8 apresenta as características dos ciclos térmicos de soldagem apresentados na Figura 55.

Tabela 8 – Ciclos térmicos de soldagem (taxa de aquecimento, temperatura de pico, T_p , tempo na temperatura de pico, t_p , e taxa de resfriamento) extraídas da simulação computacional.

Parâmetros dos ciclos térmicos de soldagem	Amostra							
	1.370	1.100	850	750	700	650	600	500
Temperatura de pico, T_p [°C]	1.370	1.100	850	750	700	650	600	500
Taxa de aquecimento, [°C/s]	632	443	192	93	72	75	60	43
Taxa de resfriamento [°C/s]	69	70	59	52	41	39	28	20
Tempo na temperatura de pico, t_p [s]	0,3	0,4	0,8	0,7	0,9	0,9	1,5	1,9

4.2. Dilatometria

As curvas de dilatometria foram levantadas para as amostras de simulação da ZTA com o intuito de compreender as principais transformações de fase que ocorrem em cada temperatura de pico. Como o metal de base do aço 9%Ni na condição temperado e revenido já possui alguma austenita à temperatura ambiente, a temperatura Ac_1 calculada não representa o início de formação da austenita, e, portanto não é

verdadeira, conforme já reportado por Barrick e colaboradores [60]. Na curva de dilatométrica, a contração observada durante o aquecimento ocorre devido a transformação da estrutura de menor fator de empacotamento da ferrita, CCC, para a de maior fator de empacotamento, austenita, CFC. Durante o resfriamento há indícios de formação de ferrita e bainita, referente aos picos identificados anteriormente aos picos de reversão da austenita em martensita, que ocorre por expansão volumétrica. As temperaturas de transformação de fases foram detectadas ao observar a mudança de inflexão nas curvas referentes ao aquecimento e ao resfriamento.

A Figura 56 apresenta as curvas de dilatométrica das condições de ciclo térmico nas temperaturas de pico de 500°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 850°C, 1.100°C e 1.370°C. As temperaturas críticas assinaladas representam a média referente aos resultados das duas curvas de dilatométrica realizadas para cada temperatura de pico. Nota-se também que as temperaturas de fim de formação das ferrita bainítica/bainita não foram apontadas devido ao fenômeno de incompleta transformação da bainita conforme reportado por Tsuzaki e colaboradores [61]. Eles perceberam que o crescimento da bainita ocorre difusionalmente e quando a fração de níquel é maior que 9% a sua cinética de formação diminuiu ainda mais pois a Bi tende a ocorrer em temperaturas mais baixas. Além do mais, uma vez que a temperatura para formação da bainita está acima da temperatura M_f , o número de sítios para completar a transformação por cisalhamento não é suficiente e desta forma eles sugerem que a temperatura B_f corresponde à temperatura M_f para uma liga binária Fe-M.

As temperaturas de pico de 500°C, 600°C não atingiram Ac_1 , como se pode observar na Figura 56 (a), (b).

A curva de dilatométrica da T_p de 700°C bem como a sua derivada primeira no aquecimento e resfriamento, onde as temperaturas de transformação Ac_1 , Ac_3 , M_i e M_f foram determinadas, estão presentes na Figura 56 (d). Observa-se que ela se situa na região intercrítica, ou seja, atingiu Ac_1 , porém não completou Ac_3 , portanto experimentou austenitização parcial. A expansão volumétrica apresentada no resfriamento aponta a transformação martensítica, oriunda da fração austenitizada.

A dilatométrica dos ciclos térmicos nas temperaturas de pico de 750°C, 850°C, 1.100°C e 1.370°C e as curvas das derivadas utilizadas para determinar as temperaturas de transformações de fases (Ac_1 , Ac_3 , M_i , M_f , e Bi) estão presentes nas Figura 56 (e), (f), (g) e (h).

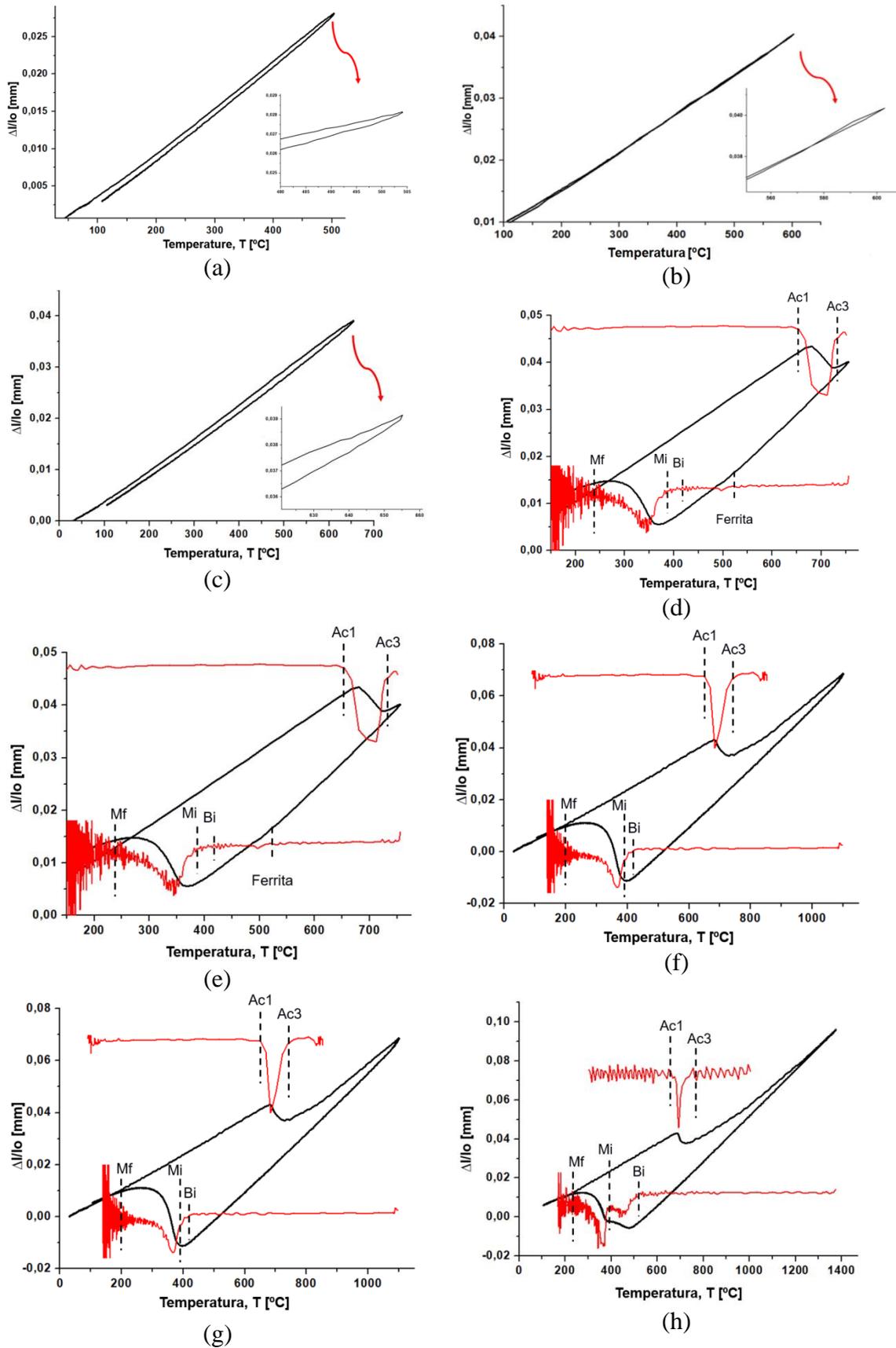


Figura 56 – Curvas de dilatometria do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à T_p de (a)500°C, (b) 600°C, (c) 650°C e (d) 700°C. (e)750°C, (f) 850°C, (g) 1100°C e (h) 1370°C.

A Tabela 9 apresenta as temperaturas de transformações de fase para cada condição simulação da ZTA identificadas nas curvas de dilatométrica apresentadas na Figura 56. As temperaturas de pico de 500°C e 600°C não estão presentes pois não atingiram Ac_1 . As temperaturas Ac_1 e Ac_3 apresentaram aumento com o aumento da taxa de aquecimento enquanto M_i e B_i tenderam a diminuir.

Tabela 9 - Temperaturas Ac_1 , Ac_3 , M_i , M_f e B_i determinadas por ensaios de dilatométrica no aço 9%Ni temperado e revenido adotando as condições de ciclos térmicos apresentados na Tabela 8.

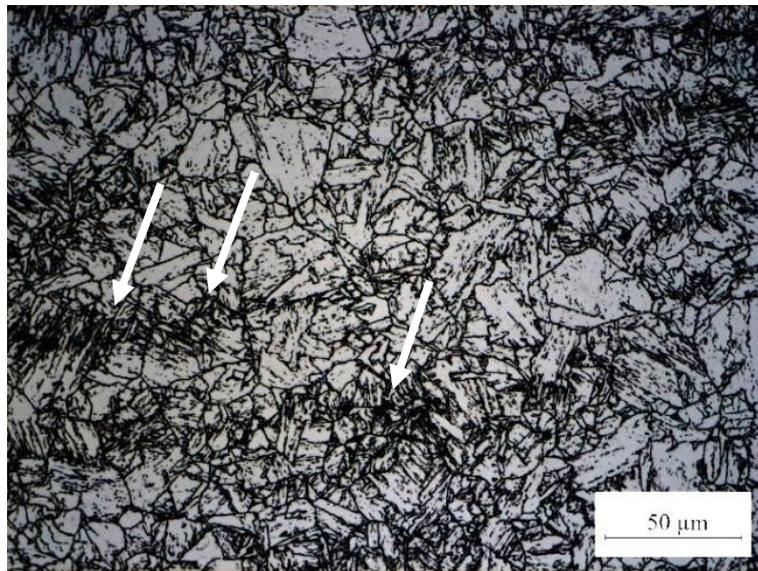
Tp [°C]	Temperatura [°C]				
	Ac_1	Ac_3	M_i	M_f	B_i
1370	676	764	391	230	530
1100	673	752	390	210	434
850	648	757	385	207	487
750	647	739	376	222	396
700	632	—	390	210	572
650	626	—	—	—	—

4.3. Caracterização microestrutural via MO e MEV

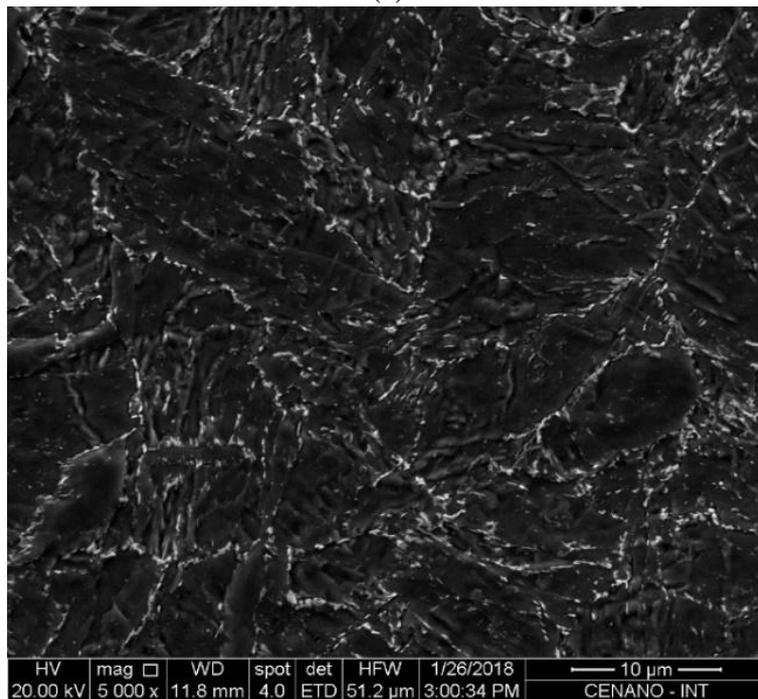
As análises microestruturais apresentadas nesta secção serão complementadas e justificadas nesta secção e uma discussão mais detalhada envolvendo as demais técnicas de caracterização utilizadas neste trabalho será realizada posteriormente.

A Figura 57 (a) e (b) apresenta a microestrutura do metal de base do aço 9%Ni via microscopia óptica e eletrônica de varredura, respectivamente. Conforme reportado na literatura, ela é composta por uma matriz ferrítica (α), precipitados de cementita (Fe_3C) e austenita reversa (γ_{rev}). Presume-se que as frações pretas presentes nos contornos e no interior dos grãos de austenita prévia, vistos por microscopia óptica (MO), sejam provavelmente constituídos pela austenita e precipitados de cementita. É possível observar forte presença de bandas de segregação (apontada pela seta, podem ter sido originadas durante o processo de laminação dos tubos). Já sob microscopia eletrônica de varredura (MEV) a matriz ferrítica é cinza escuro, e a cementita e austenita são constituídos pelas frações cinza claras. Desta forma estima-se que estes precipitados pretos no MO correspondam aos cinza clara observados via MEV, que por sua vez correspondem à austenita e cementita e nenhum dos dois métodos, nestas

condições de preparação metalográfica permitiram a diferenciação entre austenita e cementita. O tamanho de grão do metal de base foi avaliado em 7,9 μm .



(a)

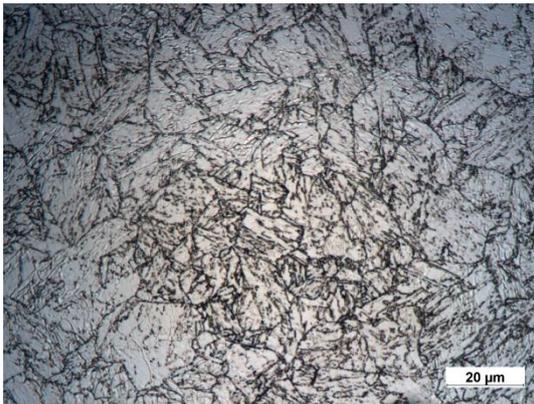


(b)

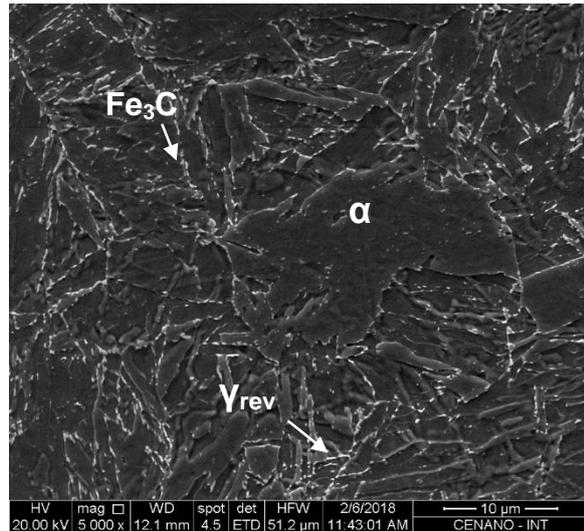
Figura 57 - Microestrutura do aço 9%Ni temperado e revenido (a) MO e (b) MEV. Ataque nital 2%_1000X.

As microestruturas das amostras de simulação física da ZTA das oito temperaturas de pico também foram obtidas por microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), reveladas com nital 2%, e estão apresentadas nas figuras a seguir. Devido ao pequeno tamanho de grão do aço 9%Ni, a microestrutura obtida

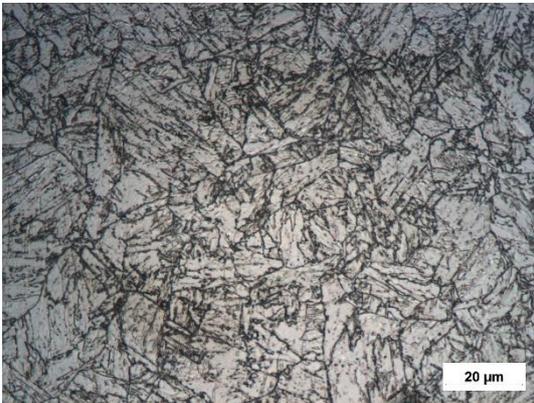
com aumentos menores do que 1.000X em microscopia óptica não foram suficientes para detecção das fases presentes na microestrutura e desta forma não foram considerados na análise. Observa-se na Figura 58 que a microestrutura do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclos térmicos de soldagem em temperaturas de pico de 500, 600 e 650°C não obtiveram mudanças microestruturais significativas em relação ao metal de base. Em ambos a microestrutura é constituída por ferrita, precipitados de cementita e austenita. O tamanho médio dos grãos destas amostras simuladas permaneceu no intervalo entre 5,7-6,8 μm , próximo aos valores encontrados para o metal de base, como pode ser visto na Tabela 10.



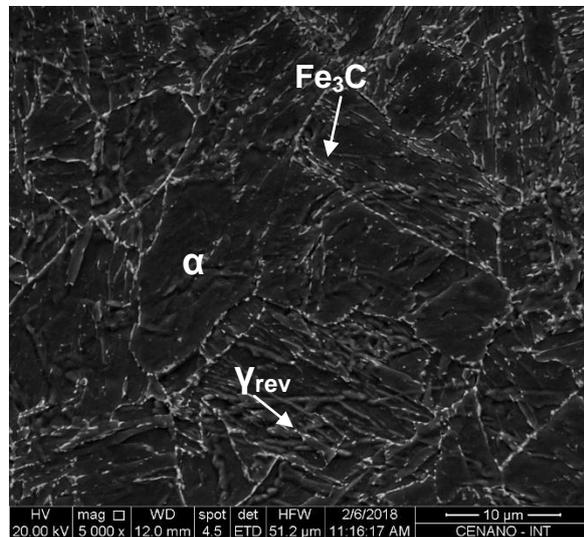
(a) - Tp de 500°C. MO-1.000x.



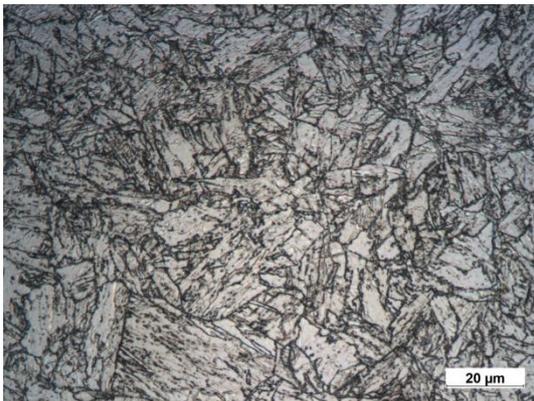
(b) - Tp de 500°C. MEV-5000X.



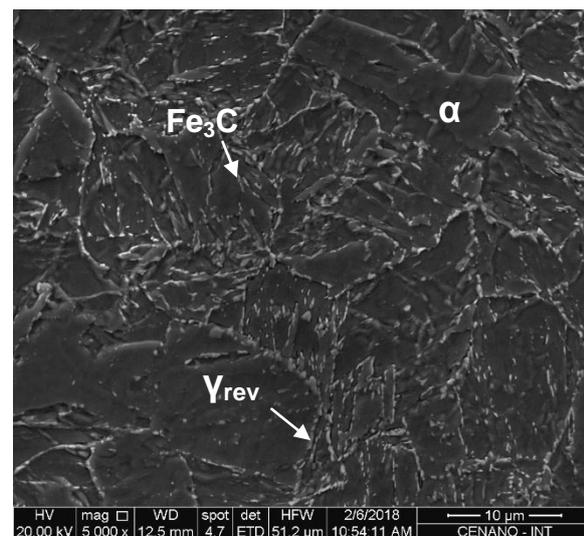
(c) - Tp de 600°C. MO-1000X.



(d) - Tp de 600°C. MEV-5000X.



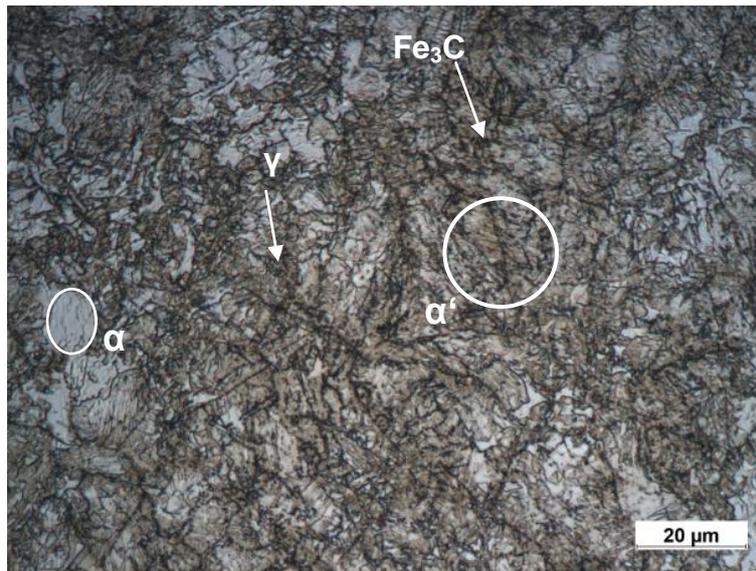
(e) - Tp de 650°C. MO- 1000X.



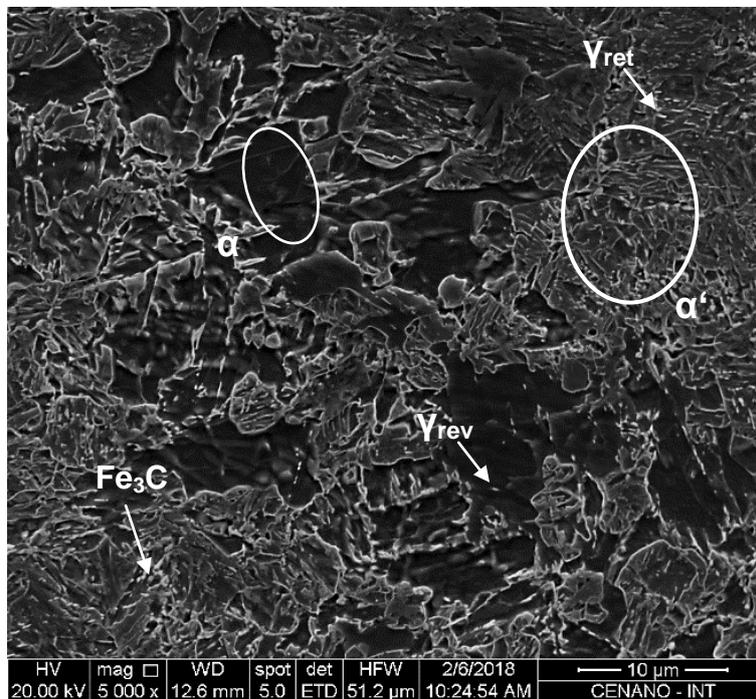
(f) - Tp de 650°C. MEV-5000X.

Figura 58 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 500°C(a) MO e (b) MEV, 600°C(c)MO (d) MEV e 650°C (e) MO e (f) MEV.

A Figura 59 (a) e (b) apresenta a microestrutura da amostra submetida à TP de 700°C em microscopia óptica e eletrônica de varredura, respectivamente. A microestrutura nesta condição é formada por martensita (α'), ferrita, austenita e possivelmente alguma cementita que não tenha tido tempo de solubilizar completamente. Presume-se que na microestrutura observada por microscopia óptica (Figura 59-a) os grãos brancos correspondam à ferrita, os marrons claro à martensita e os pontos pretos à austenita e cementita. Por microscopia eletrônica de varredura (Figura 59-b) é possível identificar claramente as ripas, características da martensita, a ferrita, escura e possui aspecto liso (como no metal de base) e as partículas de austenita e cementita que como já mencionado anteriormente são provavelmente as cinza claras. O tamanho de grãos desta condição foi avaliado em $5,6 \pm 1 \mu\text{m}$.



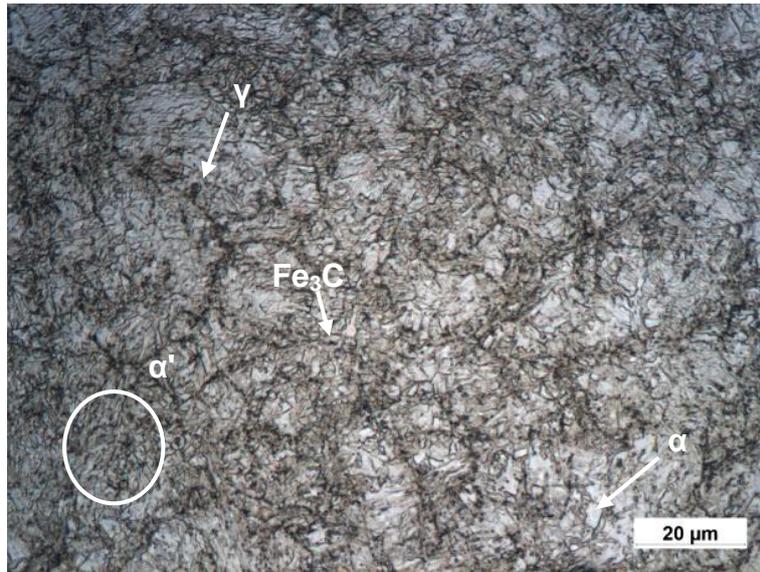
(a)



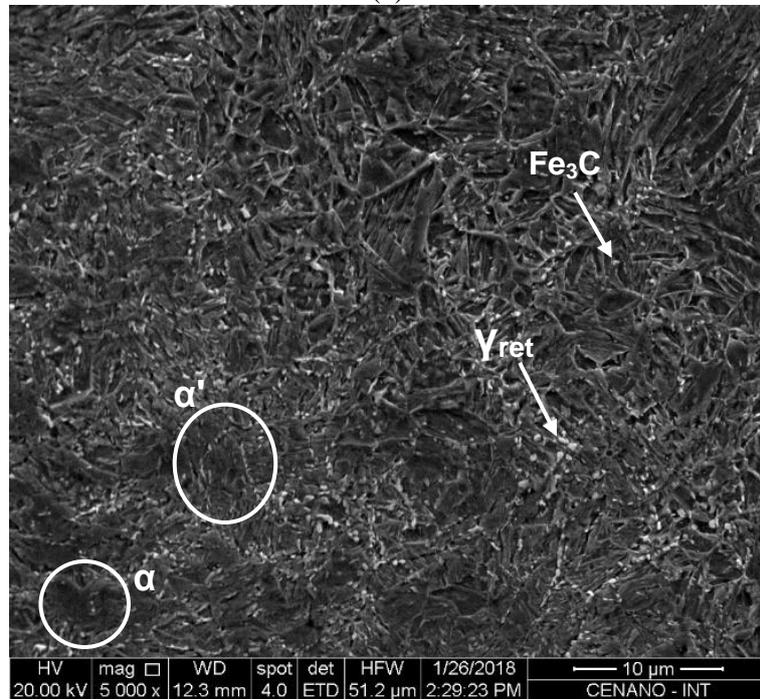
(b)

Figura 59 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de temperatura de pico de 700°C(a) MO e (b) MEV.

A microestrutura da amostra submetida à temperatura de pico de 750°C em MO e MEV estão presentes na Figura 60. Observa-se que a microestrutura é completamente martensítica. Presume-se a presença de alguma ferrita, austenita e cementita conforme identificação. O tamanho médio de grãos foi avaliado em 5,5 µm.



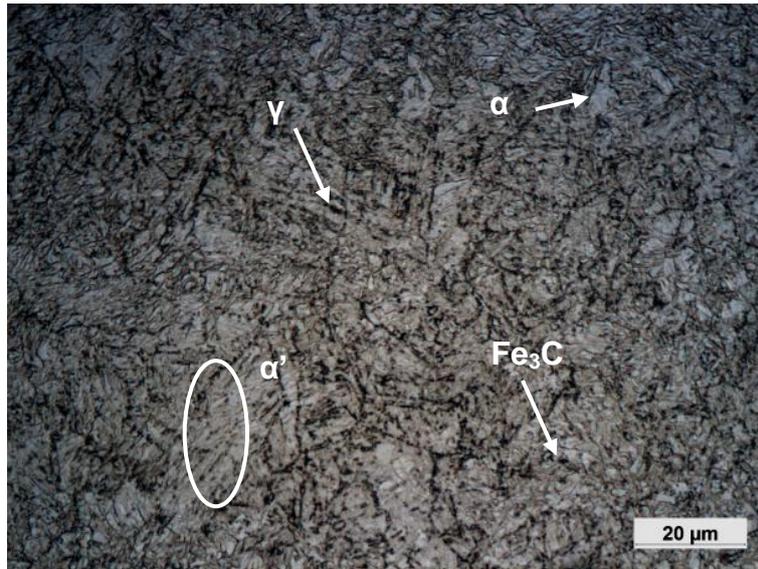
(a)



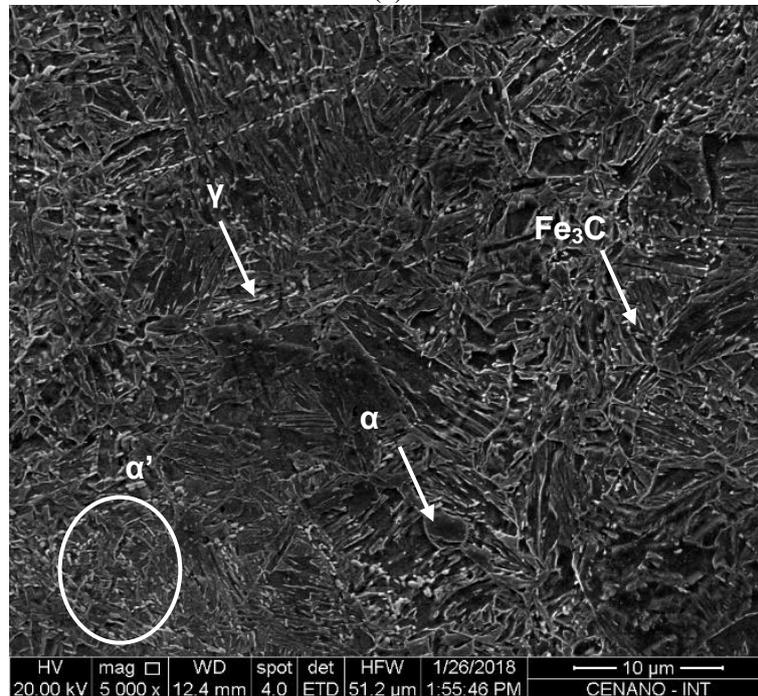
(b)

Figura 60 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 750°C(a) MO e (b) MEV.

A microestrutura da amostra submetida à T_p de 850°C, também é composta majoritariamente por martensita e alguma ferrita bainítica/ bainita coalescida (Bc) pode ser identificada. Observa-se também a possível presença de austenita e cementita. A Figura 61 (a) e (b) apresentam a sua microestrutura obtida por microscopia óptica e eletrônica de varredura, respectivamente. Assim como já exposto para as condições anteriores, a martensita, ferrita, austenita e possíveis cementita foram identificados. A amostra de T_p de 850°C apresentou tamanho de grão de $7,4 \pm 1 \mu\text{m}$.



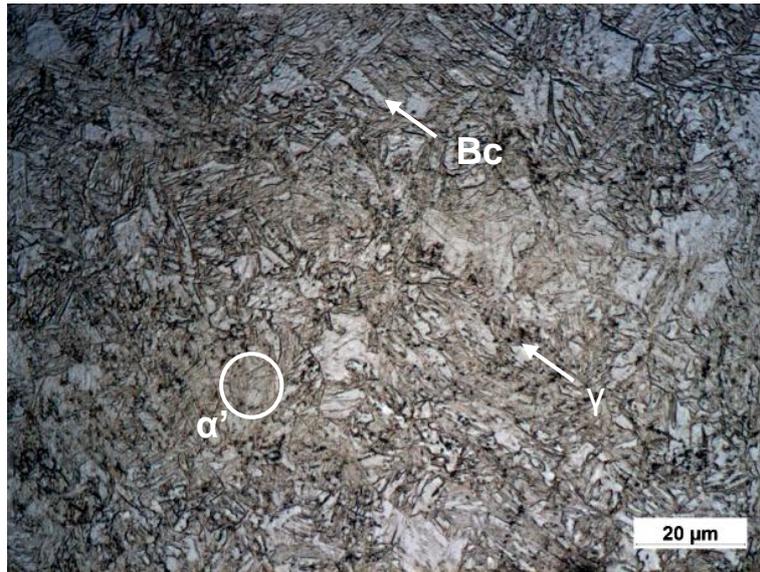
(a)



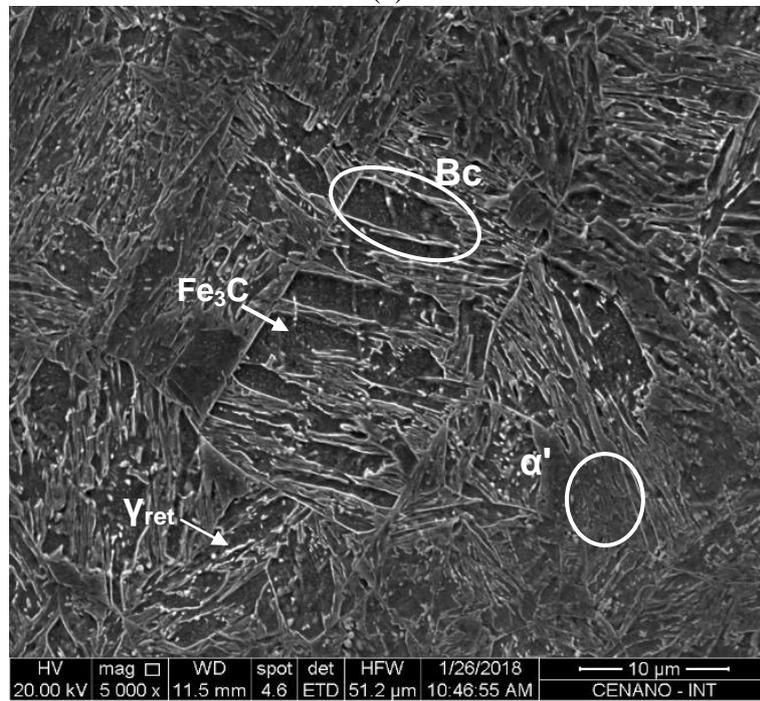
(b)

Figura 61 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 850°C(a) MO e (b) MEV.

A microestrutura da amostra submetida à T_p de 1.100°C e 1.370°C, como pode ser observada na Figura 62 e Figura 63, é composta por martensita e bainita coalescida (Bc). Diferente da T_p de 1.370°C, a T_p de 1.100°C possui frações cinza claras, evidência de austenita retida após o ciclo térmico. O tamanho de grão atingido na T_p de 1.100°C e de 1.370°C foram 15 ± 2 e 68 ± 9 μm , respectivamente.

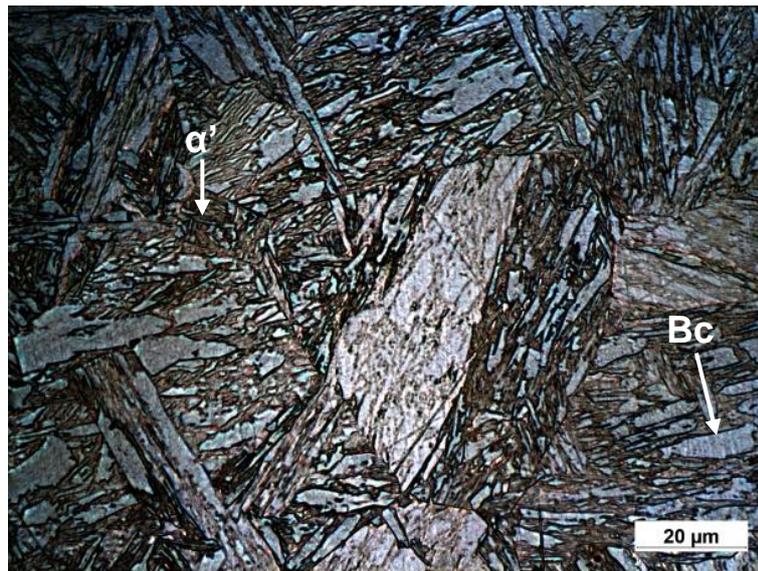


(a)

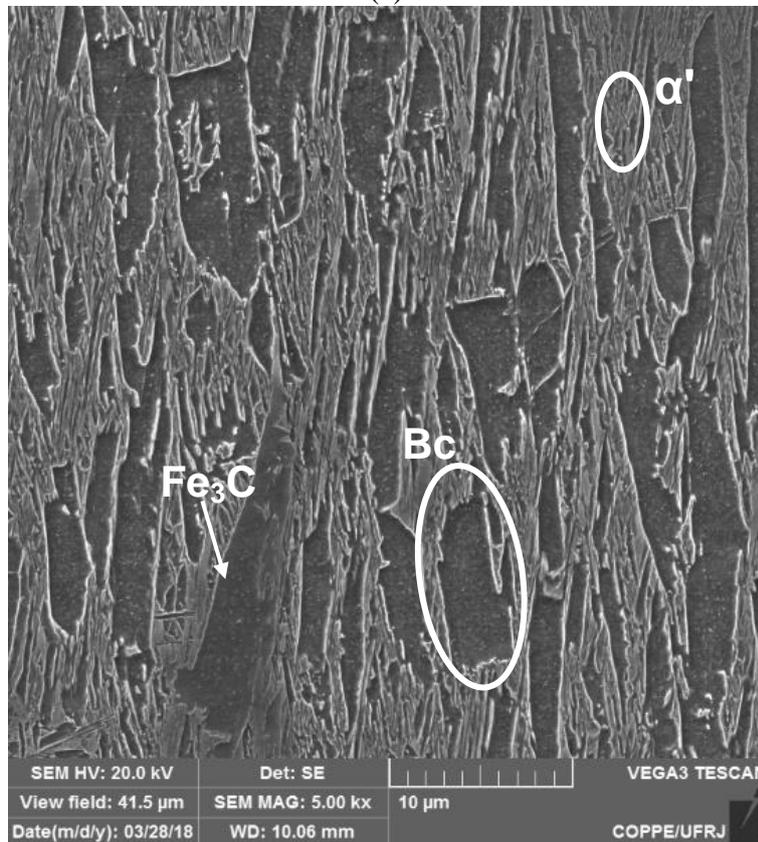


(b)

Figura 62 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 1100°C(a) MO e (b) MEV.



(a)



(b)

Figura 63 - Aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 1370°C (a)MO e (b) MEV.

O tamanho de grão das amostras de simulação da ZTA do aço 9%Ni temperado e revenido estão resumidos na Tabela 10.

Tabela 10 - Tamanho de grão das amostras de ZTA de aço 9%Ni simuladas fisicamente.

Temperatura de pico [°C]	1370	1100	850	750	700	650	600	500	MB
Tamanho de grão [μm]	68±9	15±2	7,4±1	5,5±1	5,6±1	6,8±0,5	6,3±0,5	5,7±0,5	7,9±0,5

4.4. Difração de raios-X e Saturação magnética

As oito amostras de simulação da ZTA e o metal de base do aço 9%Ni tiveram seus difratogramas obtidos por difração de raios-X conforme ilustra a Figura 64. Todas as amostras apresentaram picos de austenita com exceção das temperaturas de pico de 1100 e 1370 C.

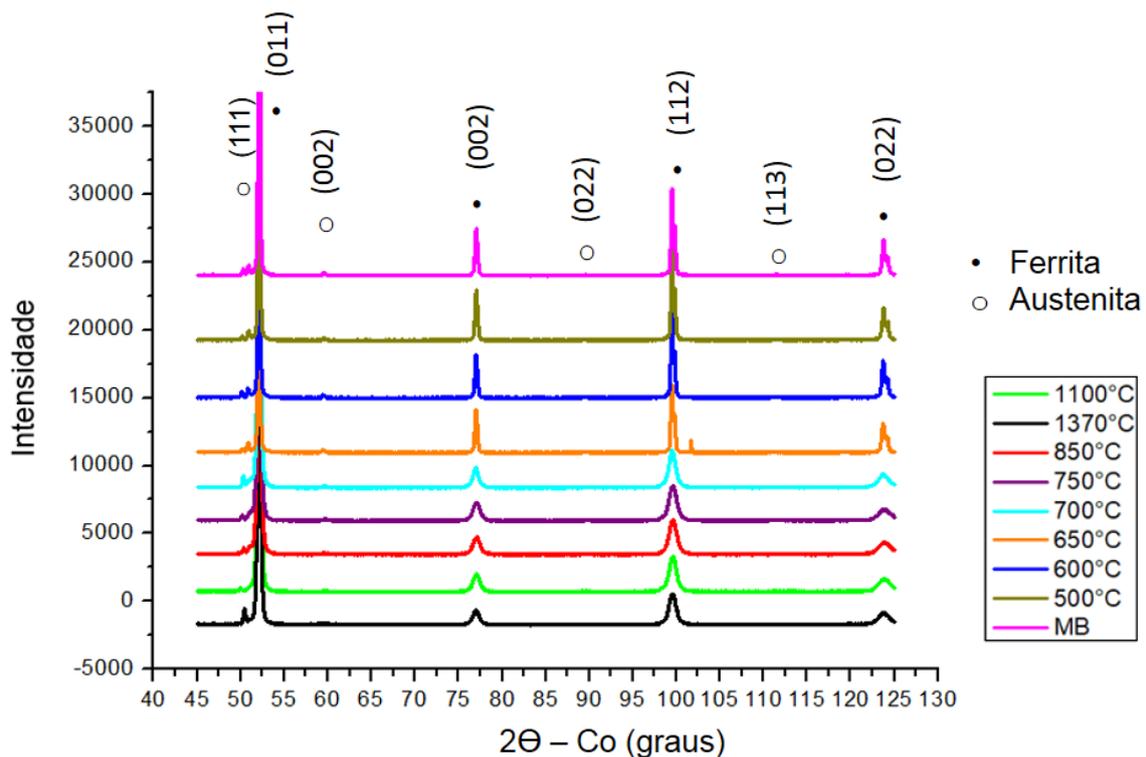


Figura 64 - Difratograma das amostras de simulação da ZTA e do metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido obtidos por DRX.

A quantificação da austenita foi realizada pelo método de Rietveld, onde as fases previstas foram indexadas aos difratogramas reais utilizando o ajuste da curva pseudo-voigt. A Figura 65 e a Figura 66 apresentam os difratogramas do metal de base e das

oito amostra de simulação respectivamente com os resultados das frações de fase da austenita e ferrita calculada por Rietveld.

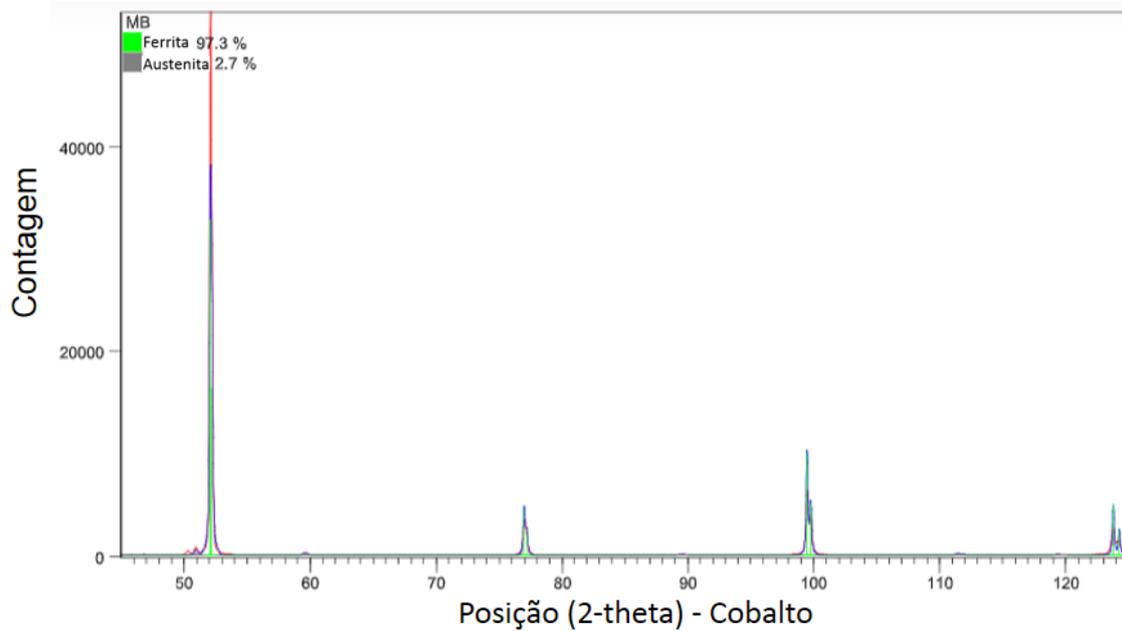
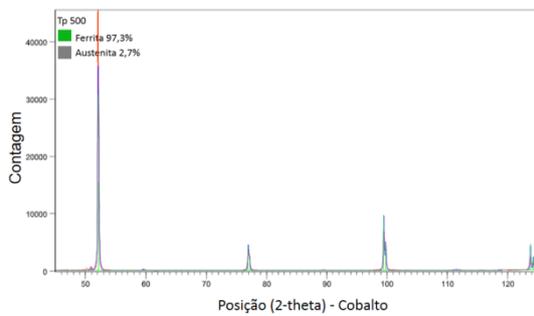
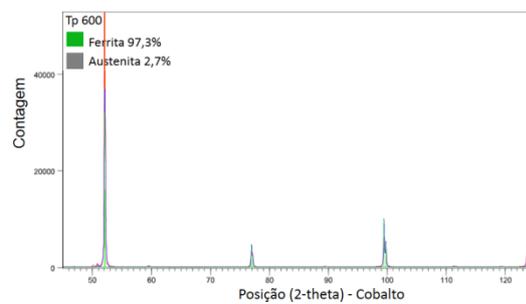


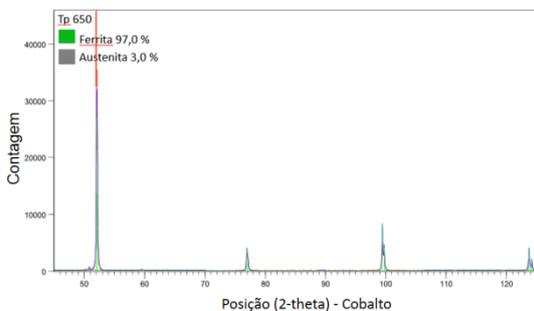
Figura 65 - Difratograma obtido por DRX com o ajuste da curva do metal de base por Rietveld.



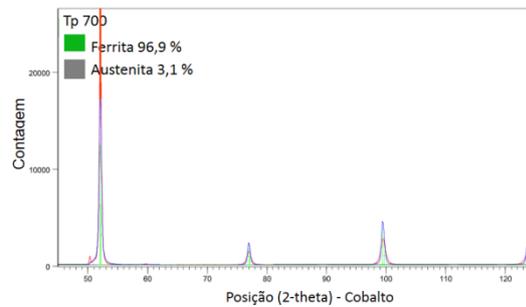
(a) Amostra de Tp de 500°C.



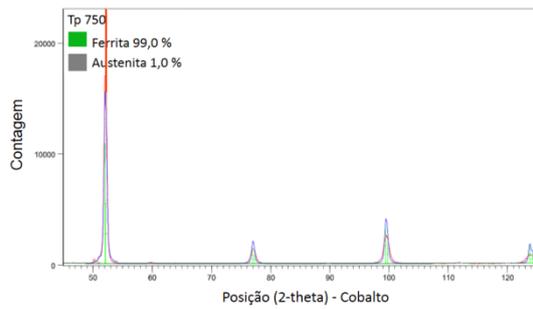
(b) - Amostra de Tp de 600°C.



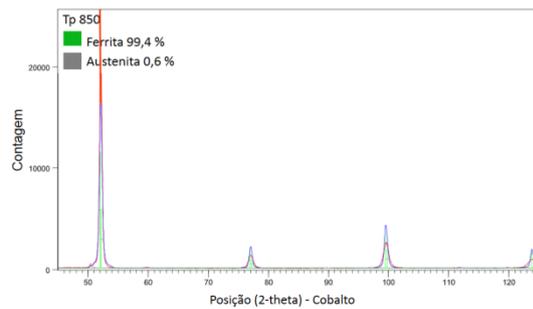
(c) - Amostra de Tp de 650°C.



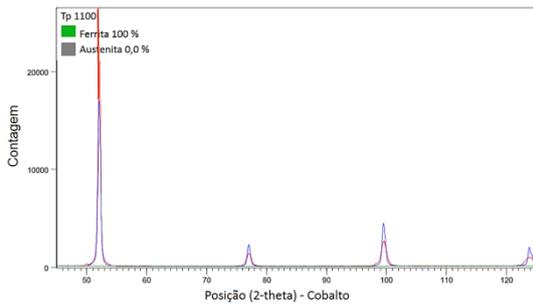
(d) - Amostra de Tp de 700°C.



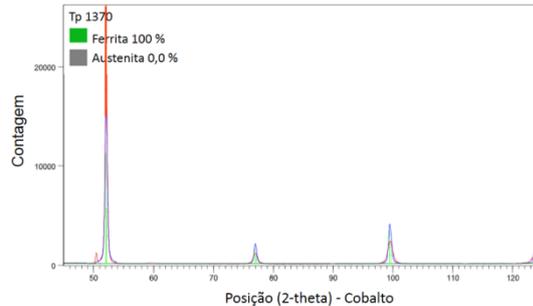
(e) - Amostra de Tp de 750°C.



(f) - Amostra de Tp de 850°C.



(g) - Amostra de Tp de 1.100°C.



(h) - Amostra de Tp de 1.370°C.

Figura 66 - Difratoqramas obtidos por DRX com o ajuste das curvas por Rietveld das amostras de Tps a) 500°C, (b) 600°C, (c) 650°C, (d) 700°C, (e) 750°C, (f) 850°C, (g) 1.100°C, (h) 1.370°C.

A Tabela 11 apresenta o resumo dos valores de austenita medidos por DRX. O parâmetro de rede da ferrita calculado foi de 2,866 Å e da austenita de 3,58 Å.

Tabela 11 - Fração de austenita medida por DRX nas amostras de ZTA simuladas e no metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido.

Temperatura de pico [°C]	1370	1100	850	750	700	650	600	500	MB
% Austenita	0	0	0,6± 0,5	1,0± 0,5	3,1± 0,5	3,0± 0,5	2,7 ±0, 5	2,7 ±0, 5	2,7 ±0, 5

A Figura 67 apresenta um gráfico de fração de austenita versus temperatura de pico em que a amostra de aço 9%Ni foi submetida. Pode-se perceber claramente que a fração de austenita começa a aumentar em 650°C, atinge um máximo em 700°C e cai drasticamente nas demais temperaturas, o que corrobora com os estudos anteriores [2,7,8,24].

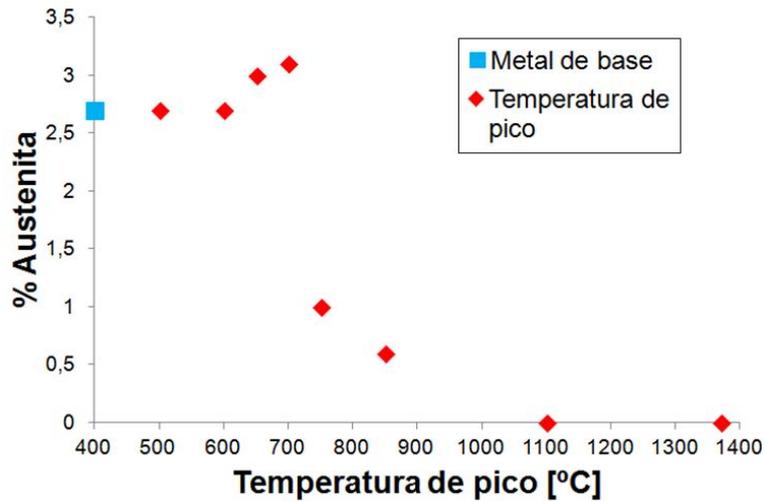


Figura 67 - Relação entre a fração de austenita com a temperatura de pico.

Ensaio de saturação magnética foram conduzidos no metal de base. A magnetização de saturação da amostra de aço 9%Ni temperada em nitrogênio líquido (100% ferrítica) foi de 218,14 emu/g e a do metal de base foi de 211,46 emu/g, portanto, a fração de austenita foi de 3,06%, o que corroborou com a quantidade de austenita encontrada por DRX no metal de base. O ensaio não foi realizado nas amostras de simulação da ZTA pois não houve amostras simuladas termofisicamente suficiente para a análise.

4.5. Análise de imagens

O item 4.3. apresentou a microestrutura das amostras de simulação da ZTA e do metal de base na secção (b) da Figura 58 à Figura 63, obtida por microscopia eletrônica de varredura. Nele, as amostras foram polidas mecanicamente e atacadas com reagente nital. Os precipitados observados na matriz, principalmente nas temperaturas de picos inferiores à 850°C foram identificadas até o momento como austenita e cementita, e como observado até então a sua diferenciação não pôde ser estabelecida. No intuito de diferenciar a austenita dos carbeto nas microestruturas do aço 9%Ni outras combinações de preparação metalográfica e ataques químicos foram utilizados. A Figura 68 apresenta micrografia em MEV com três condições diferentes de preparação, onde na Figura 68 (a) a amostra foi polida mecanicamente e atacada com nital, em (b) foi polida mecanicamente e atacada com picral e em (c) a amostra foi polida eletroliticamente e atacada com picral.

Na primeira condição é possível perceber que os precipitados, austenita e cementita estão superestimados e sua diferenciação não foram alcançadas, conforme já mencionado. A segunda configuração obteve uma microestrutura cujas áreas claras possuíam aspecto suavizado em relação à primeira, porém uma diferenciação entre eles continuou difícil. A terceira condição contempla como meio de preparação metalográfica o polimento eletrolítico que, segundo Hayakawa [62], promove a remoção da camada superficial deformada oriunda do processo anterior de lixamento e faz com que a cementita seja projetada para fora da superfície por ter maior resistência ao polimento em relação à matriz ferrítica. Como a imagem no MEV é construída pela diferença de topografia da superfície analisada, é mais fácil detectar os precipitados quando a superfície é polida eletroliticamente. Nesta condição, duas tonalidades de cores foram observadas nas partículas das micrografias via MEV, brancas e cinza claras. Suspeitou-se que as partículas brancas eram a austenita e ao realizar a sua quantificação verificou-se que as suas frações medidas foram coincidentes com os resultados de DRX, como se pode observar na Tabela 12.

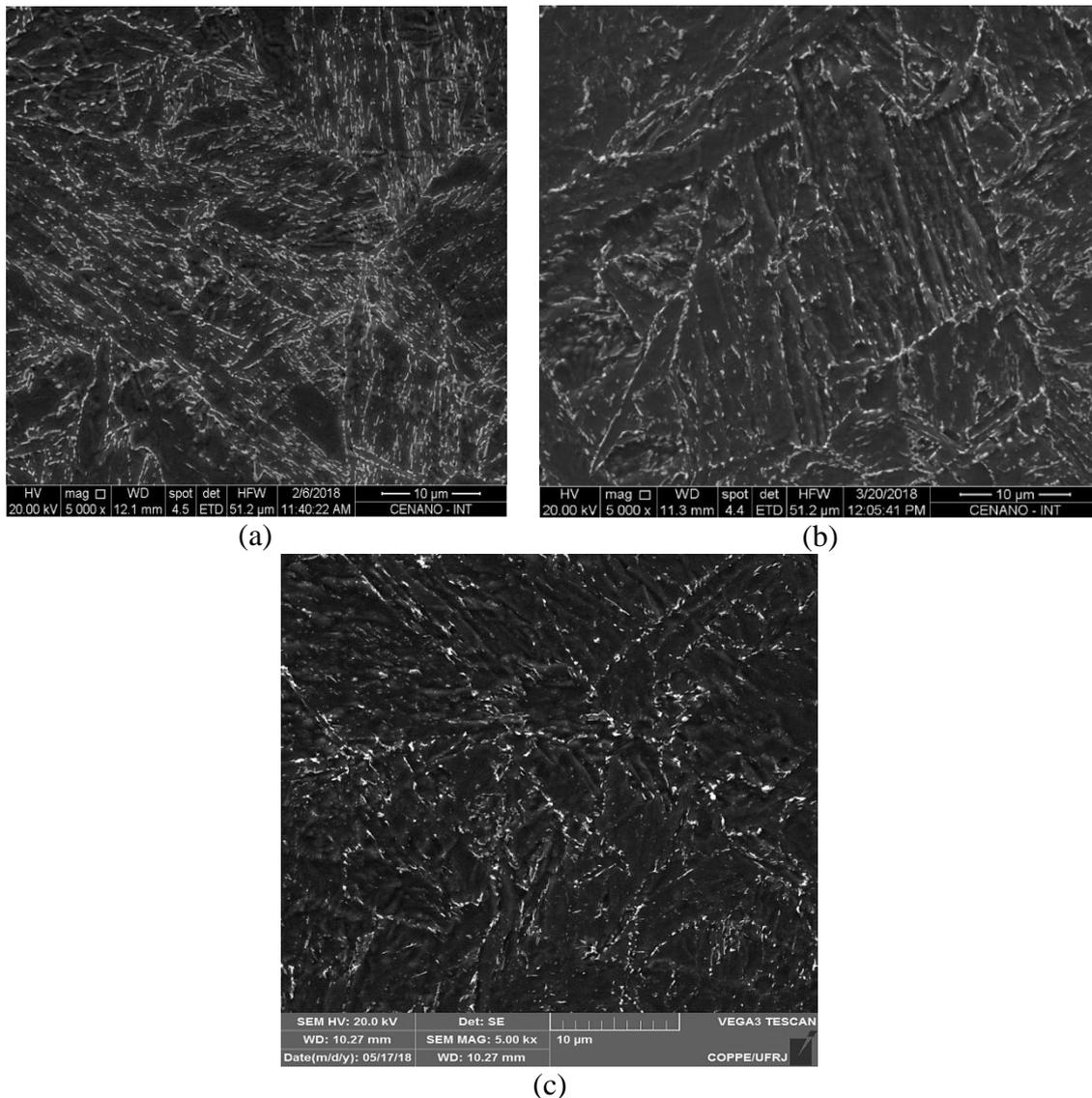


Figura 68 – Micrografias de microscopia eletrônica de varredura do aço 9%Ni temperado e revenido submetido a temperatura de pico de 500°C de ciclos térmicos de soldagem da ZTA (a) MEV polimento mecânico e ataque Nital2% (b) MEV polimento mecânico e ataque de picral 4% (c) MEV polimento eletrolítico e ataque picral 4%.

Tabela 12 - Quantificação da austenita por DRX e análise de imagens das amostras de ZTA simuladas termicamente e do metal de base do aço 9%Ni Q&T.

Temperatura de pico [°C]	1370	1100	850	75 0	700	650	600	500	MB
%Austenita [DRX]	0	0	0,6± 0,5	1± 0,5	3,1± 0,5	3± 0,5	2,7± 0,5	2,7 ±0,5	2,7± 0,5
%Austenita [Análise de imagens]	0,13± 0,02	0,3± 0,1	0,9± 0,25	1,0± 0,5	2,8± 0,4	2,9±0 ,5	2,9± 0,6	2,7± 0,4	2,4± 0,6

A Figura 69 apresenta com maior clareza a diferença de cores encontradas. A Figura 69 (a) apresenta a microestrutura no aumento de 20000x em MEV da amostra de aço 9%Ni simulada termomecanicamente à Tp de 500°C. É possível discernir facilmente a provável austenita (branca e brilhante) da cementita (cinza claro). A Figura 69 (b) ilustra a seleção do intervalo de cores que representam a austenita e com isso sua posterior quantificação pôde ser estabelecida.

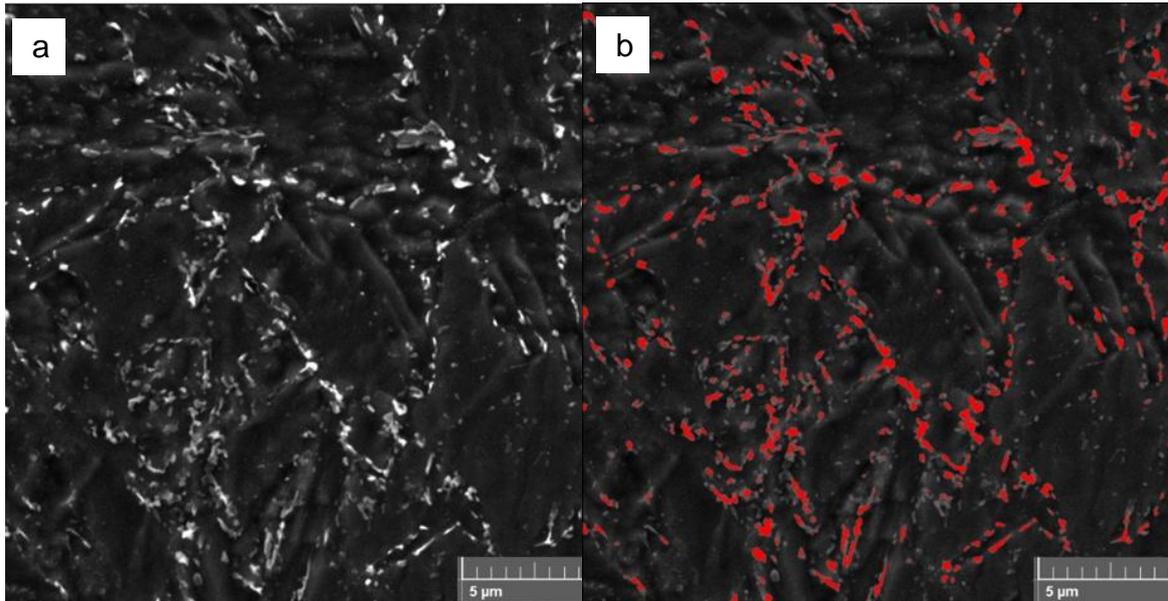


Figura 69 - Medição da austenita na amostra de simulação de ZTA à tp de 500°C no aço 9%Ni (a) Imagem obtida no MEV 20000x and (b) Quantificação da austenita (fase branca colorida em vermelho) em (a) por meio da diferença de níveis de cinza por análise de imagens.

A identificação e diferenciação entre a austenita e cementita foram sustentadas com base também no bom acordo entre a quantidade de austenita observada nas micrografias e as análises de DRX. A Figura 70 apresenta alguns exemplos de microestruturas no aumento de 20.000x via MEV dos corpos de prova de simulação da ZTA, nas temperaturas de pico de 500, 700, 850 e 1.370°C. À medida que a temperatura de pico aumenta há pouca ou nenhuma evidência das frações brancas. Na amostra de TP de 1.370°C, por exemplo, Figura 70 (d), quase nenhuma área branca é observada o que corrobora com o resultado de DRX que não apresentou nenhum pico de austenita para esta condição. Esta constatação contribui para validar a hipótese que permite creditar às áreas brancas a classificação de austenita. Quanto à cementita, a literatura aponta que o

interior da bainita coalescida contém cementita precipitada, que por sua vez possui coloração cinza clara [29-31].

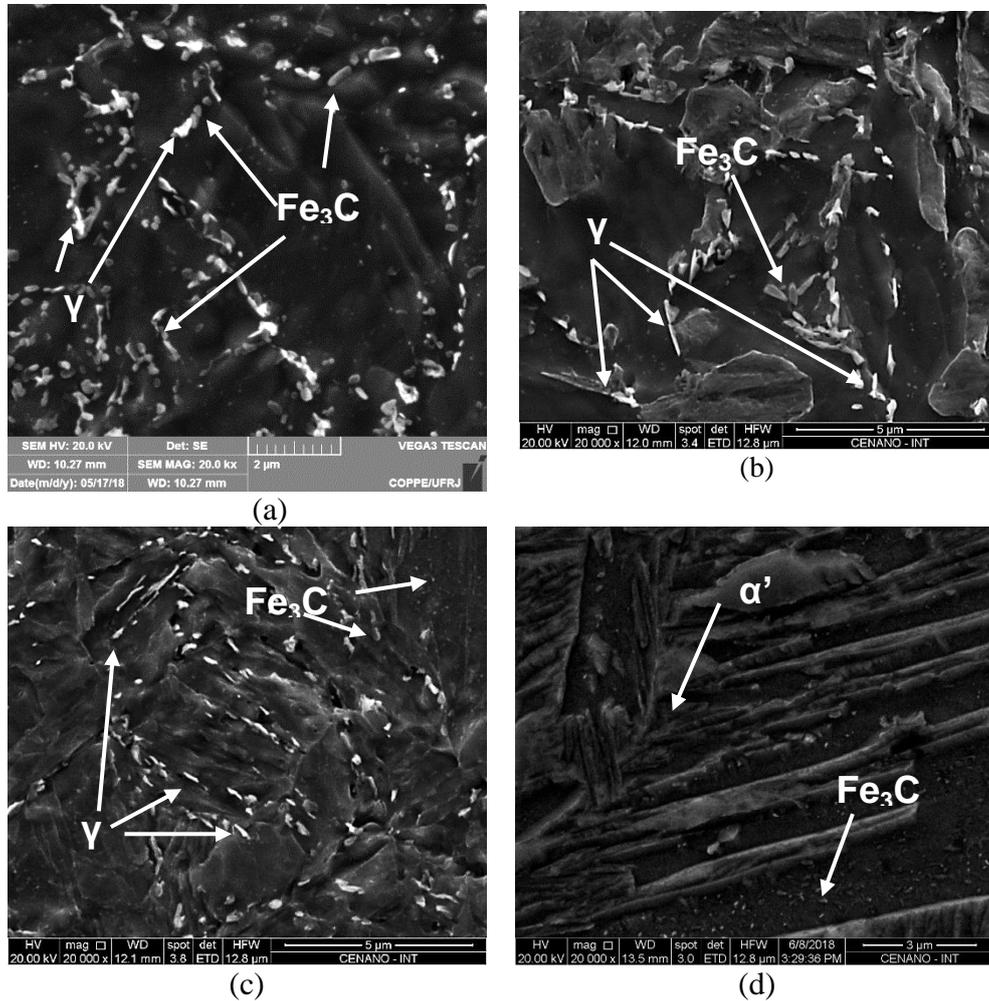


Figura 70 - Scanning electron macrographs of the quenched and tempered 9%Ni steel submitted to different welding thermal cycles of the heat affected zone: peak temperatures of (a) 500°C, (b) 700°C, (c) 850°C e (d) 1370°C Electrolytic polishing and picral 4% etching.

Uma vez identificadas, as partículas brancas, consideradas austenita, foram contabilizadas e análises matemáticas puderam ser realizadas nelas tanto no metal de base, quanto nas amostras de simulação da ZTA. A Figura 71 apresenta os histogramas das áreas das partículas brancas e a Tabela 13 apresenta o número total de precipitados de austenita. Para posteriores análises, determinou-se que as partículas menores que 0,0242 mm² são consideradas pequenas e acima desta, grandes. A Tabela 13 ainda apresenta a razão de circularidade (de 1:1 entre a largura e comprimento) das partículas em cada condição, como pode ser observado.

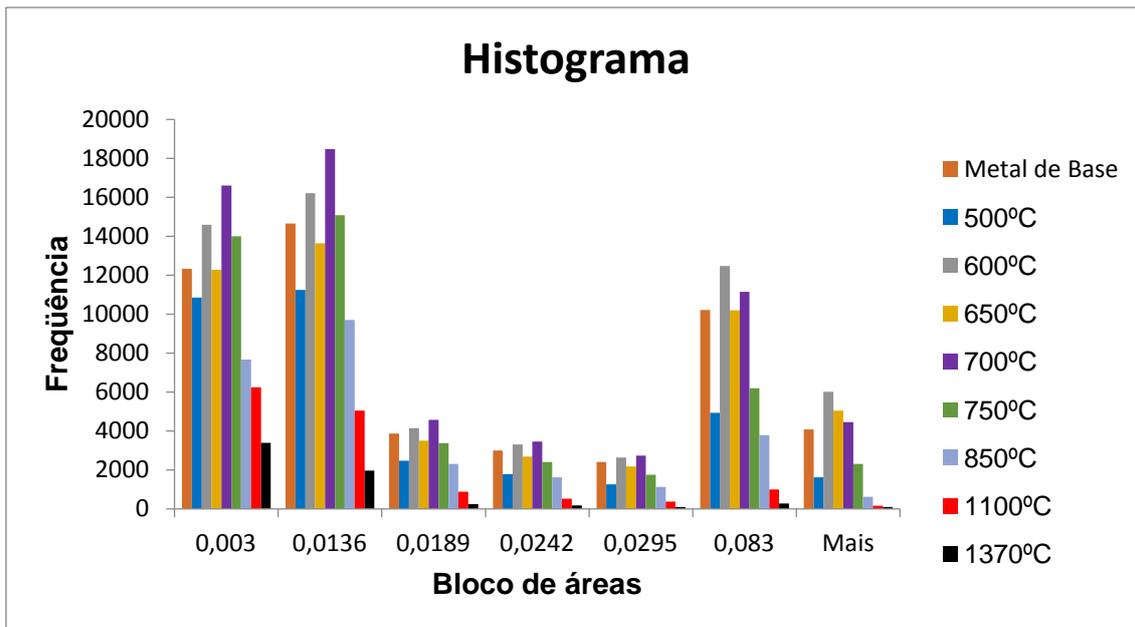


Figura 71 – Histograma das áreas das partículas de austenita no metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido e das amostras de simulação da ZTA.

Tabela 13 - Análise de partículas nas amostras de simulação da ZTA e no metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido.

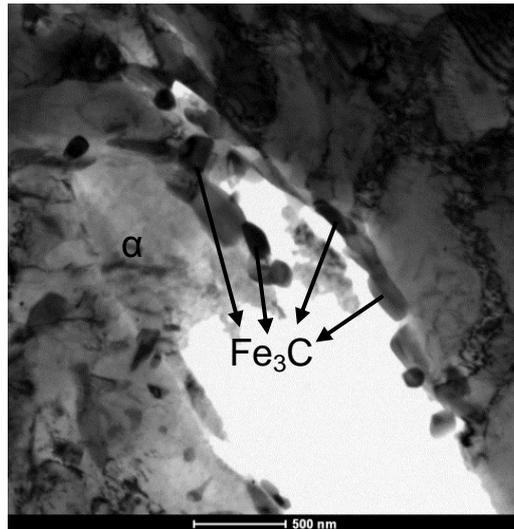
Temperatura de pico [°C]	500	600	650	700	750	850	1100	1370	MB
Número total de partículas	34144	59346	49508	61405	45099	26795	14214	6208	50513
Número de partículas <0,0242mm ²	26343	38226	32101	43079	34856	21289	12690	5746	33828
Número de partículas >0,0242mm ²	7801	21120	17407	18326	10243	5506	1524	462	12617
Número de partículas Circulares (razão 1:1)	22679	33617	28394	35637	29684	17976	10936	4277	28995

4.6. Microscopia eletrônica de transmissão

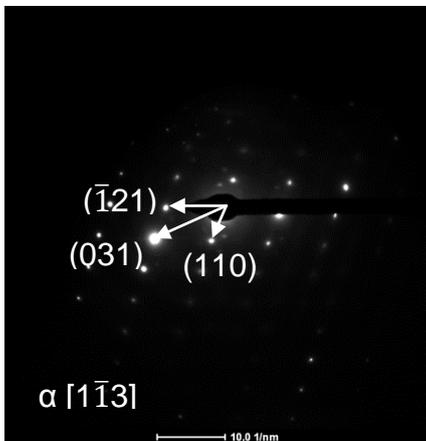
As amostras de ciclo térmico de soldagem, simuladas à temperatura de pico de 600°C, 700°C e 1.370°C foram observadas por microscopia eletrônica de transmissão nos modos de imagem de padrão de difração (TEM) e STEM (*scanning transmission electron microscopy*). A morfologia e a posição da austenita e cementita foram avaliadas em cada uma das três condições, quando identificadas.

4.6.1. Microscopia eletrônica de transmissão da amostra de Tp de 600°C

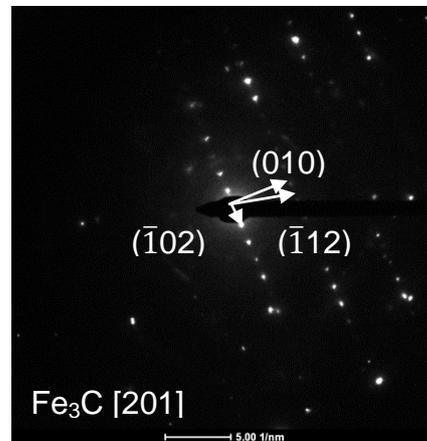
A Figura 72 apresenta a micrografia do aço 9%Ni temperado e revenido submetido ao ciclo térmico de temperatura de pico de 600°C no modo de imagem TEM. As indexações dos padrões de difração da matriz e dos precipitados, Figura 72 (b) e (c), levaram à caracterização de ferrita e cementita, respectivamente,. Apesar de ter sido exaustivamente procurada nas três amostras preparadas, a austenita não foi encontrada nas análises via MET para este caso. Uma vez em que nesta condição foi constatada a presença de austenita por DRX, a pequena área de análise e a baixa fração de austenita reduziram a probabilidade de encontrá-la.



(a)



(b)



(c)

Figura 72 - Imagens de MET do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 600°C.(a) Bright Field (b) Padrão de difração da ferrita (c) Padrão de difração da cementita.

4.6.2. Microscopia eletrônica de transmissão da Tp de amostra de 700°C

A Figura 73 apresenta a microestrutura da amostra de TP de 700°C observada no MET, onde a indexação do padrão de difração em um grão de morfologia de gota com contraste de difração bem definido permitiu a caracterização da austenita, conforme apresentada na Figura 73 (c). A matriz ferrítica também foi identificada por meio de padrão de difração, conforme ilustra a Figura 73 (d).

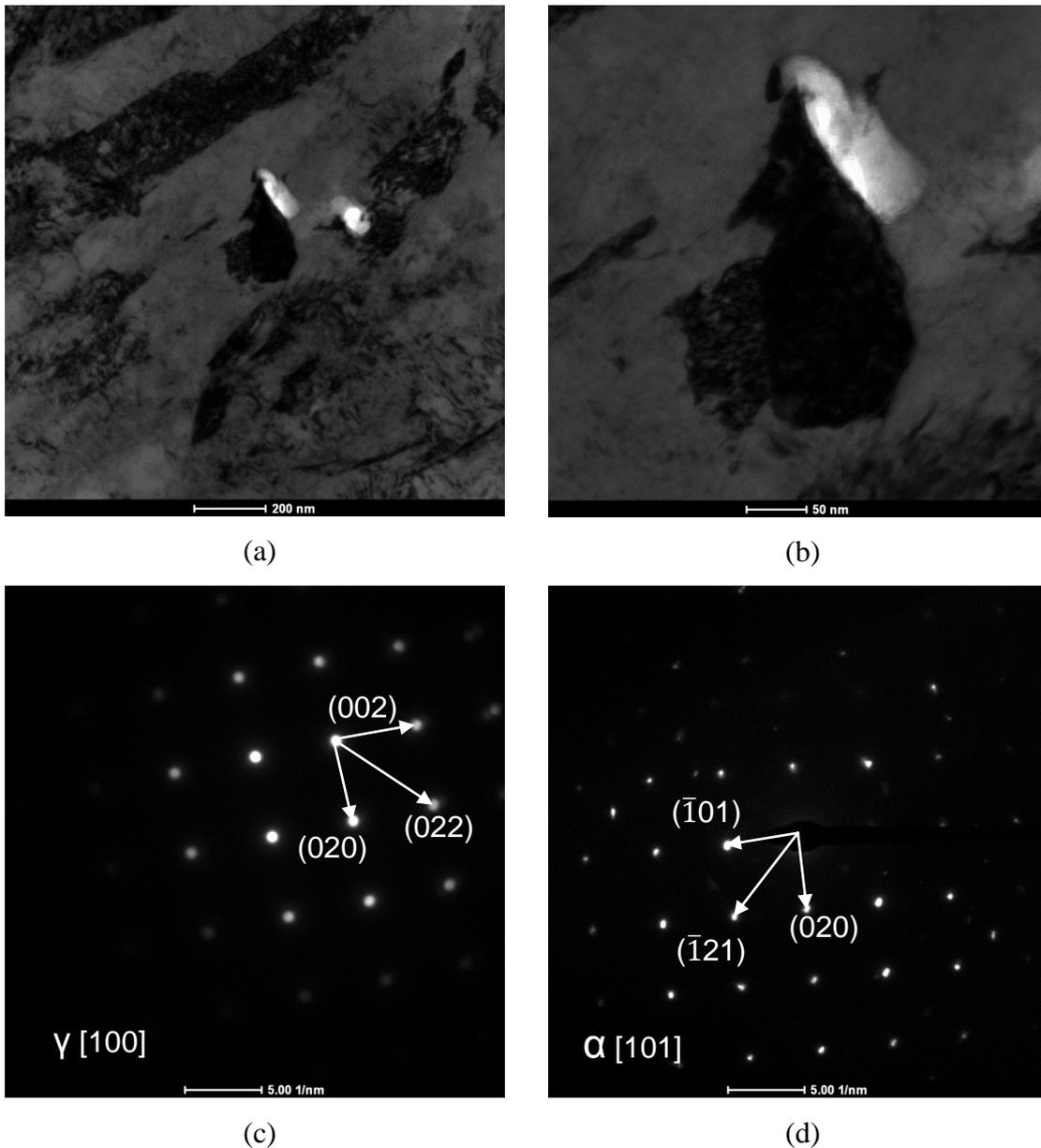


Figura 73 - Imagens de MET do aço 9%Ni temperado e revenido submetido á temperatura de pico de 700°C. (a) austenita presente na matriz ferrítica e (b) detalhe para a austenita e (c) pd da austenita e (d) pd da ferrita.

Apesar de se ter inferido a presença da cementita por microscopia eletrônica de varredura, ela não foi identificada no modo de transmissão para esta condição. Presume-se que a cementita tenha sido arrancada durante o preparo da amostra durante o furo eletrolítico (Tenupol®), pois, ao percorrer toda a região fina analisada ela não foi encontrada e observou-se vários orifícios (buracos) ao longo da microestrutura em posições características de precipitação da austenita, inclusive ao redor da própria austenita indexada (Figura 73-b) [63]. Desta forma não foi possível encontrar e indexar

o padrão de difração da cementita na amostra submetida à temperatura de pico de 700°C.

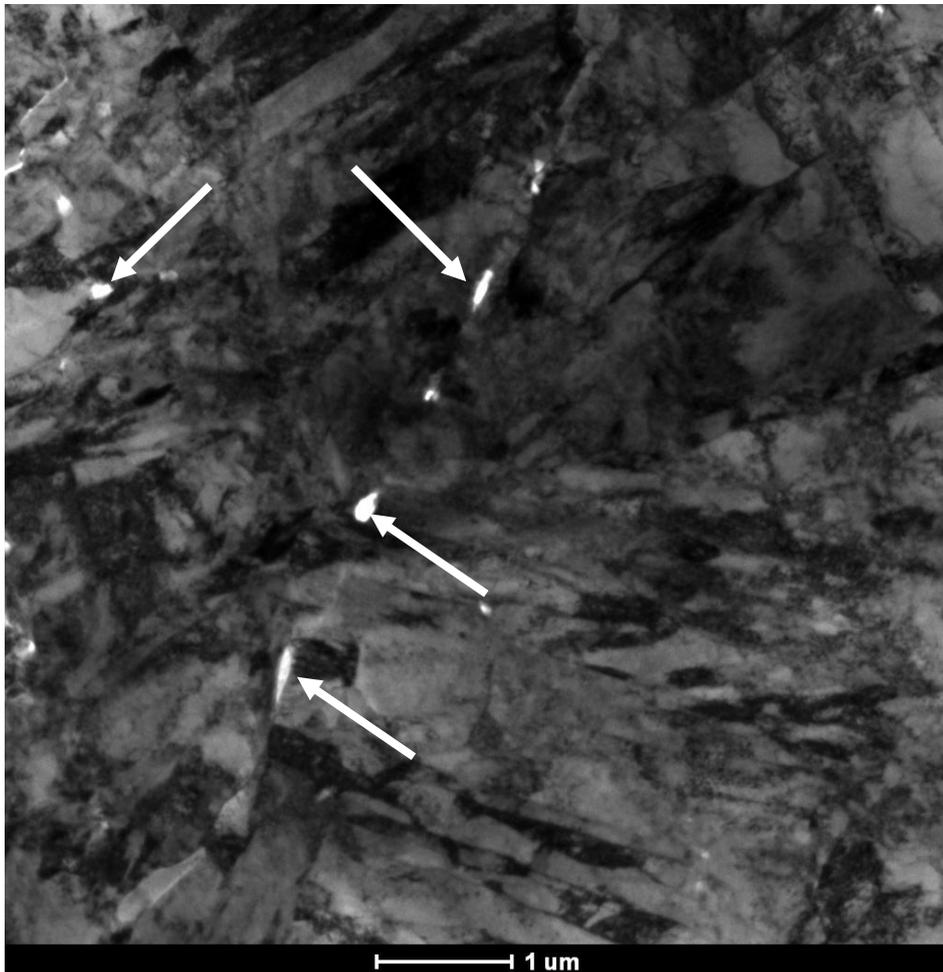


Figura 74 - Imagem de MET do aço 9%Ni temperado e revenido submetido à temperatura de pico de 700°C.

A Figura 75 e a Figura 76 apresentam uma imagem no modo STEM obtida de um precipitado da matriz. Os precipitados são provavelmente austenita devido ao alto pico de níquel detectado na varredura por EDS da composição química. Como o ferro está presente em maior quantidade do que os demais elementos ele foi desconsiderado na análise para que o perfil de intensidade do níquel e manganês pudesse ser melhor observado. Não foi possível avaliar a variação de carbono por esta técnica. No modo TEM a imagem observada é muito diferente do modo STEM o que dificultou encontrar os mesmos precipitados para realizar o padrão de difração uma vez que a região foi perdida durante a análise.

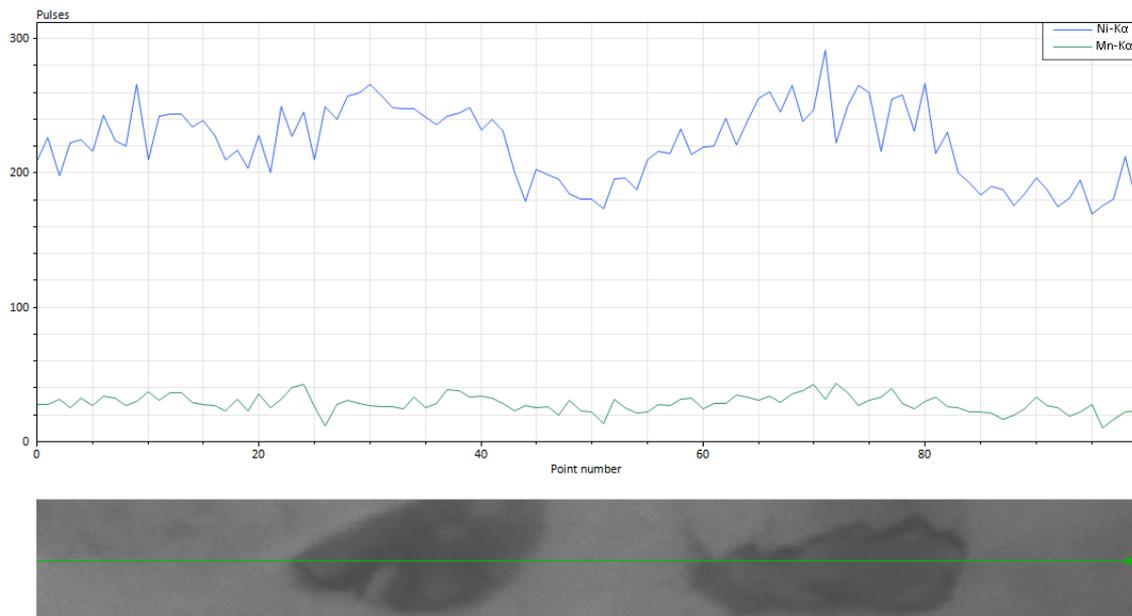


Figura 75 - Mapa de EDS de precipitados no interior do grão no modo STEM da amostra de Tp de 700°C considerando os elementos Ni e Mn.

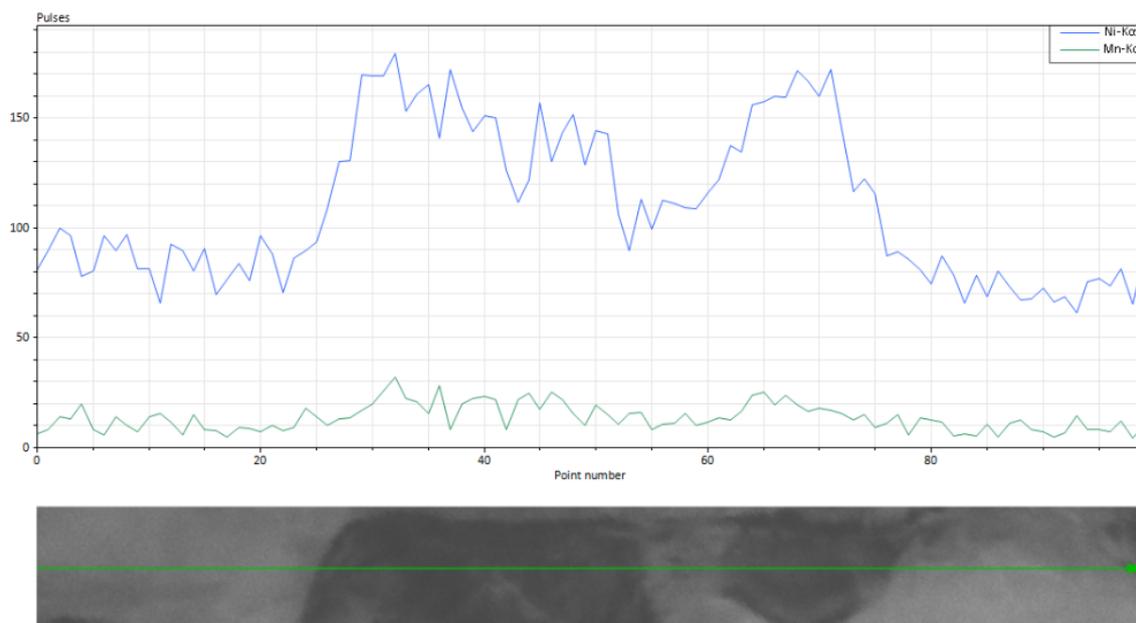
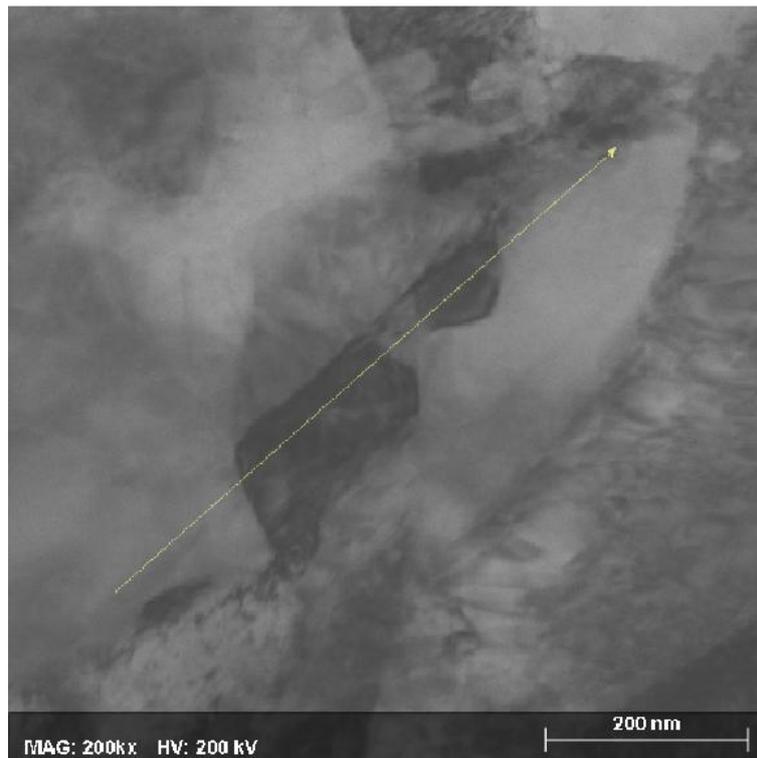
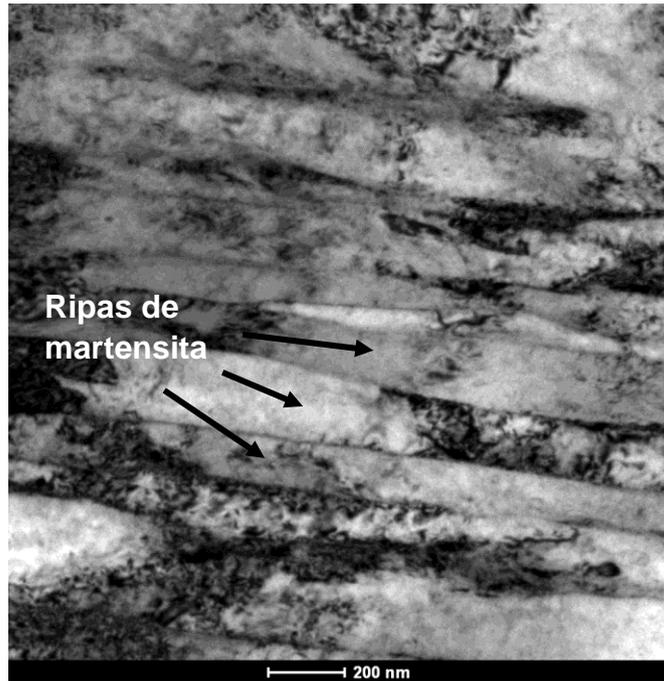
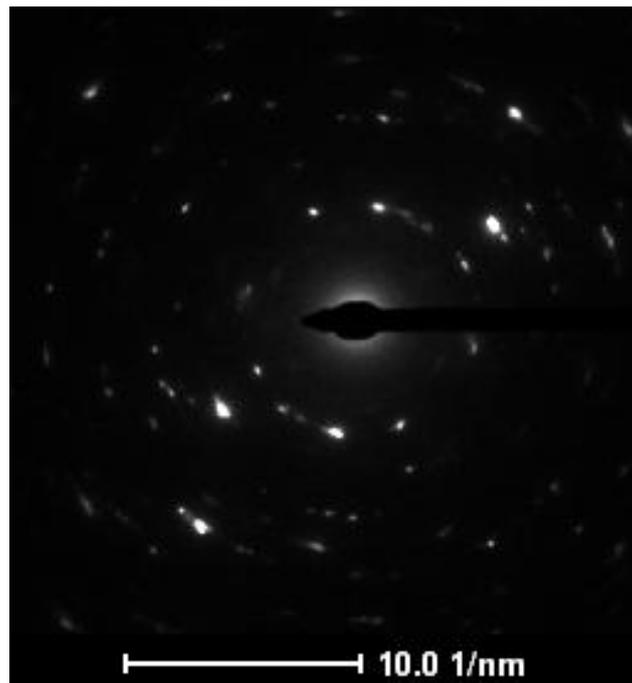


Figura 76 - Mapa de EDS de precipitados no contorno do grão no modo STEM da amostra de Tp de 700°C considerando os elementos Ni e Mn.

A Figura 77 (a) apresenta a morfologia das ripas de martensita e a Figura 77 (b) mostra seu padrão de difração onde é possível observar uma estrutura policristalina, correspondendo às várias ripas de martensita observadas.



(a)



(b)

Figura 77 - Micrografia de MET da amostra de aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de soldagem à temperatura de pico de 700°C. (a) Morfologia das ripas de martensita (b) Padrão de difração correspondente.

4.6.3. Microscopia eletrônica de transmissão da amostra de Tp de 1.370°C

A Figura 78 apresenta a microestrutura da amostra de aço 9%Ni submetida à temperatura de pico de 1370°C, constituída em sua maioria por martensita. A Figura 79 (a) apresenta bainita coalescida por entre as ripas de martensita, onde o detalhe Figura 79 (b) e (c) mostram os precipitados, que segundo a literatura são precipitados de cementita em seu interior [30-32].

O padrão de difração apresentado na Figura 79 (d) contém mais de um grão de martensita e também contém o padrão da cementita. Segundo a literatura a austenita retida nesta condição está disposta em forma de filmes na borda da bainita coalescida [30]. Para obter o padrão de difração da austenita nesta condição seria necessário diminuir ainda mais a abertura do diafragma para garantir que o feixe de elétrons incidisse somente sobre ela ou obter uma angulação da amostra de tal forma que o eixo de zona permitisse obter padrões de difração da austenita e martensita fáceis de serem diferenciados. Como não houve êxito em nenhuma das alternativas, não foi possível obter o padrão de difração da austenita retida neste caso. Pelo mesmo motivo o padrão de difração dos precipitados de cementita no interior da bainita coalescida não foi isolado e diferenciado dos demais padrões identificados na área de análise.

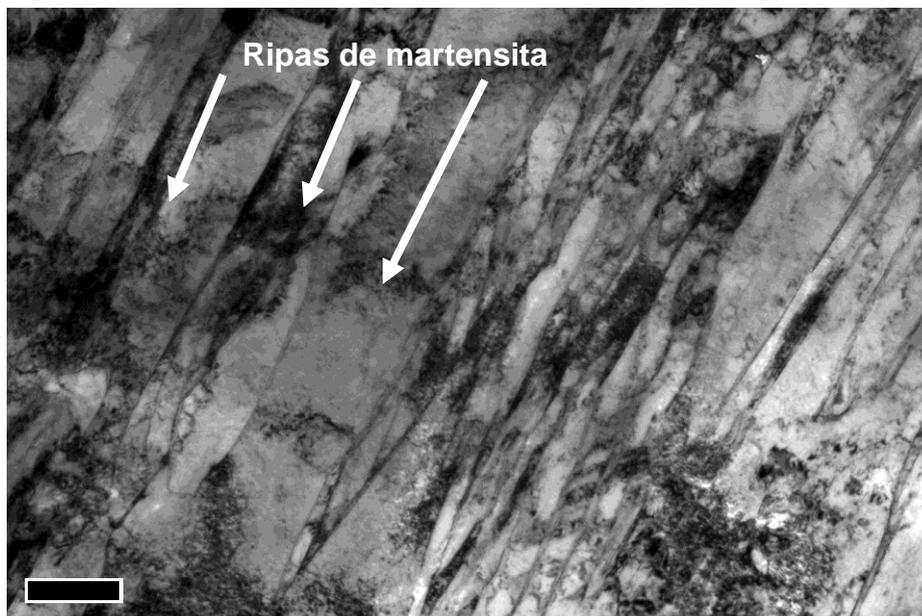
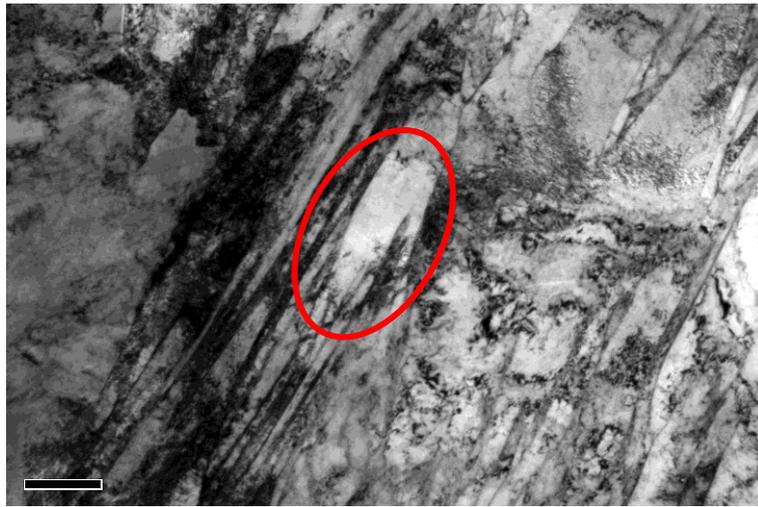
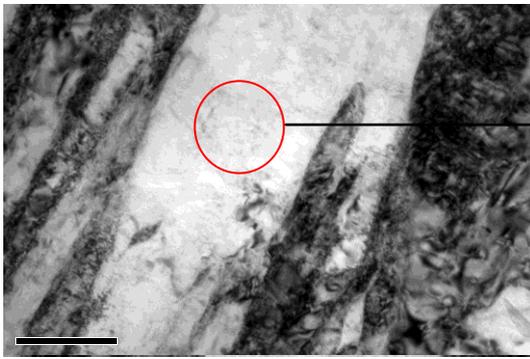


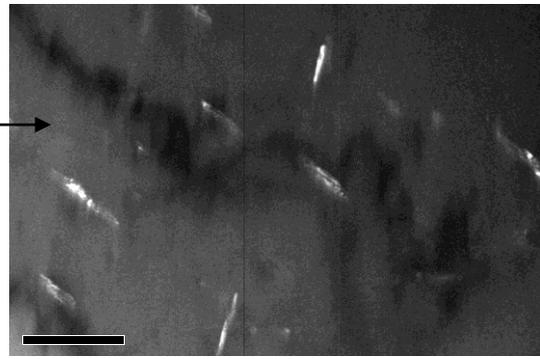
Figura 78 - Micrografia de MET da amostra de aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de soldagem à temperatura de pico de 1370°C. Morfologia das ripas de martensita.



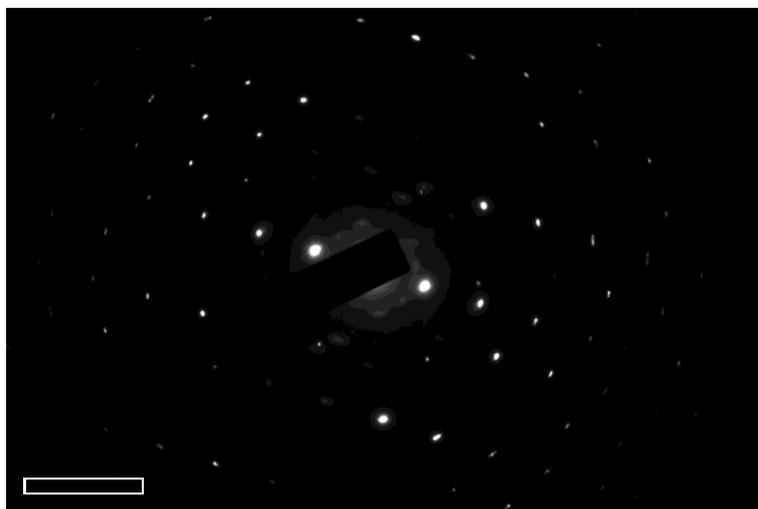
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 79 - Micrografia de MET da amostra de aço 9%Ni temperado e revenido submetido à ciclo térmico de soldagem à temperatura de pico de 1370°C. (a) Morfologia das ripas de martensita (b) Padrão de difração correspondente.

4.7. Dureza

A dureza Vickers HV10 das amostras de simulação da ZTA e do metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido foram medidas e estão presentes na Figura 80. Observa-se que as durezas das amostras submetidas às temperaturas de pico de 500°C, 600°C e 650°C permaneceram próximas à do metal de base, aumentaram consideravelmente nas amostras de Tp de 700°C, 750°C e 850°C e obtiveram uma leve caída nas temperaturas de pico de 1.100°C e 1.370°C.

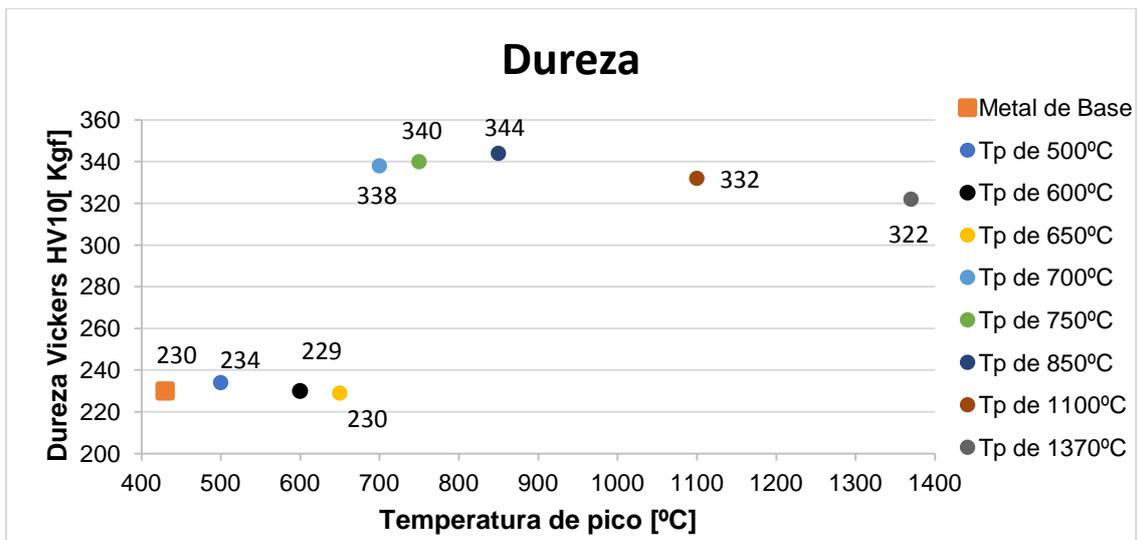


Figura 80 – Dureza HV10 das amostras de simulação da ZTA e do metal de base do aço 9%Ni temperado e revenido.

4.8. Análise microestrutural do passe de acabamento da junta real

O resultado da simulação computacional do passe de acabamento está presente no item 3.2. Simulação computacional, deste documento e conforme já mencionado, cada temperatura de pico no ciclo térmico de soldagem gerado na ZTA está a diferentes distâncias da linha de fusão, conforme apresentado na Tabela 7. As distâncias aferidas por simulação foram rebatidas na ZTA do passe de acabamento da junta soldada real e as suas microestruturas foram avaliadas via MEV, conforme apresentada na Figura 81.

Uma posterior correlação entre as microestruturas obtidas por simulação termomecânica com as microestruturas correspondentes na ZTA da solda real também foi realizada.

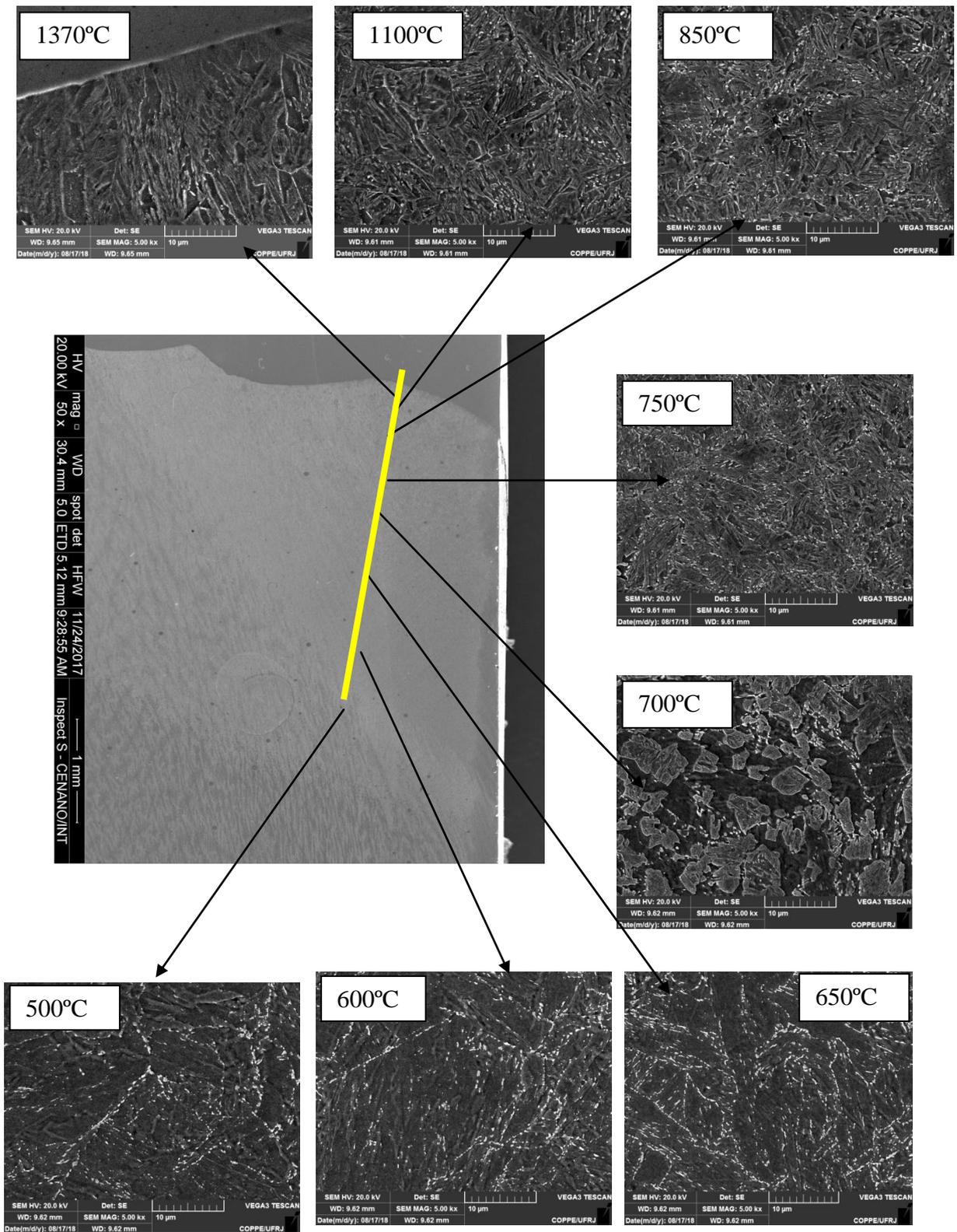
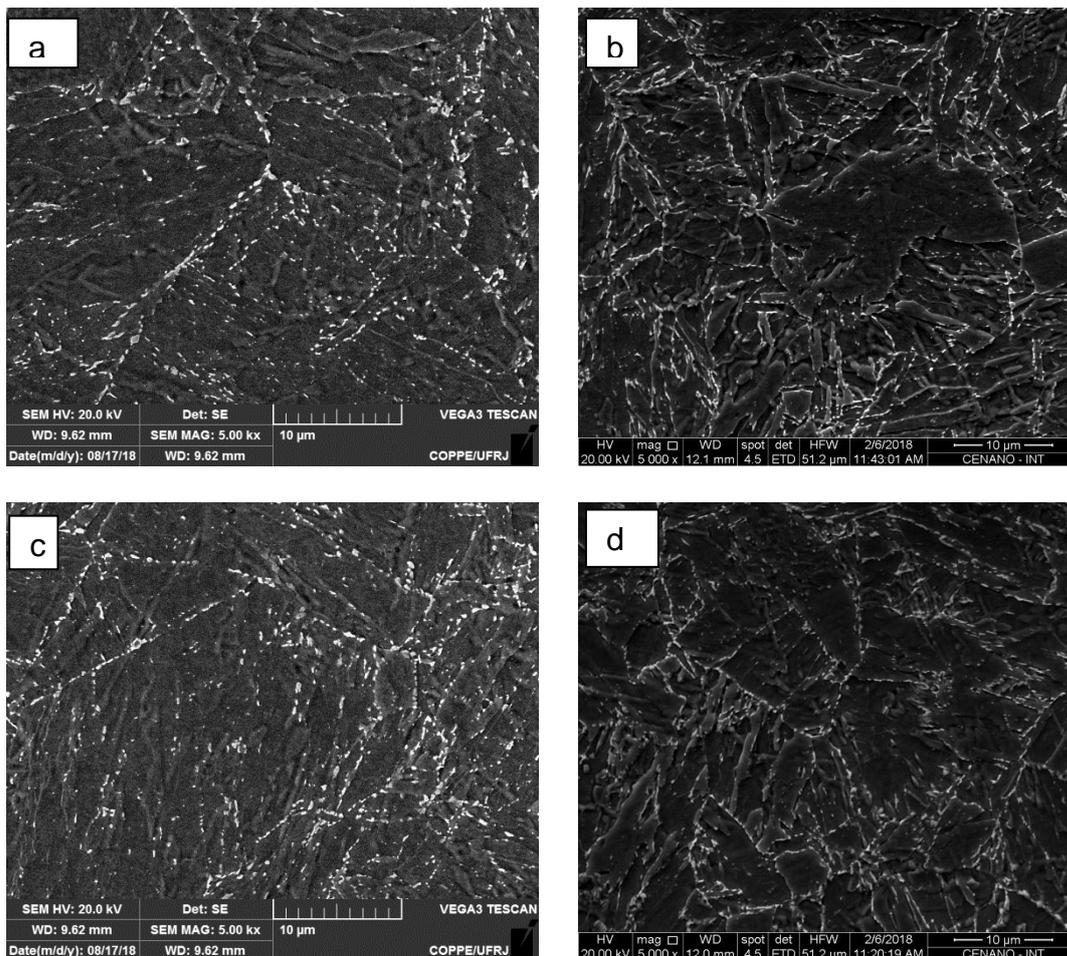
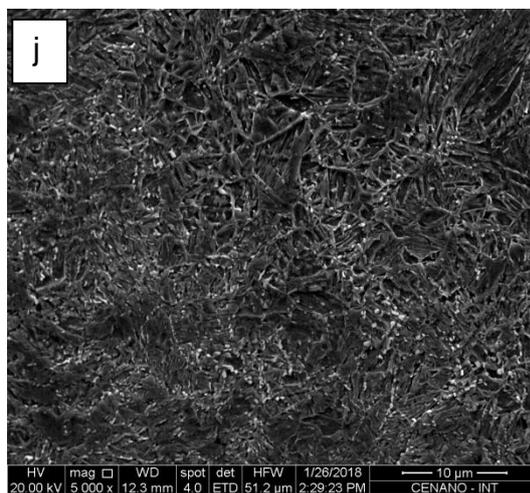
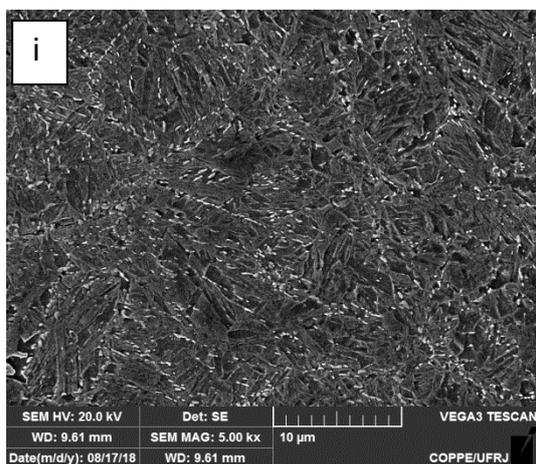
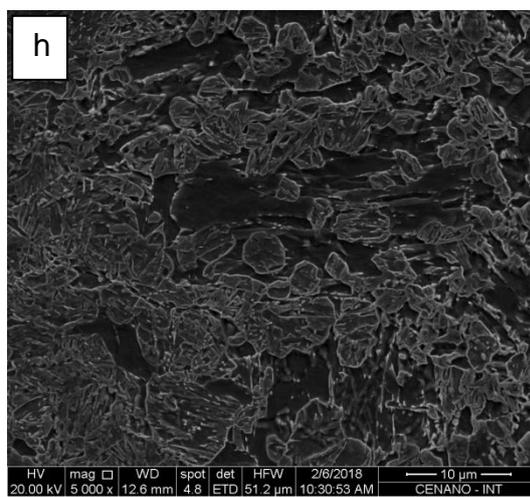
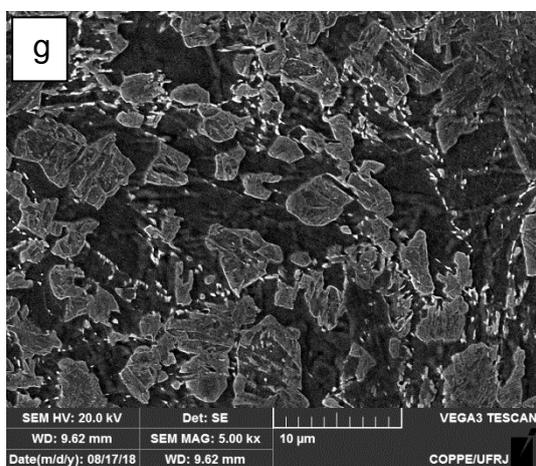
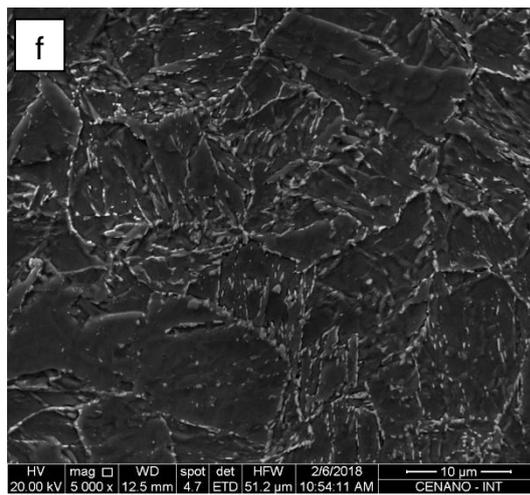
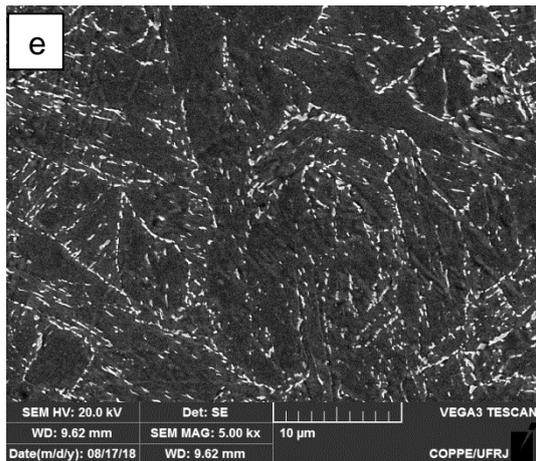


Figura 81 - Microestrutura da ZTA da solda real nas respectivas distâncias dimensionadas na simulação computacional dos ciclos térmicos submetidos às temperaturas de pico de 500°C, 600°C, 650°C, 700°C, 750°C, 850°C, 1100°C e 1370°C apontadas na Tabela 7.

A Figura 82 apresenta uma comparação entre as microestruturas das amostras de simulação da ZTA com as microestruturas encontradas na ZTA da solda real. O bom acordo entre elas mostra o quão bem a simulação representou a realidade. Assim como nas microestruturas das amostras de simulação da ZTA, as regiões da solda real referente às Tps de 500°C, 600°C e 650°C são provavelmente compostas por uma matriz ferrítica e precipitados de cementita e austenita. A posição da Tp de 700°C na solda real também possui áreas martensíticas oriundas da austenitização parcial, grãos ferríticos, austenita e possível cementita. As microestruturas das regiões referentes às Tps de 750°C e 850°C são majoritariamente martensíticas com alguma austenita e à 1.100°C e 1.370°C temos martensita e bainita coalescida assim como encontrado nas amostras de simulação da ZTA.





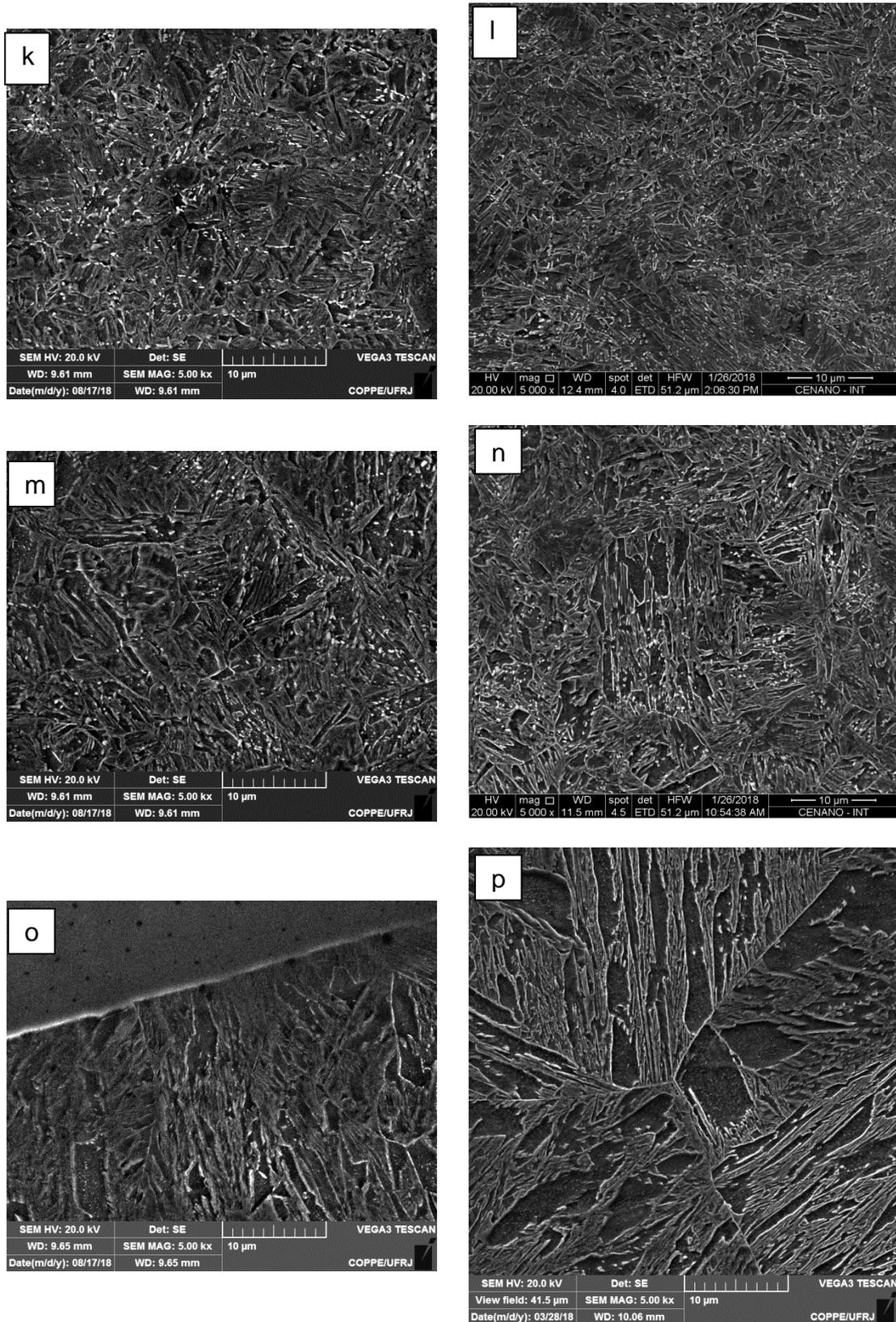


Figura 82 - Comparação entre as microestruturas da ZTA da solda real e das amostras de simulação da ZTA. Lado esquerdo: solda real nas respectivas posições das temperaturas de pico da simulação computacional. Lado direito: amostras da ZTA simulada, onde (b) 500°C, (d) 600°C, (f) 650°C, (h) 700°C, (j) 750°C, (l) 850°C, (n) 1100°C, (p) 1370°C.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este item apresentará uma análise da microestrutura da ZTA do passe de acabamento da junta soldada de aço 9%Ni temperado e revenido com base nos métodos de caracterização microestrutural utilizados nas amostras de simulação termomecânica.

5.1. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à T_p de 500°C

A amostra submetida à temperatura de pico de 500°C não atingiu Ac_1 como se pode observar na curva de dilatométrica da Figura 56 (a). Desta forma, como não sofreu austenitização, a sua microestrutura, Figura 58 (a) e (b), se manteve similar à do metal de base, composta por uma matriz ferrítica, austenita reversa e cementita precipitada nos contornos de grãos de austenita prévia, o que corrobora com os resultados de microestrutura obtidas nos trabalhos de Nippes [13] e Brophy e Miller [24] para condições similares, onde foi empregado temperatura de pico de 500°C em amostra de aço contendo 9% de níquel. Como se pode conferir na Figura 80, a sua dureza, 234 HV10, permaneceu próximo do metal de base 230 HV10. O seu tamanho de grão apresentou pequeno decréscimo, 5,7 μm em relação ao MB, Tabela 10, contudo provavelmente esta variação não adveio do ciclo térmico, uma vez que a amostra não austenitizou e sim de possíveis heterogeneidades do tamanho de grão da própria amostra como recebido. A fração de austenita obtidas tanto por DRX quanto por análise de imagens foram coincidentes com as medidas do metal de base, conforme observado na Tabela 12, o que reforça ainda mais a ausência de mudança microestrutural nesta condição.

5.2. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à T_p de 600°C

A amostra simulada à temperatura de pico de 600°C apresentou comportamento semelhante ao de 500°C, com microestrutura similar à do metal de base, como se pode observar na Figura 58 (c) e (d), e que está de acordo com a microestrutura encontrada por Rodrigues [14] para a mesma temperatura de pico. Como se pode observar em sua curva dilatométrica, Figura 56 (b), ela também não atingiu Ac_1 e, apresentou tamanho de grão de 6,3 μm e dureza de 230 HV10, coincidentes com o tamanho de grão e dureza do metal de base, como se pode observar na Tabela 10 e Figura 80. A fração de

austenita medida por DRX e análise de imagens permaneceu próxima à do metal de base de 2,7%, Tabela 12, porém é observada na sua curva de dilatométrica uma pequena inflexão na região próxima à T_p de 600°C, indicando uma contração o que corresponde a uma possível nucleação ou crescimento da austenita. As análises de tamanho médio das partículas mostraram que em relação ao metal de base a frequência de partículas de austenita de tamanho maior aumentou na T_p de 600°C. Por se tratar de uma temperatura que favorece a formação da austenita estável durante o revenimento [2, 24] e por estar próxima à temperatura de Ac_1 , pode ser que ao ser submetido à temperatura de pico de 600°C a austenita já existente tenha experimentado uma redistribuição volumétrica da austenita já existente no metal de base em detrimento de nucleação de novas partículas, mantendo assim a mesma fração de austenita. A quantidade de partículas circulares (que possuem razão de comprimento 1:1) também aumentaram nesta condição.

5.3. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à T_p de 650°C

A amostra submetida à temperatura de pico de 650°C apresentou comportamento semelhante ao das T_p s de 500°C e 600°C e a microestrutura permaneceu similar à do metal de base, como já indicado na Figura 58 (e) e (f). Ao observar a curva de dilatométrica presente na Figura 56 (c) nota-se que a variação volumétrica versus temperatura se deu de forma linear tanto no aquecimento quanto no resfriamento, não indicando ocorrência de transformação de fase. Porém, por meio das análises da primeira derivada da curva no aquecimento foi identificado que na temperatura de 626°C há indícios de início da austenitização uma vez que se observou uma redução volumétrica no patamar de pico, como evidenciado no detalhe da Figura 56 (c). Como neste caso o delta T de energia motriz para transformação é pequeno, a cinética deve ter sido lenta para o tempo disponível ao redor dessas temperaturas no ciclo rápido de soldagem e deve haver muita pouca transformação.

Apesar de esta condição ter experimentado muito pouca austenitização por se encontrar bem no limite da região intercrítica, ainda assim espera-se uma modificação, mesmo que pequena, na fração e distribuição das partículas de austenita. Inicialmente, por conta do já citado baixo delta T de força motriz, é mais provável que a alteração seja por crescimento de partículas já existentes no metal de base do que uma nucleação expressiva e, no entanto, aparentemente não houve transformação de fase no resfriamento.

O tamanho de grão de 6,8 μm e dureza de 229 HV10 apresentados por ela ainda são próximos da dureza e tamanho de grão do metal de base, como se pode observar na Tabela 10 e Figura 80, o que contribui para evidenciar a ausência de mudança significativa na microestrutura.

A porcentagem de austenita detectada por difração de raios-x apresentou um pequeno aumento em relação ao metal de base. Análises de imagens mostraram que o número de partículas com área maior que $0,0242\mu\text{m}^2$ aumentaram de 1.4279 do metal de base para 1.7407 e não houve nucleação de partículas novas, uma vez que a quantidade de austenita com tamanho pequeno, menor que $0,0136\mu\text{m}^2$, não aumentou. Desta forma estima-se que houve um aumento no volume da austenita que já existia no metal de base, o que justifica o aumento do teor de austenita detectado pelo DRX. Este fenômeno também corrobora com os estudos de Strife e Passoja [2] e Fultz [5] ao constatarem que quando o aço 9%Ni é submetido a tempos ou temperaturas superiores à condição de revenimento, 565 a 605°C, o aumento da quantidade de austenita ocorre pelo crescimento (aumento do volume) das partículas de austenita presentes em detrimento da nucleação de novos grãos e a sua estabilidade é mantida no resfriamento uma vez que a fração soluto/volume se mantém a mesma da austenita reversa estável encontrada no metal de base.

5.4. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à T_p de 700°C

A amostra submetida à temperatura de pico de 700°C atingiu, durante o aquecimento, A_{c1} em 632°C e não alcançou A_{c3} , portanto, sua microestrutura foi parcialmente austenitizada, condição característica da região intercrítica. O tamanho de grão apresentado na Tabela 10 apresentou uma leve diminuição em relação ao metal de base uma vez que os grãos nucleados de austenita são menores que os grãos de austenita prévia do metal de base, pois, após nucleação, não tiveram tempo nem temperatura para crescimento durante o ciclo térmico de soldagem, como se pode observar Tabela 8.

A curva dilatométrica da temperatura intercrítica de 700°C, Figura 56 (d), apresentou duas inflexões no resfriamento, uma bem discreta, provavelmente referente à faixa de transformação ferrítica ou bainítica à aproximadamente 572°C e outra mais evidente correspondendo à formação da martensita (à 390°C).

Durante o aquecimento, após atingir A_{c1} , a nucleação e crescimento dos grãos de austenita ocorre nos contornos de grãos de austenita prévia com a incorporação da

cementita e, portanto, elas se formam ricas em carbono. Por não atingir temperatura de completa austenitização e experimentar logo em seguida um resfriamento rápido, as regiões que foram austenitizadas se transformaram em martensita pelo crescimento de ripas. Após resfriamento, foi observada por meio de análises de imagens (áreas brancas) uma forte presença de austenita retida no interior das ripas dos grãos martensíticos e nos contornos de grão de austenita prévia e elas apresentaram tamanho maior que o médio encontrado no metal de base, conforme observado na Tabela 13. Este fato deve ter ocorrido pois ao mesmo tempo em que os grãos de austenita reversa pré-existentes do metal de base aumentaram de volume, eles também incorporaram carbono, fazendo com que a relação volume *versus* concentração de soluto permanecessem a mesma, o que permitiu a manutenção da sua estabilidade térmica, e estes remaneceram na microestrutura mesmo após o resfriamento, o que corrobora com os estudos de Villa e Somer [64]. A observação de cementita, que pelas referências de CALPHAD, 700°C já estaria acima da temperatura de dissolução em equilíbrio da cementita, indica que as altas taxas de aquecimento não permitiram tempo suficiente para completar sua dissolução na microestrutura uma vez que análises de partículas apontaram a existência de cementita na proporção reduzida em relação ao metal de base de 11 para 5%.

As regiões do metal de base que não sofreram austenitização permaneceram como ferrita, como é possível observar na microestrutura de MEV, Figura 59 (d). Sendo assim, a microestrutura resultante durante o resfriamento se apresentou dividida entre regiões martensíticas, oriunda das áreas austenitizada, ricas em austenita retida e regiões que permaneceram ferríticas com pouca austenita e alguma cementita. A dureza aumentou 47% em relação ao metal de base devido à diminuição do tamanho de grão e à presença de martensita, conforme pode ser observado na Figura 80. Pode ser que alguma ferrita tenha sido oriunda da austenitização, porém não foi possível, observando a microestrutura, distingui-las das ferritas primárias que não foram austenitizadas.

Por ser uma amostra submetida à temperatura acima da temperatura de austenitização, também era esperado que houvesse uma maior nucleação de austenita, sendo indicado por um aumento da fração de austenita com tamanho pequeno. Por meio da análise da quantidade de austenita, observou-se um crescimento de grãos de dimensão inferior à $0,0242 \mu\text{m}^2$ em até aproximadamente 10 mil vezes em relação ao metal de base. Conforme já mencionado, os grãos grandes (maiores que $0,0242 \mu\text{m}^2$), de austenita presentes por entre as ripas de martensita também aumentaram em 3 mil partículas, comparados ao metal de base. Desta forma, a nucleação e crescimento dos

grãos de austenita, estão coerentes com os resultados de DRX que apresentou a maior quantidade de austenita nas suas medidas para esta condição, conforme observado na Tabela 12.

5.5. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à T_p de 750°C

De acordo com a curva de dilatométrica foi possível verificar que a amostra submetida à temperatura de pico de 750°C experimentou completa austenitização, atingiu durante o aquecimento A_{c1} em aproximadamente 647°C, e A_{c3} em 739°C, conforme apresentado na Figura 56 (e). No resfriamento, é possível notar a formação de martensita em sua curva de dilatométrica onde as suas temperaturas de início e de fim de transformação foram identificadas por meio da variação da primeira derivada na inflexão da curva no resfriamento. A microestrutura resultante composta majoritariamente por martensita em ripas corrobora com o estudo de Pereira [15] uma vez que encontrou resultado semelhante para a condição de ciclo térmico à mesma temperatura de pico. Um ruído bem pequeno na curva dilatométrica é reconhecido na faixa de temperatura de 400°C e pode estar relacionado a presença de outra fase, como bainita por exemplo. Observa-se na micrografia da Figura 60 (b) a presença de campos de contraste cinza escuro de aspecto mais liso que são identificados como grãos de ferrita bainítica. Apesar de toda microestrutura ter sido austenitizada, a temperatura atingida pela amostra é muito próxima à temperatura de completa austenitização e pode ser que não se tenha alcançado uma distribuição homogênea de soluto e as regiões empobrecidas deste não se transformaram em martensita. Pahuta e colaboradores [65] também inferiram a existência de ferrita em micrografias de microscopia óptica mesmo para altas taxas de resfriamento no aço 9%Ni. Nota-se também que a quantidade de austenita começa a cair drasticamente.

Segundo a literatura, a fração de austenita nas condições em que amostras de aço contendo níquel foram submetidos à temperaturas de pico acima de A_{c3} é tanto menor quanto maior for a temperatura, isto porque a concentração de solutos na austenita começa a diminuir devido ao aumento do seu volume, fazendo com que a mesma perca sua estabilidade [2, 24]. Foi detectado por DRX e análise de imagens aproximadamente 1% de austenita na T_p de 750°C. Devido às altas taxas de aquecimento e resfriamento e por esta ser uma condição próxima à A_{c3} , pode ser que apesar da completa austenitização sofrida uma total homogeneização da microestrutura não tenha sido

atingida e algumas partículas de austenita tenha maior estabilidade térmica por estarem em regiões mais ricas em soluto e ficam retida na estrutura martensítica após o resfriamento. Pelo mesmo motivo, os novos grãos de austenita nucleados permaneceram pequenos, por não possuírem tempo nem temperatura para crescimento após atingirem A_{c3} e se mantiveram próximos do metal de base, vide Tabela 10.

A dureza aumentou 48% em relação ao metal de base devido a presença majoritária da fase martensítica e ao pequeno tamanho de grão.

5.6. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 850°C

A amostra submetida à temperatura de pico de 850°C atingiu A_{c1} em aproximadamente 647°C, e A_{c3} em 757°C, desta forma a microestrutura foi completamente austenitizada, conforme apresentada na curva dilatométrica da Figura 56 (f). Durante o resfriamento, é possível notar a formação de martensita em sua curva de dilatométrica onde as suas temperaturas de início e de fim de transformação foram identificadas por análises matemáticas da curva no resfriamento. Foi identificada uma inflexão forte a baixa temperatura relacionada inicialmente à transformação martensítica. Análises mais refinadas da curva possibilitaram a identificação de outras transformações de fase, como por exemplo a formação da bainita pela pequena inflexão identificada pouco antes de M_s . Observou-se na sua microestrutura, Figura 61 (b), a presença de martensita e possíveis ferritas, pelos mesmos motivos explicitados na Tp de 750°C. Também foi observado a presença de bainita coalescida.

A fração de austenita detectada por DRX na temperatura de pico de 850°C foi de 0,6%, menor que na Tp de 750°C, o que reforçou ainda mais a teoria de que a medida que a temperatura de pico aumenta a austenita perde a sua estabilidade [2, 24].

Por ter sido submetida à 100°C acima de A_{c3} e em um tempo curto de aproximadamente 4 segundos e o os novos grãos de austenitizados permaneceram pequenos, próximos ao do metal de base, vide Tabela 10.

A dureza aumentou 50% em relação ao metal de base devido à presença majoritária da fase martensítica.

5.7. Condição de ciclo térmico de ZTA simulada à Tp de 1100°C e 1370°C

A curva de dilatométrica das amostras de aço 9%Ni submetido às temperaturas de 1100°C e 1370°C observados na Figura 56 mostram que, durante o aquecimento, Ac_1 e Ac_3 foram 673 e 752°C para a amostra de Tp de 1100°C e 676 e 764°C para 1370°C. Após atingir Ac_3 , o crescimento de grão de austenita prévia começa a ocorrer a partir da dissolução total dos carbetos e quando há força motriz suficiente para movimentação de interface e ele é tanto maior quanto maior temperatura de pico [12,66] o que corrobora com os resultados deste trabalho uma vez que o tamanho de grão atingido nas Tps de 1100°C e de 1370°C foram superiores ao do metal de base, sendo que este último apresentou crescimento ainda maior que o primeiro, conforme pode ser observado na, Tabela 10.

Durante o resfriamento, a curva dilatométrica das Tps de 1100°C e 1370°C, Figura 56 (g) e (h) também apresentam no resfriamento inflexões referentes à transformação martensítica e bainítica. Analisando a microestrutura em MEV, observou-se que a morfologia da bainita presente é reportada na literatura como bainita coalescida, apontada na Figura 63 por Bc. Conforme já reportado na revisão bibliográfica, a morfologia típica da bainita coalescida é caracterizada por possuir contornos enriquecidos em carbono e cementita precipitada em seu interior [30]. A literatura ainda aponta que a bainita coalescida é geralmente acompanhada pela martensita, bainita superior e/ou inferior e se forma quando Bi e Mi são próximos, o que se pode constatar ao avaliar a Tabela 9, onde se pode observar que para todas as condições de ocorrência da bainita coalescida as suas temperaturas de formação estão próximas à da martensita [67].

As análises na curva de dilatométrica da amostra de Tp de 1370°C apresentaram duas inflexões nitidamente marcadas durante o resfriamento. A primeira inflexão referente à formação da bainita coalescida mostrou comportamento mais definido e evidente, que pode estar relacionado a uma maior proporção da fase, de aproximadamente 15%, na microestrutura. Já a segunda inflexão está relacionada provavelmente à formação da martensita. Análises da microestrutura em MEV corroboram com as fases e constituintes encontrados na dilatométrica. A Figura 62 e a Figura 63 mostram que as condições de TP de 1100°C e 1370°C são constituídas majoritariamente por martensita e bainita coalescida. Diferente da Tp de 1370°C, a Tp de 1100°C possui evidências de austenita retida após o ciclo térmico.

A dureza destas duas amostras está presente na Figura 80 e pode-se perceber que elas apresentaram uma leve queda em comparação com as amostras elevadas à temperatura de pico entre 700 e 850°C devido ao aumento do tamanho de grão visto que a microestrutura predominante entre ambas é a mesma, martensítica. Grãos grosseiros e a presença de bainita coalescida contribuíram para abaixar a dureza destas amostras; o maior tamanho de grão por levar a uma diminuição da densidade de contornos de grãos, o que confere menos barreiras à deformação e a bainita coalescida, por possuir dureza inferior à martensita. No caso da amostra de temperatura de pico de 1370°C, por apresentar uma grande fração de bainita coalescida, como o ensaio de dureza foi realizado com uma carga de 10 kilos, HV10, este promoveu indentações que abrangeram regiões homogêneas contendo martensita e bainita coalescida, o que abaixou a dureza desta condição em relação à Tp de 1100°C. A dureza na amostra de Tp de 1100°C foi de 332 HV10 e na Tp de 1370°C foi de 322HV10, ou seja, aumentaram em 44 e 38%, respectivamente, em relação ao metal de base. Estes resultados estão de acordo com os trabalhos de Nippes [13] e Pereira [15] que encontraram nas amostras submetidas aos ciclos térmicos de temperatura de pico de 1300°C e 1450°C maior tamanho de grão e valores de dureza um pouco abaixo dos avaliados à 1000°C e 1250°C, respectivamente.

5.8. Influência da taxa de aquecimento nas temperaturas Ac1 e Ac3

No equilíbrio, conforme reportado por Ahsan [5], Ac₁ é 602°C e Ac₃ 705°C, no ThermoCalc®, foi visto que Ac₁ e Ac₃ são 555°C e 695°C, respectivamente. Ao submeter o aço 9%Ni a taxas de aquecimento mais elevadas, como por exemplo, a 110°C/s no equilíbrio, Jahrsengene e colaboradores [68] encontraram Ac₁ de 660°C e Ac₃ de 750°C, superiores aos reportados no equilíbrio. Este resultado já era previsto na literatura, pois, devido às altas taxas de aquecimento em que os ciclos térmicos de soldagem são submetidos, um superaquecimento pode ser necessário para que a transformação da austenita ocorra, implicando no aumento das temperaturas de transformação de fases, Ac₁ e Ac₃ [12]. Desta forma, a taxa de aquecimento pode ser mais rápida do que o tempo de equilíbrio necessário para que a transformação ocorra, ou seja, a cinética de transformação austenítica não acompanha a cinética da taxa de

aquecimento e a austenita necessite de uma temperatura mais elevada para acontecer [69].

Os resultados encontrados neste trabalho não foram diferentes. Conforme apresentado em maiores detalhes no item 4.2. Dilatometria, encontrou-se por meio de ensaios dilatometria com aplicação de ciclo térmico de soldagem conforme simulação computacional, Ac_1 e Ac_3 médios de $650^{\circ}C$ e $753^{\circ}C$, respectivamente. Foi observado também que, quanto maior a temperatura de pico, maior foi a taxa de aquecimento encontrada e, portanto, maior as temperaturas Ac_1 e Ac_3 .

A Figura 83 apresenta as temperaturas de transformações Ac_1 e Ac_3 referente aos ciclos térmicos de temperatura de pico de 700 , 850 , 1.100 e $1.370^{\circ}C$. Pode-se perceber claramente o aumento de Ac_1 e Ac_3 com o aumento da taxa de aquecimento. Nota-se que o aumento de Ac_1 foi mais pronunciado dentre as taxas de aquecimento analisadas, já Ac_3 se manteve mais constante, porém, é maior do que às reportadas no equilíbrio. Isto deve ter ocorrido pois, como se trata de altas taxas de aquecimento, a cinética para formação da austenita é menor do que aquela do equilíbrio e, uma vez nucleada a uma temperatura superior à de equilíbrio, a sua completa austenitização é pouco influenciada pela taxa de aquecimento.

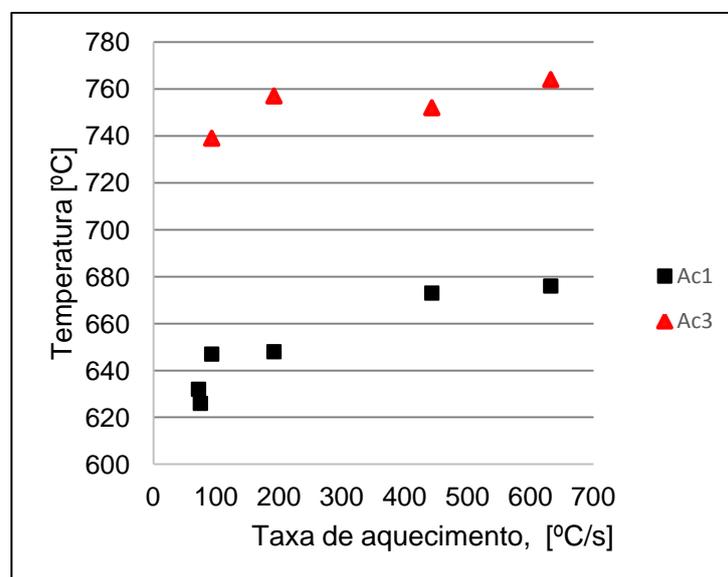


Figura 83 – Relação entre a taxa de aquecimento e as temperaturas de transformação Ac_1 e Ac_3 .

6. CONCLUSÕES

- O teor de austenita apresentou ter relação direta com a temperatura de pico. Quanto maior a temperatura de pico menor a fração de austenita encontrada nas amostras de ciclo térmico de soldagem. A fração de austenita se manteve estável em temperaturas de pico de 500 e 600°C, começou a aumentar em 650°C e atingiu seu máximo quando submetido à temperatura de pico na região intercrítica de 700°C. Com o aumento da temperatura de pico, seu teor começa a diminuir até ser dificilmente detectado em 1.100 e 1.370°C.
- As temperaturas de transformação A_{c1} e A_{c3} tendem a ser diretamente proporcional à taxa de aquecimento e à temperatura de pico.
- Ocorre um refino dos grãos a partir das temperaturas de pico de 850, 750 e 700°C. O tamanho de grão começa a crescer em 1.100°C, atingindo seu máximo em 1.370°C.
- A dureza apresentou tendência a aumentar na região de grãos finos devido a presença predominante da microestrutura martensítica e ao pequeno tamanho de grão. A temperatura de pico de 1.370°C apresentou maior tamanho de grão e obteve uma leve queda na dureza quando comparado com os ciclos térmicos à T_p de 1.100, 850, 750 e 700°C.
- A ZTA do passe de acabamento do aço 9%Ni soldado é constituído majoritariamente por martensita, bainita e austenita.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para trabalhos futuros recomenda-se que para cada uma das oito condições de amostras de aço 9%Ni simuladas termicamente seja realizado outras análises mais avançadas de caracterização microestrutural e que as mesmas sejam avaliadas sob o ponto de vista do comportamento mecânico e em meio corrosivo, sendo elas:

1. Avaliar o perfil de concentração dos elementos presentes na austenita utilizando Atom Probe Tomography (APT),
2. Realizar análises de EBSD para quantificação das fases presentes e avaliar a relação de orientação dos grãos,
3. Realizar ensaio de impacto charpy V-notch à -196°C ,
4. Estabelecer uma relação entre a concentração e perfil dos elementos de liga da austenita e microestrutura com a energia de impacto,
5. Realizar ensaio à baixa taxa de deformação em meio corrosivo contendo água destilada e 0,5% de ácido acético com 99,2% de CO_2 e balanço de H_2S borbulhado,
6. Realizar permeação de hidrogênio para avaliar a susceptibilidade de cada região da ZTA à difusão do hidrogênio.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. American Society for Testing and Materials. A333/A333M-11: Standard Specification for Seamless and Welded Steel Pipe for Low- Temperature Service. West Conshohocken (Philadelphia), 2011.
2. J. R. Strife, D. E. Passoja, M. Marshall, The Effect of Heat Treatment on Microstructure and Cryogenic Fracture Properties in 5Ni and 9Ni Steel, *Metall.Mater. Trans. A.* 11 (1980) 1341–1350. doi:10.1007/bf02653488.
3. American Society for Mechanical Engineers (ASME). Boiler and Pressure Vessel Code, Section VIII, Division 1: Design and Fabrication of Pressure Vessels. NewYork, New York, 2007.
4. H. Muraoka, Development of heavy 9% nickel steel plates with superior low-temperature toughness for LNG storage tanks. *Nippon Steel Technical Report.* Nagoya, 58, (1993) 9-16.
5. Q. Ahsan, A. S. M. A. Haseeb, N. I. Syahriah Binti Hussein, S. Y. Chang, 9%Nickel Steels and Their Welding Behavior, Elsevier, 2014. doi:10.1016/B978-0-08-096532-1.00614-2.
6. M. Kappes, M. Iannuzzi, R. B. Rebak, R.M. Carranza, Sulfide stress cracking of nickel-containing low alloy steels. *Corrosion Rev* (2014), 101-128.
7. M. Wang, Z-Y., Liu, C-G, Li, Correlations of Ni Contents, Formation of Reversed Austenite and Toughness for Ni-Containing Cryogenic Steels, *Acta Metall. Sin.*, 2016. doi: 10.1007/s40195-016-0496-9.
8. B. Fultz, J. W. Morris, The mechanical stability of precipitated austenite in 9Ni steel, *Metall. Trans. A.* 16 (1985) 2251–2256. doi:10.1007/BF02670424.
9. J. M. Zhang H. Li, F. Yang, Q. Chi, L. K. Ji, Y. R. Feng, Effect of heat treatment process on mechanical properties and microstructure of a 9% Ni steel for large LNG storage tanks. *J. of Materi Eng and Perform.* 22 (2013) 3867-3871. doi: 10.1007/s11665-013-0701-1.
10. K. Partin, K.O. Findley, C.J. Van Tyne, Microstructural and alloy influence on the low-temperature strengthening behavior of commercial steels used as plates. *Materials Science and Engineering A*, 527 (2010) 5143–5152. doi:10.1016/j.msea.2010.04.092.

11. Y. Kim, H.J. Kim, and J. W. Morris, The Influence of Precipitated Austenite on Hydrogen Embrittlement in 5.5Ni Steel, *Metall. Mater Trans. A*, 17 (1986) 1157-1164. doi:10.1007/BF02665314.
12. K. Easterling, *Introduction to the Physical Metallurgy of Welding*. Second ed, Butterworth-Heinemann, Oxford. United Kingdom, 1992.
13. E. Nippes, J. Balaguer, A study of the Weld Heat-Affected Zone Toughness of 9% Nickel Steel. *Weld. Res. Suppl.* 57 (1986) 237-243. doi:10.1023/A:1004890027527.
14. R. C. Rodrigues, *Avaliação das Transformações de Fase do Aço com 9% de Níquel e das Zonas Termicamente Afetadas Simuladas in situ com Difração de Raios-X Síncrotron*. Tese de Doutorado, Universidade Federal Fluminense, Brasil, 2016.
15. L. A. Pereira, *Avaliação da fragilização por hidrogênio do aço 9%Ni em função da microestrutura resultante pós simulação de ciclos térmicos*. Tese de Mestrado. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil, 2016.
16. D. Rosenthal, The theory of moving sources and its application to metal treatments. *Trans. of the ASME*, 68 (1946) 849-866.
17. N. N. Rykalin, A.V. Nikolaev, Welding arc heat flow. *Weld World*, 9 (1971) 112-132.
18. S.T Mandziej, Physical simulation of metallurgical process, *Advanced Materials Analysis*, 44 (2010) 105-119.
19. L.J. Swartzendruber, V.P Itkin, C.B. Alcock, Section II. Phase Diagram Evaluations The Fe-Ni (Iron-Nickel) System, (1991) 12(3).
20. A.W. Pense; R.D Stout, Fracture Toughness and Related Characteristics of the Cryogenic Nickel Steels. *WRC Bulletin*, (1975) 205.
21. C.W Marschall; R.F. Hehemann, A. R. Troiano, The Characteristics of 9% Nickel Low Carbon Steel. *Trans. ASM* 1962, 55 (1), 135–148.
22. C.K. Syn,;S. Jin, J. W. Morris, Cryogenic Fracture Toughness of 9 Ni Steel Enhanced through Grain Refinement. *Met. Trans.* 1976, 7A (12), 1827–1832.
23. NIMS Materials Database, CCT Diagram 0,1C-9Ni, 2014
24. G. R. Brophy, A. J. Miller, The metallography and heat treatment of 8 to 10% nickel steel. In 30th Annual Convention of the Society (1948) 1185–1202.

25. W. S. Du, R. Cao, Y. J. Yan, Z. L. Tian; Y. Peng, J. H. Chen, Fracture Behavior of 9% Nickel High-strength Steel at Various Temperatures Part I. Tensile Tests. *Mater. Sci. Eng. A* 2008, 486, 611–625.
26. G. Krauss, *Steels: processing, structure and performance*, Chapter 5. Metals Park, OH: ASM; 2005.
27. C. C. Kinney, K.R. Pytlewski, A.G. Khachaturyan, J.W. Morris, The microstructure of lath martensite in quenched 9Ni steel. *Acta Materialia*, 69 (2014) 372–385.
28. T. Furuhashi, H. Kawata, S. Morito, G. Miyamoto, T. Maki, Variant selection in grain boundary nucleation of upper bainite. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 39A (2008) 1003–1013. doi:10.1007/s11661-008-9510-9.
29. E. Keehan, L. Karlsson, H.-O. Andrén, H. K. D. H. Bhadeshia, Understanding Mechanical Properties of Novel High Strength Steel Weld Metals Through High-Resolution Microstructural Investigations. 7th. International Conference on trends in Welding Research, Pine Mountain, GA, USA, 16-20 May, 2005.
30. H. K. H. Bhadeshia, E. Keehan, L. Karlsson, H.-O. Andrén. Coalesced bainite. *Trans. Indian Inst. Met*, 59(5), 689-694, 2005.
31. E. Keehan, L. Karlsson, H.-O. Andrén, Influence of C, Mn and Ni contents on microstructure and properties of strong steel weld metals, Parte I. Effect of Nickel content. *Science and Technology of Welding and Joining* 11. (2006) 1–8.
32. E. Keehan, H. K. D. H. Bhadeshia, H.-O. Andrén, Microstructure characterization of a high strength steel weld metal containing the novel constituent coalesced bainite. *Em Manuscrito*.
33. K. Zhang, H. Wu, D. Tang, High Temperature Deformation Behavior of Fe-9Ni-C Alloy. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 19(5) (2012) 58–62. doi:10.1016/S1006-706X(12)60100-9.
34. Leem Dong-seok, Lee Yong-deuk, Jun Joong-hwan, Amount of Retained Austenite at Room Temperature After Reversed Transformation of Martensite to Austenite in an Fe-13%Cr-7%Ni-3%Si Martensitic Stainless Steel. *Scripta Materialia*, 2001 45 :767.

35. Y. H. Yang, Q.W. Cai, D. Tang, H. Bin.Wu, Precipitation and stability of reversed austenite in 9Ni steel. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 17 (2010) 587–595. doi:10.1007/s12613-010-0361-1
36. Notas de aula Prof. João Marcos Alcoforado Rebello, 2017.
37. C. Y. Yang, Prediction of Hardness in Heat Affected Zone of 9%Ni Steel. *Advanced Materials Research*, Vols. 455-456, pp. 406-412, 2012.
38. E. F. Nippes & W. F. Savage; Tests of Specimens Simulating Weld Heat-Affected Zones, *Welding Journal* 28 (1949), Res Suppl, p. 599s
39. J. A. Goldak, M. Akhlaghi, *Computational Welding Mechanics*, ed. I. Springer Science Media. 2005.
40. A. Anca, A. Cardona, J. Risso, V. D. Fachinotti. Finite element modeling of welding processes. *Applied Mathematical Modelling*. 35 (2011) 688-707.
41. S.T. Mandziej, *Physical Simulation of Metallurgical Process*, *Advanced Materials Analysis*, 2009, Holanda.
42. Gleeble Solutions Guide, 2014
43. Site :<http://Innano.cnpem.br/laboratories/cpm/facilities/gleeble/> Acessado em : 13/09/2017.
44. H. S. Ferguson. *Techniques and Software for Weldability Studies by Physical Simulation*. *Materials Weldability Symposium During Materials Week*. ASMInternational. Detroit, MI, October, 1990.
45. R. Jenkins, R.L Snyder,. *Introduction to x-ray powder diffractometry*. New York: John Wiley, 1996. 403p.v138.
46. B.D. Cullity. *Elements of X-ray diffraction*. 2ed. Reading: Addison-Wesley, 1978.
47. HE, B.B. *Two dimensional X-Ray Diffraction*. Published by John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey, 1954.
48. D. B. Williams, C. B. Carter, *Transmission Electron Microscopy – Basics*, v. I, Plenum Press, Nova York, 1996.
49. D. V. Sridhara Rao, K. Muraleedharan, C. J. Humphreys, TEM specimen preparation techniques. In: Méndez-Vilas, A., Díaz, J., *Microscopy: Science, Technology, Applications and Education*, *Microscope Series* (3) 2010.

50. G.C. de Andrés, F.G. Caballero, C. Capdevila, L.F. Álvarez, Application of dilatometric analysis to the study of solid-solid phase transformations in steels. *Materials Characterization*.2002;48(1):101-111.
51. M. Hunkel, H. Surm, M. Steinbacher, Dilatometry. *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry*, (2018)103–129. doi:10.1016/b978-0-444-64062-8.00019-x.
52. S. Foner, *The Review of Scientific Struments*, 30, 548-557 (1959)
53. L. C. Sampaio, F. Garcia, G. R. C. Cernicchiaro e A. Y. Takeuchi, *Revista Brasileira de Ensino de Física*, 22, 406-410 (2000)
54. *ASM Handbook, Volume 6, Welding, Brazing and Soldering, Welding of Nickel Alloys*, ASM International, 1993.
55. ASTM A1033-10, Standard practice for quantitative measurement and reporting of hypoeutectoid carbon and low-alloy steel phase transformations, 2013, pp. 1-14.
56. J.A. Siefert, B.M. Leister, J.N. DuPont, Considerations in development of CCT diagrams for complex ferritic materials, *Materials Science and Technology*, (2015) 31:6, 651-660.
57. ASTM E112-13, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013.
58. H.M. Rietveld. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures *J. Appl. Crystallogr.*, 2 (1969), pp. 65-71.
59. ASTM E92. Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials, 2016.
60. E.J. Barrick, D. Jain, J.N. DuPont, *Metall. and Mat Trans A* (2017) 48: 5890.
61. K. Tsuzaki, K. Fujiwara, and T. Maki, Bainite Reaction in Fe-Ni-CAlloys, *Mater. Trans. JIM*, 1991, 32(8), p 667
62. M. Hayakawa, S. Matsuoka, K. Tsuzaki, Microstructural Analyses of Grain Boundary Carbides of Tempered Martensite in Medium-Carbon Steel by Atomic Force Microscopy. *Materials Transactions*, 43, No. 7 (2002) 1758-1766.
63. J. I. Kim, J. W. Morris, On the scavenging effect of precipitated austenite in a low carbon Fe-5.5Ni alloy. *Metallurgical Transactions A*, 11(8) (1980) 1401–1406.doi:10.1007/bf02653495

64. M. Villa, M.A.J. Somers. Activation Energy of Time-Dependent Martensite Formation in Steel. In: Stebner A., Olson G. eds. Proceedings of the International Conference on Martensitic Transformations: Chicago. The Minerals, Metals & Materials Series. Springer, Cham. DOIhttps://doi.org/10.1007/978-3-319-76968-4_2
65. P. Pahuta, Z. Janik, L. Hyspecka, K. Mazanec, Structure of 9Ni and 9NiMo Steels for Cryogenic Applications. Transactions ISIJ, (26) 1986.
66. H.K.D.H. Bhadeshia., L-E. Svensson, Modelling the Evolution of Microstructure of Steel Weld Metal, Mathematical Modelling of Weld Phenomena, eds H. Cerjak, K. E. Easterling, Institute of Materials, London, 1993.
67. E. Keehan, L. Karlsson, H.O. Andrén, H.K.D.H. Bhadeshia, Understanding mechanical properties of novel high strength steel weld metals through high-resolution microstructural investigations.
68. G. Jahrsengene, M. Wenn, M. Karlsen, I. Westermann, O. M. Akselsen, J. Hjelen, EBSD quantification of retained austenite in 9% Ni Steel related to thermal treatments. International Society of Offshore and polar Engineers, 2015.
69. ASM Handbook Volume 6: Welding, Brazing and Soldering, tenth ed, ASM International, Ohio, 1993.