



Universidade Federal
do Rio de Janeiro

Escola Politécnica

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE AFETADA DE JUNTA SOLDADA DE AÇO 9%Ni

João Pedro Barcellos dos Santos

Projeto de Graduação apresentado ao curso de Engenharia Metalúrgica da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Engenheiro

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Rio de Janeiro

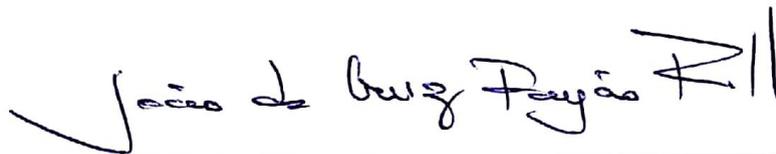
Abril de 2018

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE
AFETADA DE JUNTA SOLDADA DE AÇO 9%Ni

João Pedro Barcellos dos Santos

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE
ENGENHARIA METALÚRGICA DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE
FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO METALÚRGICO.

Examinado por:



Prof. João da Cruz Payão Filho, D.Sc.



Prof. Gabriela Ribeiro Pereira, D.Sc.



Eng. Rodrigo Stohler Gonzaga, M.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

ABRIL de 2018

Barcellos dos Santos, João Pedro

Caracterização microestrutural da zona termicamente afetada de junta soldada de aço 9%Ni/ João Pedro Barcellos dos Santos. – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2018.

XIV, 78 p.: il.; 29, 7cm.

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Projeto de Graduação – UFRJ/ Escola Politécnica/ Curso de Engenharia Metalúrgica, 2018.

Referências Bibliográficas: p. 77 – 78.

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

Enquanto há vida, há esperança.

Agradecimentos

Em primeiro lugar gostaria de agradecer a Deus, por ter me dado as forças e inspiração necessárias para que pudesse atingir meus objetivos.

Ao meu professor e tutor João da Cruz Payão Filho, gostaria de agradecer a oportunidade que me deu de fazer parte da equipe LNTSold e por toda a atenção que me deu ao me orientar neste trabalho.

À minha família agradeço por ter me dado toda a educação e suporte que tenho hoje. Um agradecimento especial deve ser feito à minha mãe, Anna Beatriz Barcellos; meu pai, Manoel Luiz dos Santos Junior; meu irmão, João Miguel Barcellos dos Santos; e irmã, Anna Manoela Barcellos dos Santos por sempre estarem presente em minha vida.

À minha namorada, Ana Vitoria Sansonowski agradeço por tornar cada momento da minha vida melhor, nos momentos ruins me auxiliando com palavras inspiradoras, e nos bons fazendo-os ainda mais felizes.

Aos meus amigos e companheiros agradeço, por servirem de exemplo das mais diversas virtudes que um homem deve ter.

Gostaria de agradecer também à toda a equipe do LNTSold, por toda a paciência e ajuda que me ofereceram, sem as quais tal trabalho não apresentaria nem metade da qualidade que tem atualmente. Gostaria de agradecer especialmente aos engenheiros Rodrigo Stohler, Elisa Kimus, Augusto Veríssimo, Victor Hugo Pereira e Mara Rios, pela participação direta neste trabalho.

À UFRJ e ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais, por todo ensino que me deu e que me permitiram obter o grau de engenheiro, muito obrigado!

Sou muito grato à empresa Shell, por ter financiado a bolsa de estudos que permitiu a minha permanência no laboratório e a realização do presente trabalho.

À empresa Vallourec por gentilmente ter fornecido o material de estudo utilizado neste trabalho.

Ao Centro de Tecnologia da Soldagem do SENAI, agradeço ao trabalho que realizaram ao confeccionar os corpos de prova deste projeto.

Também gostaria de agradecer a todos os outros envolvidos tanto neste trabalho, quanto em minha vida por todo auxílio que um dia me ofereceram.

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

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE AFETADA DE JUNTA SOLDADA DE AÇO 9%Ni

João Pedro Barcellos dos Santos

Abril / 2018

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Curso: Engenharia Metalúrgica

O objetivo deste trabalho foi realizar uma análise microestrutural da Zona Termicamente Afetada do aço 9%Ni temperado e revenido soldado pelo processo SMAW. Para isso foram soldados três cordões de solda distintos, cada um com um aporte térmico (0,5; 0,6; 1,0 kJ/mm), sobre um tubo de aço 9Ni temperado e revenido. Em seguida estes cordões e respectivas ZTAs foram usinados e preparados para análise metalográfica usando diferentes ataques químicos. Cada um destes ataques tinha como objetivo revelar diferentes características da ZTA. Os ataques foram analisados em microscopia ótica e microscopia de varredura. Afim de auxiliar na análise também foi empregada a simulação numérica de tais ZTA's. Foi identificado que há profundas diferenças microestruturais entre os aportes de 0,5 e 1,0 kJ/mm. Todas as regiões da ZTA, apresentaram diferenças não só na proporção dos constituintes formados, mas quanto os próprios constituintes formados, diferindo de região para região.

Palavras-chave: aço 9%Ni, Soldagem, ZTA, caracterização microestrutural, simulação numérica.

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

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF HEAT AFFECTED ZONE IN
9%Ni WELDED JOINTS

João Pedro Barcellos dos Santos

April / 2018

Advisor: João da Cruz Payão Filho

Course: Metallurgical Engineering

The objective of this work was to realize a microstructural analysis of the Heat Affected Zone of the quenched and tempered 9%Ni steel welded by the SMAW process. To achieve this three distinct weld beads were welded, each one with a different heat input (0,5; 0,6; 1,0 kJ/mm), over a quenched and tempered 9Ni steel tube. After that, these beads and their respective HAZs were machined and prepared for a metallographic analysis using different etching reagents. These etchs were used in order to reveal different microstructural characteristics. The etchs were analyzed under optical microscopy and scanning electronic microscopy. Numerical simulation was also used to help the analysis. It was identified that deep microstructural differences exist between the 0,5 and 1,0 kJ/mm heat inputs. All HAZ regions were different, not only in constituents proportions, but also in which constituents are formed, distiguishing in each region.

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

Sumário

Lista de Figuras	x
Lista de Tabelas	xiv
1. Introdução	1
2. Revisão Bibliográfica	3
2.1. O aço 9Ni	3
2.1.1. Tratamento térmico.....	6
2.1.2. Microestrutura	7
2.2. Soldagem.....	17
2.2.1. Fundamentos de soldagem a arco elétrico	17
2.2.2. O arco elétrico	17
2.2.3. Shielded Metal Arc Welding	19
2.2.4. Zona termicamente afetada.....	20
2.2.5. ZTA do aço 9Ni.....	22
2.3. Simulação computacional de soldagem.....	25
2.3.1. Diagramas TTT e CCT	25
3. Materiais e métodos	27
3.1. Materiais	27
3.1.1. Metal base.....	27
3.1.2. Metal de adição.....	27
3.2. Métodos.....	28
3.2.1. Processos de soldagem	28
3.2.2. Usinagem dos corpos de prova	28
3.2.3. Preparação metalográfica	28
3.2.4. Macrografias.....	29
3.2.5. Simulação Computacional.....	30
3.2.6. Microscopia ótica	31
4. Resultados e discussão	32
4.1. Macrografias	32
4.2. Simulação computacional	32
4.2.1. JMatPro	32
4.2.2. Sysweld	35

4.3. Microscopia óptica	40
4.4. Microscopia eletrônica de varredura.....	58
5. Considerações finais	68
6. Conclusão.....	69
7. Sugestões para trabalhos futuros	71
8. Anexo.....	72
8.1. Microscopia óptica	72
8.2. Microscopia eletrônica de varredura	74
Referências bibliográficas.....	77

Lista de Figuras

Figura 1: Diagrama de fases do aço 9Ni (Adaptado de [10]).	4
Figura 2: Efeito do níquel na TTDF em aços de baixo carbono (Adaptado de [9]).	5
Figura 3: Diagrama TTT do aço 9Ni (Adaptado de [10]).	5
Figura 4: Micrografia óptica de aço 9Ni temperado e revenido (Adaptado de [13]).	7
Figura 5: Porcentagem de austenita reversa a -196 °C vs tempo de revenimento para aços 9Ni temperados de 843°C, revenidos nas temperaturas indicadas seguido de têmpera a -196°C (Adaptado de [15]).	8
Figura 6: Micrografia óptica de aço 9Ni temperado (temperatura de austenitização de 843 °C) e revenido a 540 °C (Adaptado de [15]).	9
Figura 7: Micrografia eletrônica de transmissão de aço 9Ni temperado (temperatura de austenitização de 843 °C) e revenido a 540 °C. (A) filmes de carbonetos nos contornos das ripas, (B) carbonetos precipitados no interior das ripas (Adaptado de [15]).	9
Figura 8: Micrografia óptica de aço 9Ni temperado (temperatura de austenitização de 843 °C) e revenido a 590 °C.(Adaptado de [15]).	10
Figura 9: Micrografia eletrônica de transmissão de aço 9Ni temperado (temperatura de austenitização de 843 °C) e revenido a 590 °C. (Adaptado de [15]).	10
Figura 10: Micrografias ópticas das amostras (a) como temperado a 800°C (b) revenido a 540°C (c) revenido a 560°C (d) revenido a 580°C (e) revenido a 600°C. (Adaptado de [15]).	11
Figura 11: Micrografias eletrônicas de varredura das amostras (a), (b), (c) revenido a 540°C (d), (e), (f) revenido a 580°C. (Adaptado de [15]).	12
Figura 12: Limites de escoamento e resistência do aço 9Ni QT em diferentes temperaturas de revenimento (Adaptado de [15]).	12
Figura 13: Valor de impacto criogênico e percentual de austenita retida em função da temperatura de revenimento do aço 9Ni QT(Adaptado de [16]).	13
Figura 14: Microscopia eletrônica de transmissão de aço 9Ni temperado (temperatura de austenitização de 870 °C) e revenido a 570 °C. (a) ripas de martensita prévia e presença de alta densidade de discordâncias, (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)(Adaptado de [16]).	14

Figura 15: Micrografias eletrônicas de varredura 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.(Adaptado de [17]).	15
Figura 16: Micrografias eletrônicas de varredura de amostras revenidas a: (a) 540 °C; (b) 570 °C; (c) 600°C; (d) 630 °C; (e) 650 °C; (f) 670 °C(Adaptado de [18]).	16
Figura 17: Esquema em escala atômica dos fenômenos que ocorrem dentro do arco elétrico permanente (Adaptado de [19]).	18
Figura 18: Esquema explicativo do aporte térmico da soldagem (Adaptado de [5]).	19
Figura 19: Esquema de soldagem SMAW (Adaptado de [20]).	20
Figura 20: Equipamentos de soldagem SMAW (Adaptado de [20]).	20
Figura 21: Gráfico do ciclo térmico da soldagem (Adaptado de [5]).	21
Figura 22: Esquema explicativo da influência do ciclo térmico na microestrutura de um aço baixo carbono (Adaptado de [5]).	21
Figura 23: Microestruturas aço 9Ni submetidos a ciclos térmicos de simulação de soldagem em Gleeble (Adaptado de [19]).	23
Figura 24: Microestruturas em MO da ZTA do aço ASTM A333 Gr.8 (Adaptado de [20]).	24
Figura 25: Microestruturas em MEV da ZTA do aço ASTM A353 (Adaptado de [20]).	25
Figura 27: Diagrama de fases do aço 9Ni realizado no Sysweld.	32
Figura 26: Macrografias dos cordões de solda sobre tubo de aço 9%Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com diferentes aportes térmicos.	32
Figura 28: Diagramas TTT do aço 9Ni realizado no Sysweld.	33
Figura 29: Diagramas CCT do aço 9Ni realizado no Sysweld.	35
Figura 30: Temperaturas máximas atingidas durante a simulação de soldagem na ZTA da amostra SM1.	36
Figura 31: Temperaturas máximas atingidas durante a simulação de soldagem na ZTA da amostra SM3.	36
Figura 32: Fases formadas após a simulação de soldagem na ZTA da amostra SM1.	37
Figura 33: Porcentagem de constituintes por região da ZTA da amostra SM1.	38
Figura 34: Fases formadas após a simulação de soldagem na ZTA da amostra SM3.	39
Figura 35: Porcentagem de constituintes por região da ZTA da amostra SM3.	40
Figura 36: Mosaico da ZTA do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	42
Figura 37: Mosaico da ZTA do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	44

Figura 38: Mosaico da ZTA do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	46
Figura 39: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	47
Figura 40: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	48
Figura 41: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	49
Figura 42: Zona de grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	50
Figura 43: Zona de grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	51
Figura 44: Zona de grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	52
Figura 45: Zona intercrítica do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	53
Figura 46: Zona intercrítica do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	54
Figura 47: Zona intercrítica do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	55
Figura 48: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	56
Figura 49: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	57
Figura 50: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com diferentes ataques.	58
Figura 51: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.	59
Figura 52: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.	60
Figura 53: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.	61

Figura 54: Zona de grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.	62
Figura 55: Zona grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.	63
Figura 56: Zona de grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.	64
Figura 57: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.	65
Figura 58: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.	66
Figura 59: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.	67
Figura 60: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MO).	72
Figura 61: Zona de grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MO).	73
Figura 62: Zona intercrítica do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MO).	73
Figura 63: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MO).	74
Figura 64: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MEV).	75
Figura 65: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MEV).	75
Figura 66: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MEV).	76

Lista de Tabelas

Tabela 1: Composições químicas do aço 9Ni definidas por norma (Adaptado de [6]–[8])..	3
Tabela 2: Valores para temperaturas Ac1 e Ac3 para diferentes composições químicas do aço 9Ni (Adaptado de [11]).	6
Tabela 3: Propriedades mecânicas de tubos sem costura de aço 9Ni (Adaptado de [8])	7
Tabela 4: Composição química do tubo de aço 9Ni.	27
Tabela 5: Composição química dos arames de Inconel 625 fornecida pelo fabricante.	27
Tabela 6: Parâmetros de soldagem dos cordões.	28
Tabela 7: Especificações dos ataques químicos empregados.	29
Tabela 8: Considerações finais dos ataques químicos.	68
Tabela 9: Comparação dos resultados do trabalho.	68

1. Introdução

Os recursos naturais presentes na camada do pré-sal possuem um papel importante na sociedade contemporânea, um destes é ser a principal matriz energética atual, o petróleo. Seu valor econômico é, portanto, considerável e sendo assim há um grande interesse em sua exploração. Contudo, os obstáculos naturais para que sua extração seja ao mesmo possível em termos de segurança e econômicos demandam recursos técnico-científicos avançados. Dentro desse contexto surge uma aplicação a qual será objeto de estudo deste documento.

Alguns campos de reservatório de petróleo na camada do pré-sal particularmente importantes, como a bacia de Campos, Santos e Espírito Santo, possuem alto teor de CO₂, substância que por determinações normativas não podem ser liberadas diretamente na atmosfera e muito menos queimadas, restando como alternativa as opções de armazenamento e condicionamento ou a reinjeção da mesma nos poços de exploração. Esta última tem se mostrado mais vantajosa em relação à solução anterior, em parte por conta dos custos do processo, mas também pelo aumento de produtividade do poço por conta do mecanismo de elevação artificial por injeção de gas-lift [1]. Entretanto, as condições ambientais às quais os tubos de reinjeção estarão sujeitos são incomuns no tocante à aplicabilidade dos materiais utilizados.

O alto teor de CO₂, combinado a impurezas como H₂S, H₂O e cloretos, designa o material transportado como altamente corrosivo [2]. Outras condições que também têm influência no projeto são as altas pressões (550 bar) que os dutos estão sujeitos e as baixíssimas temperaturas (-70°C) que podem atingir quando há uma descompressão do fluido de CO₂ transportado pelo efeito Joule-Thomson [3].

Devido às peculiaridades do projeto, suas solicitações e meio corrosivo o melhor candidato a ser utilizado como material do duto seriam os aços inoxidáveis austeníticos AISI 316, no entanto estes apresentam baixa resistência mecânica, apesar de sua elevada tenacidade, o que exigiria uma espessura relevante do duto para que pudesse ser aplicável, o que por sua vez também aumentaria o peso total, podendo prejudicar a performance do programa de exploração, além de um custo econômico total expressivo. Uma outra alternativa é o aço 9%Ni (ASTM A333 Gr.8), um aço que jamais foi utilizado com tais finalidades, mas que tem sido usado largamente em aplicações semelhantes, como transporte e armazenamento de GNL (Gás Natural Liquefeito), com resultados muito bem aceitos pelo mercado e comunidade científica [4].

Como a distância entre unidade de reinjeção de CO₂ e o reservatório pode chegar a alguns quilômetros de comprimento é necessário o uso de um processo de união entre

os dutos. Um desses processos é a soldagem por arco elétrico. Todavia, a soldagem por arco elétrico emprega uma alta quantidade de calor, visto que é necessário fundir o metal de base. Esse novo ciclo térmico ao qual o duto é submetido tem influência na sua microestrutura nas adjacências da zona fundida, a chamada zona termicamente afetada (ZTA), e, portanto, pode comprometer as propriedades mecânicas do material, comprometendo sua aplicação em tal forma[5].

O objetivo deste trabalho é investigar a microestrutura da zona termicamente afetada do aço 9%Ni temperado e revenido gerada pela deposição de um cordão de solda de Inconel 625 pelo processo SMAW (Shielded Metal Arc Welding) sobre um tubo feito de tal aço com diferentes aportes térmicos. Foram realizadas microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e simulação computacional para atingir tal objetivo.

2. Revisão Bibliográfica

2.1. O aço 9Ni

Dentro da família de aços utilizados para aplicações criogênicas, o aço conhecido comercialmente como 9Ni, nomenclatura dado por conta do seu teor de níquel, que possui uma faixa de admissibilidade definida pela ASTM próxima aos 9% em peso, possui uma certa relevância em algumas aplicações em razão de suas propriedades mecânicas, em especial para vasos de pressão. Dependendo de seu tratamento térmico e aplicação, sua composição química normativa apresenta algumas divergências. As normas para aço 9Ni mais relevantes comercialmente são: ASTM A353 [6], projetado para chapas de vasos de pressão com tratamento térmico de dupla normalização e revenido; ASTM A553 [7] tipo I, também projetado para chapas de vasos de pressão com tratamento térmico de têmpera e revenido; e ASTM A333 Gr.8 [8], voltada para tubos sem costura para aplicações criogênicas com dupla normalização e revenido ou têmpera e revenido. Para este estudo em questão, será estudado apenas o tubo na condição temperado e revenido. As composições químicas de cada um desses tipos descritos anteriormente se encontra na tabela a seguir.

Tabela 1: Composições químicas do aço 9Ni definidas por norma (Adaptado de [6]–[8]).

Elemento	Teores (%p/p)		
	A 353	A 553 tipo I	A 333 Gr. 8
Carbono, Máx.	0,13	0,13	0,13
Manganês, Máx.	0,98	0,98	0,98
Fósforo, Máx.	0,015	0,015	0,015
Enxofre, Máx.	0,015	0,015	0,015
Silício	0,13 - 0,45	0,13 - 0,45	0,13 - 0,32
Níquel	8,4 - 9,6	8,4 - 9,6	8,4 - 9,6

Nota-se, pela análise das composições, que o aço 9Ni apresenta baixos teores de elementos de liga, sendo em sua maioria elementos residuais do processamento do aço. Com exceção do níquel, com teor aproximadamente dez vezes maior que o segundo elemento de maior teor, o manganês, os teores de outros elementos são relativamente baixos.

O diagrama de fases para a liga Fe-Ni descrito na Figura 1 apresenta uma importante informação: ocorre uma estabilização da fase gama, austenítica do ferro, verificada pela diminuição da temperatura de transição do campo bifásico alfa + gama

para a fase alfa. Essa estabilização ocorre por conta da presença de níquel, um elemento que quando puro se apresenta na forma cúbica de face centrada e que tem um raio atômico similar ao do ferro, e que estende o campo austenítico em ligas Fe-C, sendo portanto um elemento gamagêneo [9]. A presença da fase gama na microestrutura de tal aço, disposta morfológicamente de forma específica é de grande importância para as propriedades mecânicas do material em temperaturas criogênicas, e será explicado mais adiante.

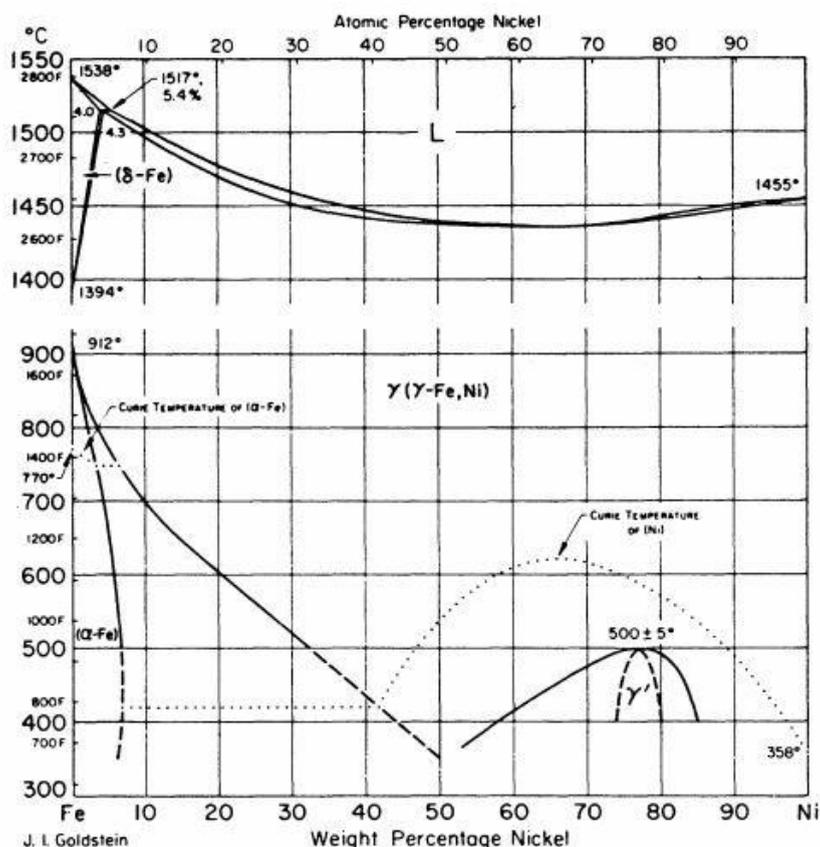


Figura 1: Diagrama de fases do aço 9Ni (Adaptado de [10]).

A microestrutura do material atinge tal perfil numa composição ótima de 9% de níquel, que para a temperatura da aplicação é o suficiente para prevenir a transição dúctil-frágil (TTDF) e manter a tenacidade do aço satisfatória para as necessidades mecânicas enfrentadas. Teores abaixo de 9% não garantem tal fenômeno até a temperatura exigida e teores acima de 9% geram um encarecimento do aço, visto que o níquel tem um preço bem alto em relação ao ferro [10].

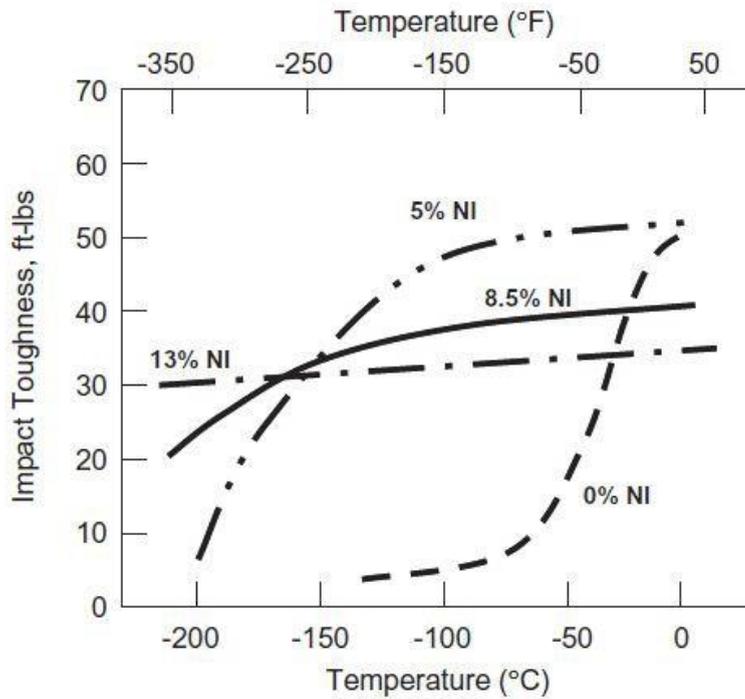


Figura 2: Efeito do níquel na TTDF em aços de baixo carbono (Adaptado de [9]).

O diagrama TTT para o aço 9Ni traz consigo informações importante no que diz respeito à compreensão da evolução microestrutural conforme o tratamento térmico aplicado. Como pode ser visto na Figura 3, se trata de um aço com alta temperabilidade.

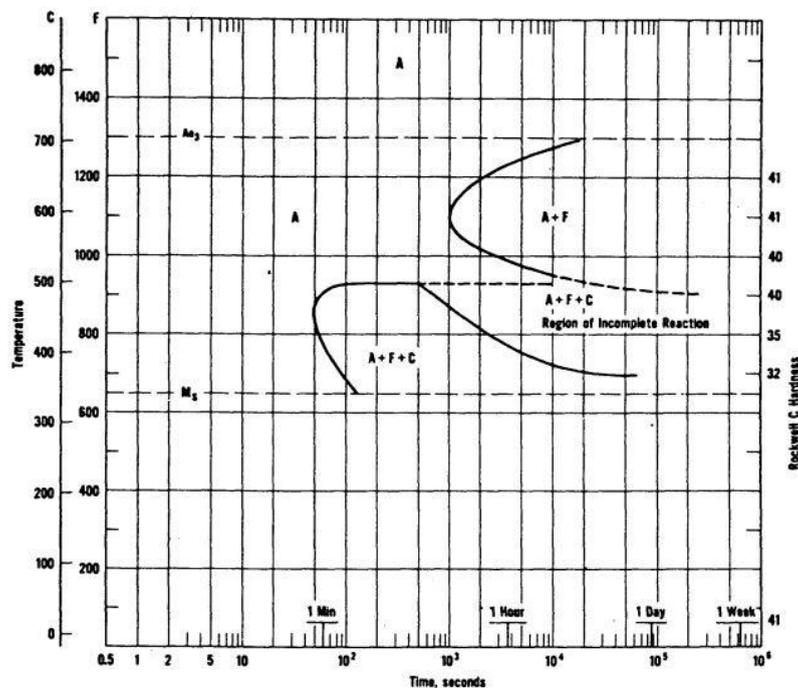


Figura 3: Diagrama TTT do aço 9Ni (Adaptado de [10]).

Entretanto deve ser mencionado que as temperaturas Ac1 e Ac3 de ligas ferrosas contendo níquel não são muito bem delimitadas, apresentando divergências na literatura.

Esse fato tem uma influência grande nas temperaturas a serem empregadas nos tratamentos térmicos. Rodrigues em 2016, fez uma compilação dos principais valores encontrados na literatura para as temperaturas Ac1 e Ac3 em ligas com composições previamente escolhidas [11].

Tabela 2: Valores para temperaturas Ac1 e Ac3 para diferentes composições químicas do aço 9Ni (Adaptado de [11]).

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

2.1.1. Tratamento térmico

A rota baseada na têmpera e revenido para o aço 9Ni, ou *Quenched and Tempered* (QT) é definida pela norma ASTM A333 Gr.8, para tubos sem costura. A realização do tratamento deve ser feito da seguinte forma: aquecimento à temperatura de $800 \pm 15^\circ\text{C}$ e mantido a tal temperatura por um tempo mínimo de 2 minutos por milímetro de espessura do tubo, mas nunca por um tempo menor que 15 minutos, e em seguida deve ser imerso em água sob agitação. Para o revenido a peça deve ser reaquecida até uma temperatura de $565 \pm 15^\circ\text{C}$ sob os mesmos critérios de tempo anteriores. Ao atingir o tempo determinado deve ser realizado um resfriamento em água ou ar a uma taxa de resfriamento maior ou igual a 156°C por hora.

Os aços QT estão padronizados em relação às propriedades mecânicas. Os valores definidos para tais propriedades pelas normas ASTM A553 e A333 Gr.8 se encontram na tabela 3, a seguir:

Tabela 3: Propriedades mecânicas de tubos sem costura de aço 9Ni (Adaptado de [8])

Limite de Resistência, MPa [ksi]	690 – 825 [100 – 120]
Limite de Escoamento, mín., MPa [ksi]	585 [85]
Alongamento em 50mm [2in.], mín, %	20.0
Energia Impacto Charpy-V, mín. a (-196°C), J	34 (L) e 27 (T)
Expansão Lateral Charpy-V, mín. a (-196°), mm	0,38

2.1.2. Microestrutura

Um estudo realizado por Zhang *et al.* [12] em 2013 revelou que a microestrutura gerada após uma têmpera realizada a 820°C seguido de um revenimento a 570°C era formada de martensita em ripas dentro dos grãos de austenita prévia. O estudo também acusou a presença de austenita retida na forma de precipitados globulares entre as ripas, pacotes de ripas e contornos de grãos de austenita prévia. A Figura 4 apresenta microestrutura tipicamente temperada e revenida. Os contornos de grãos da austenita prévia podem ser claramente identificados.



Figura 4: Micrografia óptica de aço 9Ni temperado e revenido (Adaptado de [13]).

Saito *et al.* [13] estudaram a influência da temperatura de revenimento na tenacidade do aço 9Ni e chegaram a conclusão que existe uma faixa de temperatura ótima, entre 550 e 600°C, para atingir altos valores de energia de Charpy-V. Para temperatura abaixo de 550°C, pode ocorrer fragilização intergranular, também conhecida como fragilização ao revenimento. Esta fragilização está associada à segregação de elementos nos contornos de grão, como fósforo e manganês. Os teores destes elementos devem ser controlados para não deteriorarem a tenacidade em baixas temperaturas. Para temperaturas maiores que 600°C, a quantidade de austenita formada no revenimento é

maior, no diagrama de equilíbrio Fe-Ni é possível observar o aumento na quantidade nesta fase, este microconstituente torna-se instável quando mantido a tal temperatura pois ocorre diluição dos elementos gamagêneos devido ao maior volume de austenita produzido, gerando martensita quando a liga é resfriada a baixas temperaturas.

Strife e Passoja [14] mostraram que tanto a temperatura quanto o tempo de revenimento alteram a quantidade de austenita retida em temperatura de nitrogênio líquido (-196 °C). A quantidade de austenita retida atinge um máximo para dados temperatura e tempo de revenimento, conforme ilustra a Figura 5. A austenita reversa formada é rica em elementos de liga, que a estabilizam, e conforme a temperatura e/ou tempo de revenimento aumenta, o grão austenítico aumenta e os elementos de liga são distribuídos em uma área maior. A estabilidade da austenita, então, diminui e, ao resfriar a liga, a austenita irá se transformar em martensita. Este comportamento está de acordo com a relação entre taxa de difusão e temperatura e tempo, tendo a primeira uma influência quadrática e a segunda uma linear.

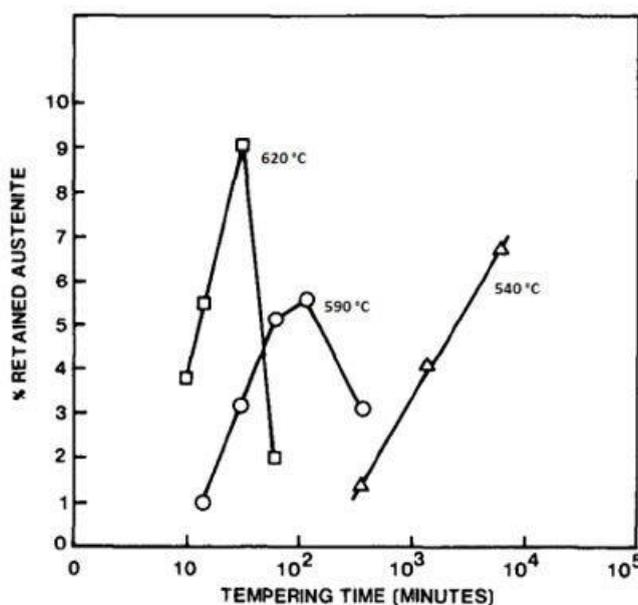


Figura 5: Porcentagem de austenita reversa a -196 °C vs tempo de revenimento para aços 9Ni temperados de 843°C, revenidos nas temperaturas indicadas seguido de têmpera a -196°C (Adaptado de [15]).

Neste mesmo artigo, foi estudado o efeito da temperatura de revenimento na microestrutura deste aço. Quando o revenimento foi feito a 540 °C por uma hora notou-se uma precipitação de carbonetos maior em relação ao revenimento a 590 °C, também por uma hora. Quando revenido a 540 °C por uma hora houve recuperação parcial das discordâncias e precipitação generalizada de carbeto ocorreu nos contornos de pacotes de ripas martensíticas, nos contornos de ripas martensíticas e no interior das próprias ripas. A Figura 6 mostra a micrografia feita em microscópio óptico. É possível

notar extensiva precipitação de carbonetos nos contornos dos pacotes de martensita prévia em forma de filme, assim como no interior destes pacotes em formato globular. A quantidade de austenita reversa observada neste aço foi menor que 0,5% segundo ensaio de difração de raios X feito pelos autores. A Figura 7 mostra a micrografia feita em microscópio eletrônico de transmissão deste tratamento. É possível observar que a densidade de discordâncias variou de ripa para ripa e carbonetos em forma de filmes foram observados nos contornos das ripas e em forma de precipitados no interior das ripas.

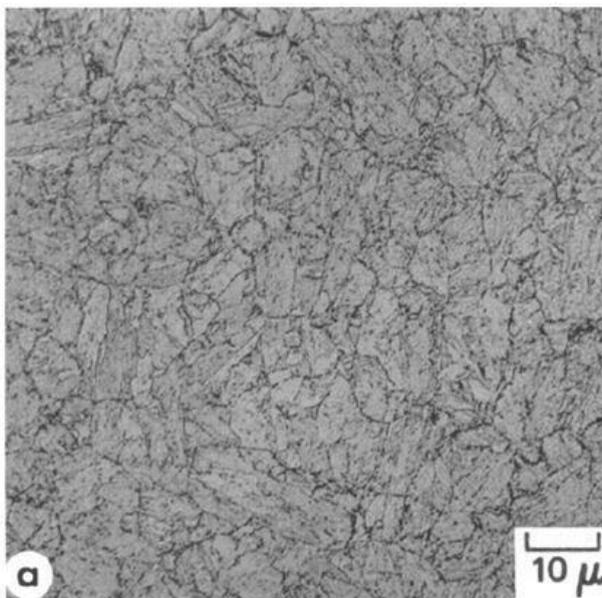


Figura 6: Micrografia ótica de aço 9Ni temperado (temperatura de austenitização de 843 °C) e revenido a 540 °C (Adaptado de [15]).

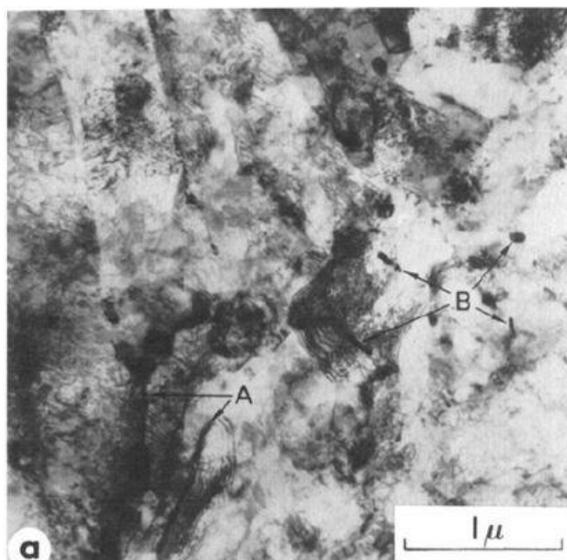


Figura 7: Micrografia eletrônica de transmissão de aço 9Ni temperado (temperatura de austenitização de 843 °C) e revenido a 540 °C. (A) filmes de carbonetos nos contornos das ripas, (B) carbonetos precipitados no interior das ripas (Adaptado de [15]).

No revenimento a 590 °C por uma hora, os autores encontraram 5,2% de austenita reversa por difração de raios X. A micrografia ótica na Figura 8 apresenta precipitação

de carbonetos bem menos proeminente do que no revenimento a 540 °C. Glóbulos de austenita reversa podem ser observados nos contornos dos pacotes de martensita prévia. A análise feita em microscopia eletrônica de transmissão na Figura 9 apresentou alguns grãos livre de discordâncias, apontando que recuperação mais avançada ocorreu. A estrutura geral de ripas permaneceu, porém a estrutura apresentou alguma equiaxialidade. Precipitação de carbonetos ocorreu em menor extensão e, em particular, não ocorreu precipitação de filmes de carbonetos nos contornos das ripas.

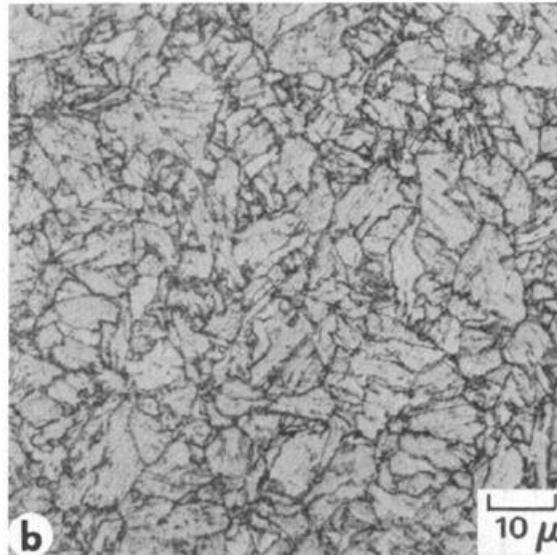


Figura 8: Micrografia óptica de aço 9Ni temperado (temperatura de austenitização de 843 °C) e revenido a 590 °C.(Adaptado de [15]).

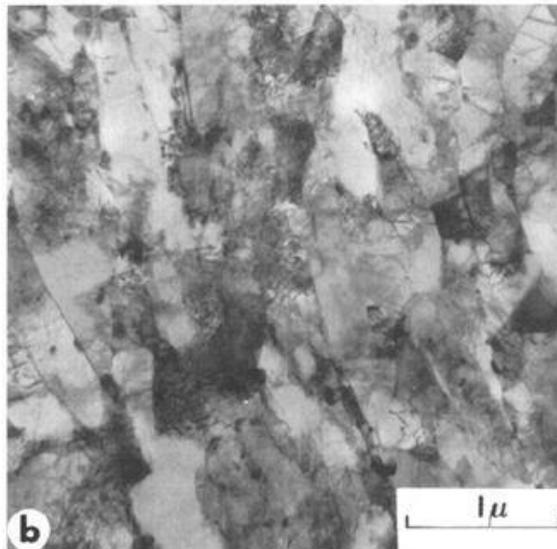


Figura 9: Micrografia eletrônica de transmissão de aço 9Ni temperado (temperatura de austenitização de 843 °C) e revenido a 590 °C. (Adaptado de [15]).

Strife e Passoja fizeram, nesse mesmo estudo, a mesma análise para a microestrutura de aço 9Ni temperado, sem revenimento posterior. Os autores observaram que a estrutura martensítica possuía alta densidade de discordâncias e estavam posicionadas em paralelo. Precipitação de carbonetos não foi observada.

Su *et al.* [15] fizeram um estudo similar aos citados acima, onde foi investigada a influência da temperatura de revenimento na microestrutura e propriedades mecânicas do aço tratado pelo processo QT. Suas amostras foram primeiramente temperadas a uma temperatura de 800°C por 60 minutos e em seguida revenidas a temperaturas de 540, 560, 580 e 600°C por 80 minutos. Foi constatado que em temperaturas menores que 560°C o revenimento ainda mantém o caráter de martensita em ripas. A temperaturas acima de 560°C, esse caráter muda, e a microestrutura passa a apresentar o que o autor chama de microestrutura rugosa. A 540°C a microestrutura já começa a perder seu perfil de martensita em ripas, mas ainda estão presentes algumas discordâncias, nota-se também extensiva precipitação de cementita nos contornos de austenita prévia. A confirmação de que esse precipitado era realmente cementita foi auxiliado por microscopia eletrônica de varredura. Essa evolução continua até 580°C, onde a martensita perde completamente seu feitio de ripas, a cementita desaparece dos contornos de grão e surge austenita em formato granular nos contornos de grão. Isso é explicado pelo “scavenging effect” da austenita reversa, onde ela absorve a cementita por inteiro. As micrografias óticas e eletrônicas de varredura se encontram nas Figuras 10 e 11.

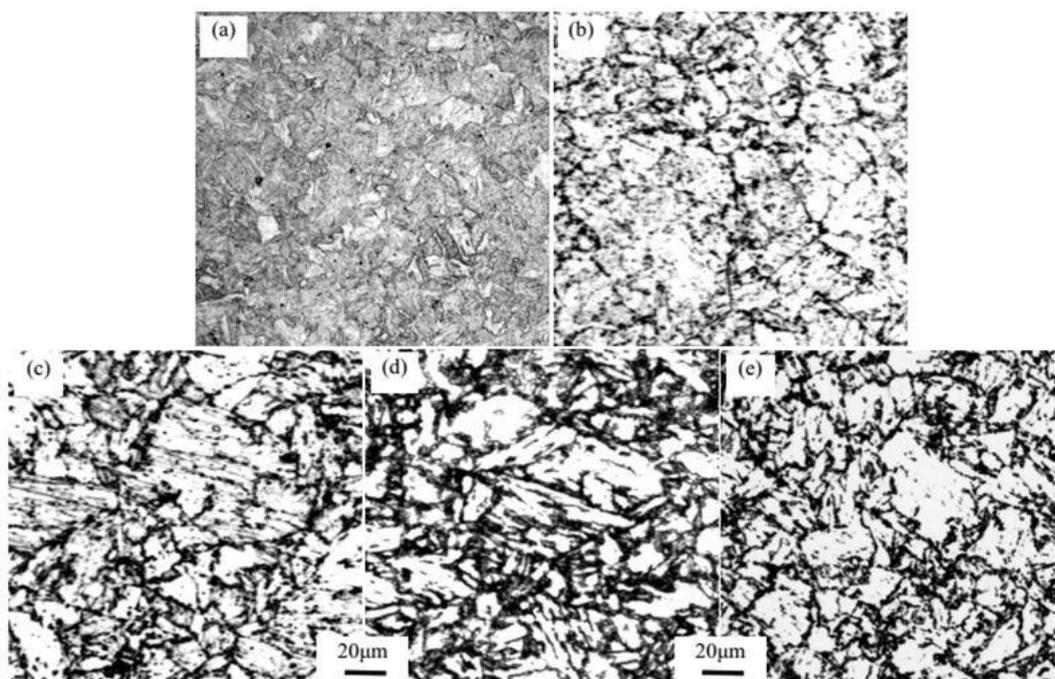


Figura 10: Micrografias óticas das amostras (a) como temperado a 800°C (b) revenido a 540°C (c) revenido a 560°C (d) revenido a 580°C (e) revenido a 600°C. (Adaptado de [15]).

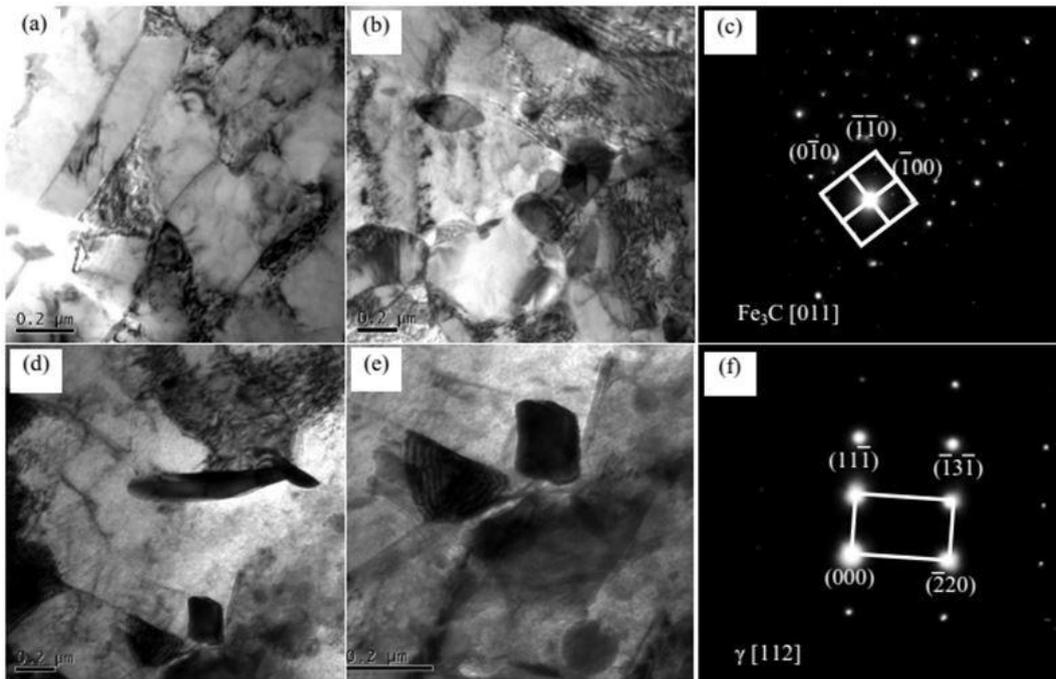


Figura 11: Micrografias eletrônicas de varredura das amostras (a), (b), (c) revenido a 540°C (d), (e), (f) revenido a 580°C. (Adaptado de [15]).

O estudo descrito no parágrafo anterior também compara as propriedades mecânicas de acordo com a temperatura de revenimento, os resultados podem ser vistos nos gráficos que seguem. É possível notar no gráfico da Figura 12 que o limite de escoamento (Rel) sofre uma diminuição progressiva à medida que se aumenta a temperatura de revenimento, já o limite de resistência (Rm) decresce um pouco até 580°C, para depois subir, desta forma a relação limite de escoamento/limite de resistência (Rel/Rm) também diminui de forma progressiva, tendo uma diminuição drástica entre 580°C e 600°C.

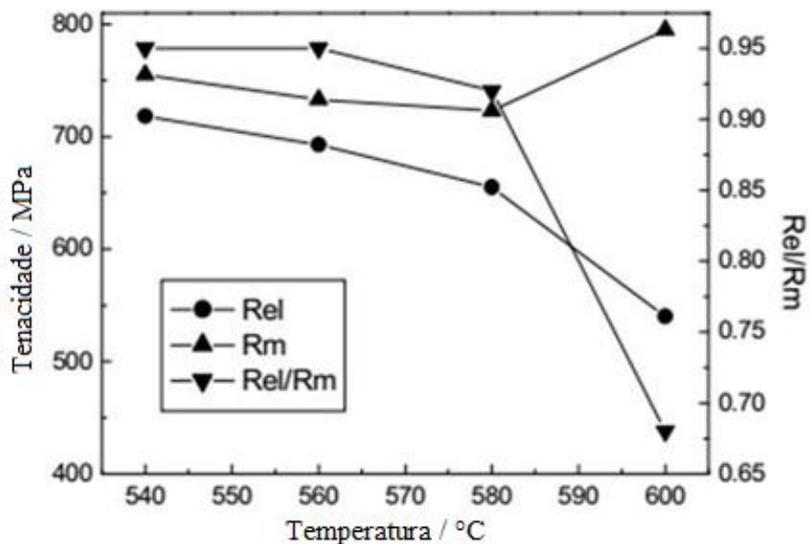


Figura 12: Limites de escoamento e resistência do aço 9Ni QT em diferentes temperaturas de revenimento (Adaptado de [15]).

O mesmo ocorre no segundo gráfico, na Figura 13, o percentual de austenita

reversa remanescente após impacto em temperatura ambiente (R.A. % (RT)) é máximo em 580°C, bem como a energia absorvida no impacto a temperaturas criogênicas (Ak_v), no entanto após impacto em temperatura criogênica (R.A. % (Impacted)) a superfície imediatamente próxima à fratura apresenta quantidades bem menores, para todas a temperatura, o que sugere uma transformação do tipo TRIP (transformed induced plasticity) que transformou a austenita em martensita.

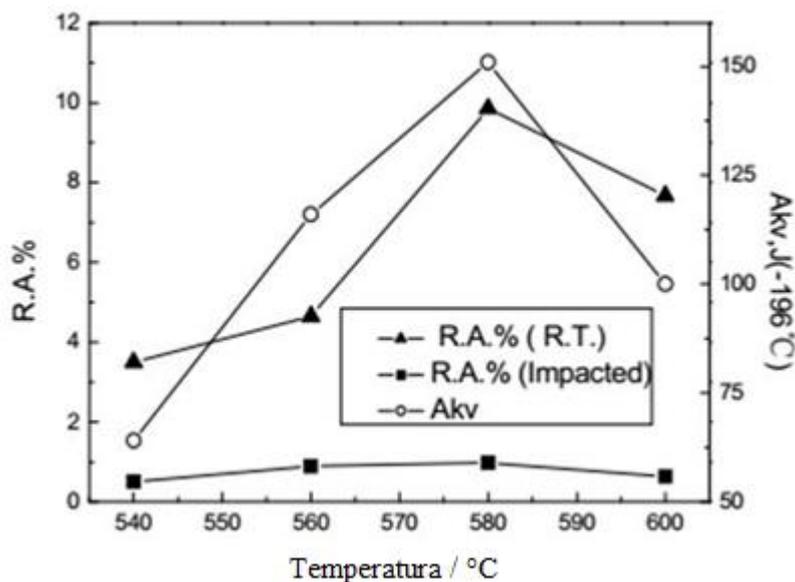


Figura 13: Valor de impacto criogênico e percentual de austenita retida em função da temperatura de revenimento do aço 9Ni QT(Adaptado de [16]).

Zhang (homônimo do citado anteriormente) *et al.* [16] analisaram o efeito de diferentes taxas de aquecimento (2, 5, 10, 20 e 40 °C/s) no revenimento para aço 9Ni na austenita reversa e revelaram que a quantidade de austenita reversa atinge um máximo para taxas de aquecimento em torno de 10°C/s e sua distribuição ocorre uniformemente em contornos de grão de austenita prévia e em contornos de ripa de martensita.

Zhang (primeiro a ser citado) *et al.* [12] revelaram também a influência do tratamento térmico nas propriedades mecânicas em aço 9Ni para armazenamento de GNL. Através de análises em microscópio eletrônico de transmissão, foi observado que o tratamento de têmpera e revenimento (temperatura austenitização de 820 °C e temperatura de revenimento de 570 °C) obteve microestrutura composta de ferrita e carbonetos com alguma densidade de discordâncias e pouca austenita reversa entre as antigas ripas de martensita. A Figura 14 a seguir mostra a micrografia eletrônica de transmissão da estrutura temperada e revenida. É possível observar ripas de martensita prévia com alta densidade de discordâncias, parte delas formando células de discordâncias. Nota-se a presença de austenita reversa (campo claro e escuro) entre as ripas de martensita prévia. A quantidade reduzida de austenita reversa no aço estudado

por este autor, pode ser explicado pela maior temperatura de austenitização em relação ao estudo feito por Strife e Passoja [14] e menor temperatura de revenimento.

É conhecido que a temperatura de austenitização de um aço influencia na sua temperabilidade, tornando-o mais temperável com o aumento desta temperatura. A temperatura de revenimento dita a quantidade de austenita reversa formada, sendo maior quantidade deste constituinte para temperaturas de revenimento maiores, conforme regra da alavanca. Porém a estabilidade da austenita cai, conforme abordado anteriormente.

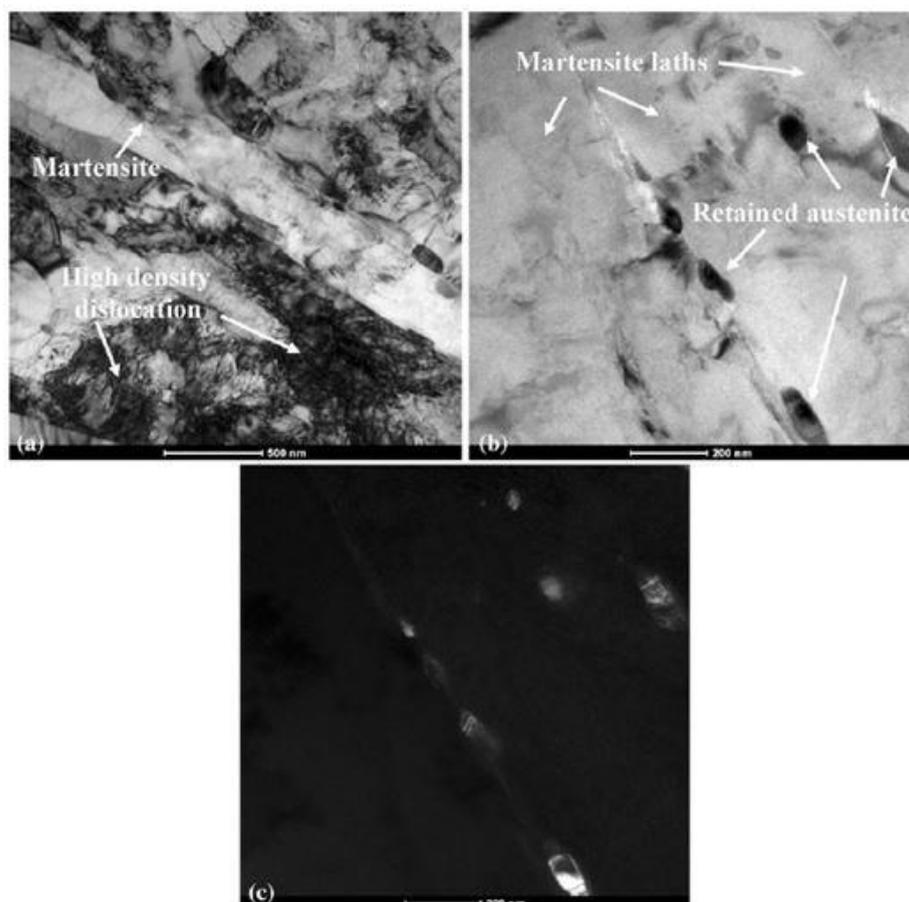


Figura 14: Microscopia eletrônica de transmissão de aço 9Ni temperado (temperatura de austenitização de 870 °C) e revenido a 570 °C. (a) ripas de martensita prévia e presença de alta densidade de discordâncias, (b) presença de austenita reversa entre ripas de martensita prévia e (c) presença de austenita reversa entre ripas de martensita prévia (micrografia de campo escuro)(Adaptado de [16]).

Yang *et al.* [17] observaram a influência das temperaturas de austenitização e de revenimento para aço 9Ni (0,036%C, 0,10%Si, 0,70%Mn, 0,096%Mo, 0,0068%P, 0,005%S e 9,02%Ni). O efeito da temperatura de austenitização é bastante acentuado e a fração volumétrica de austenita reversa, após revenimento a 600°C, aumenta à medida que a temperatura de têmpera aumenta de 750°C para 900°C, onde atinge seu máximo. Para temperaturas de austenitização maior que 900°C, a tendência da quantidade de austenita reversa é diminuir. No entanto a precipitação dessa austenita reversa, gerando

austenita retida ocorre em maior escala em temperaturas de austenitização mais baixas, isto ocorre devido ao refino de grão austenítico e de pacotes de martensita, propiciando maior número de locais preferenciais para nucleação da austenita durante o revenimento. A Figura 15 a seguir apresenta análise realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) para a presença de austenita em diferentes temperaturas de austenitização. É possível notar que os grãos ficam grosseiros a partir de 900 °C.

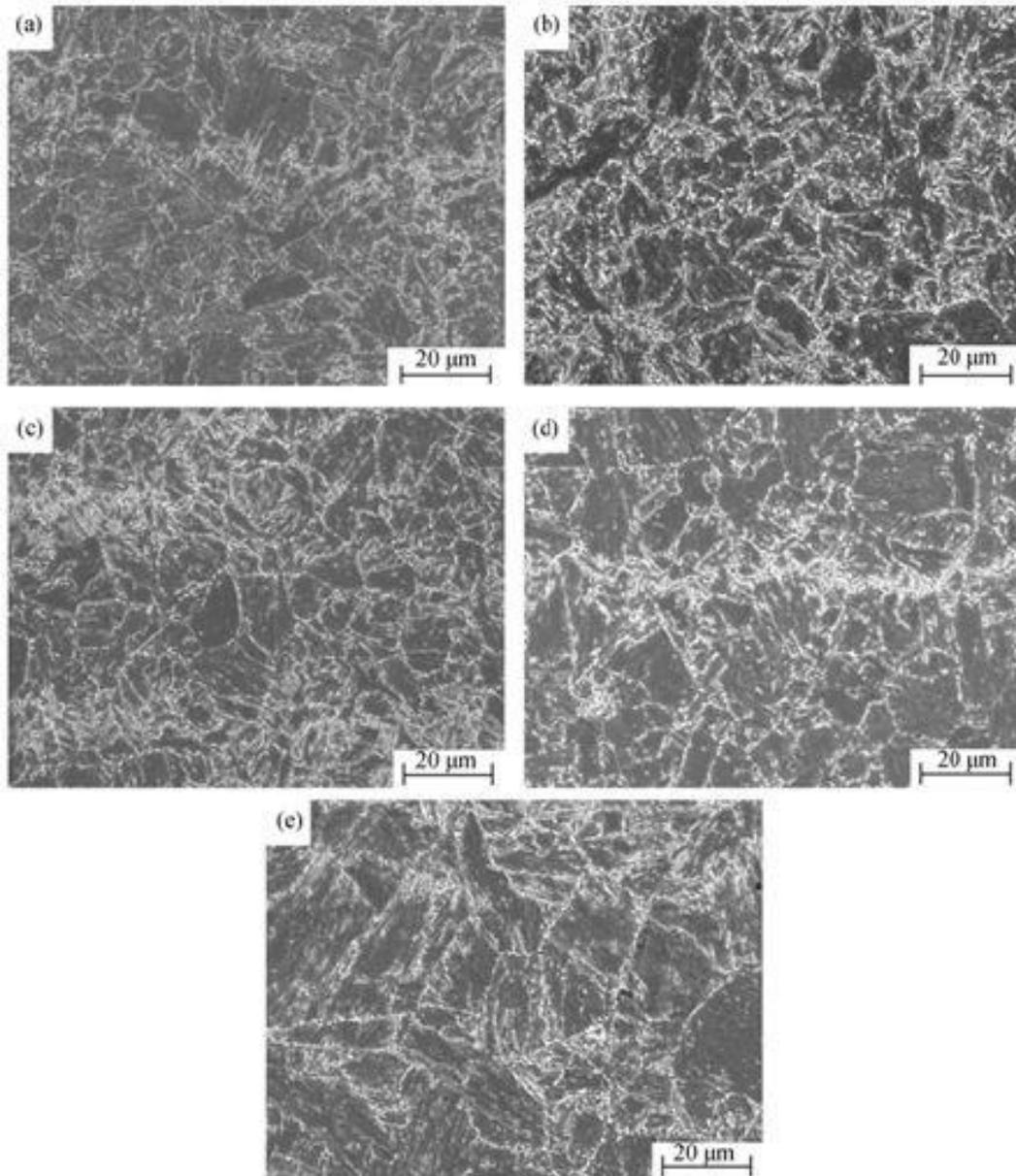


Figura 15: Micrografias eletrônicas de varredura de amostras revenidas a 600 °C e temperadas a partir diversas temperaturas de austenitização (a) 750 °C; (b) 800 °C; (c) 850 °C; (d) 900 °C; (e) 1000°C.(Adaptado de [17]).

A temperatura de revenimento também foi estudada por Yang e colaboradores e foi observado que em temperaturas entre 570-630°C a austenita se forma em contornos de grãos de austenita prévia e em contornos de pacotes de martensita. Com o aumento de

temperatura parte da austenita torna-se instável e transforma-se em martensita não-revenida. Neste momento, a microestrutura encontrada é formada de 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 16 ilustra o fenômeno observado para diferentes temperaturas de revenimento.

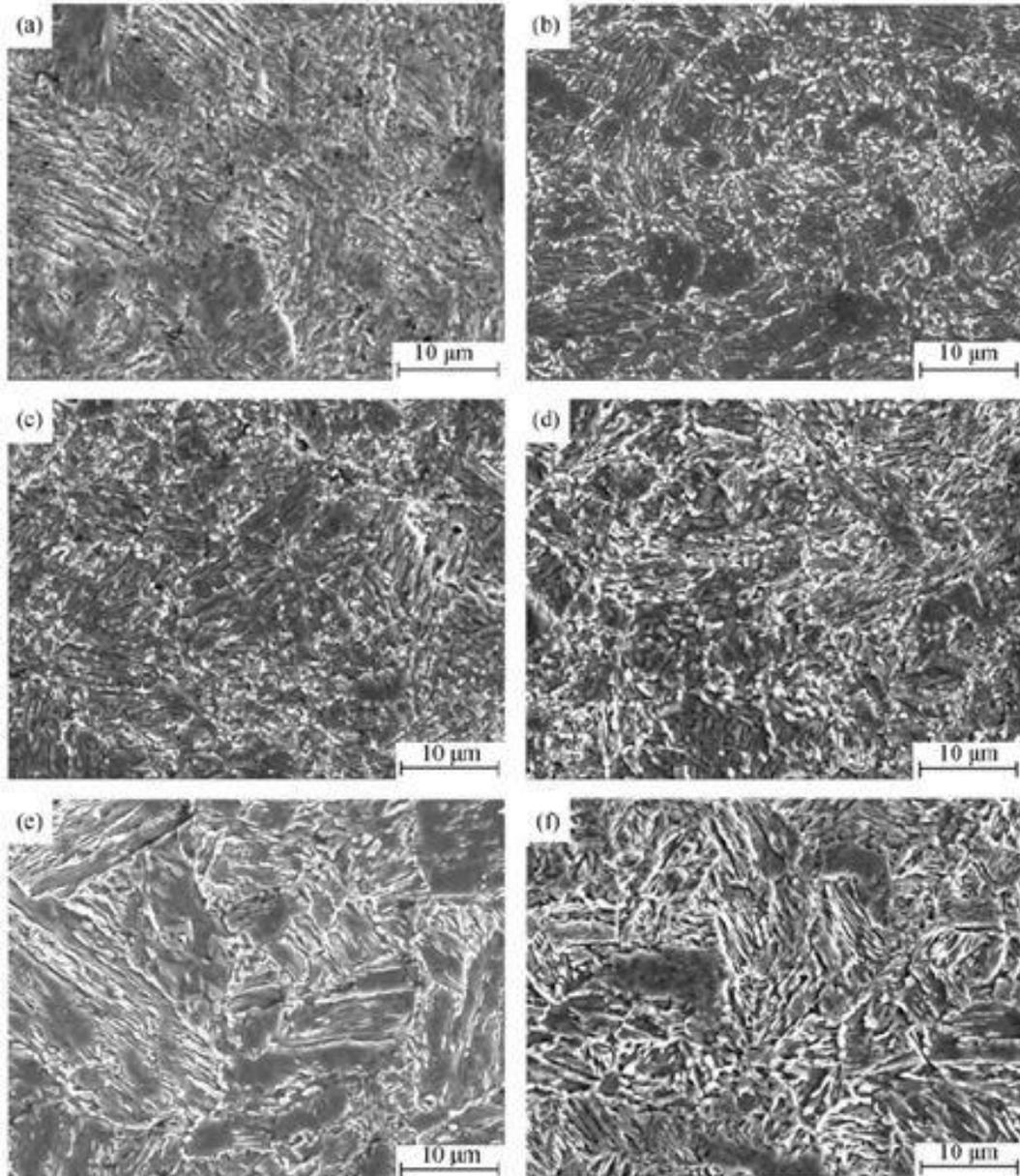


Figura 16: Micrografias eletrônicas de varredura de amostras revenidas a: (a) 540 °C; (b) 570 °C; (c) 600°C; (d) 630 °C; (e) 650 °C; (f) 670 °C(Adaptado de [18]).

2.2. Soldagem

2.2.1. Fundamentos de soldagem a arco elétrico

A soldagem é um processo de fabricação, e seu uso mais comum é como processo de união, mas também pode ser usado como processo de manutenção e revestimento. A soldagem é definida como o processo de união microscópica contínua de peças, no sentido de formar ligações químicas e intermoleculares. Normalmente o fenômeno usado para garantir essa união é a fusão; das peças entre si, ou usando materiais adicionais como intermediários. Entretanto, a fusão não é um requisito, podendo a soldagem ser feita por outros mecanismos, como fricção e explosão. De maneira análoga, a fusão não se restringe a materiais metálicos, podendo também ser efetuada em polímeros, cerâmicos e compósitos [5], [18].

Os processos de soldagem costumam ser divididos de acordo com a fonte energética utilizada. A fusão por auxílio de um arco elétrico é o processo de maior relevância comercial. A soldagem a arco elétrico fornece uma série de características vantajosas, como:

- Densidade de energia adequada para fusão localizada.
- Fácil controle da fusão.
- Baixo custo relativo do equipamento.
- Versatilidade no projeto.
- Minimização de riscos à saúde do soldador/operador em comparação a alguns outros processos.

2.2.2. O arco elétrico

O arco elétrico é estabelecido quando uma diferença de potencial elétrico muito elevada é atingido entre dois eletrodos. Normalmente um desses eletrodos é o próprio metal de adição conectado a uma fonte e o outro é a peça a ser unida, também conectada a uma fonte. Tal diferença de potencial é capaz de emitir elétrons termoionicamente do cátodo, o que por sua vez permite ionizar a atmosfera presente entre os eletrodos através do choque de elétrons com átomos, formando um plasma. Com essa ionização é possível que seja feita a passagem de corrente entre os eletrodos por intermédio de íons e elétrons do plasma. Um esquema mais detalhado está presente na Figura 17.

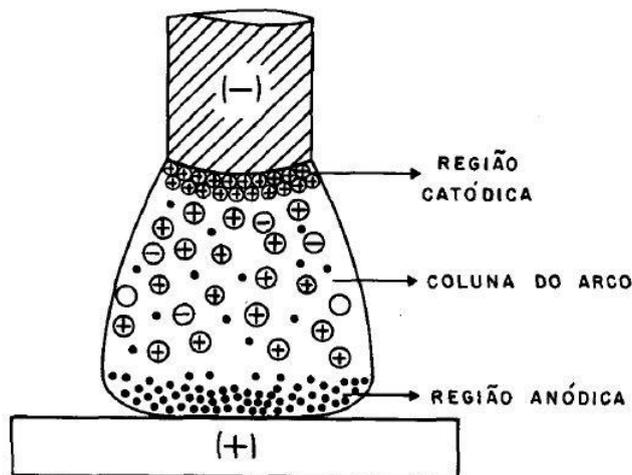


Figura 17: Esquema em escala atômica dos fenômenos que ocorrem dentro do arco elétrico permanente (Adaptado de [19]).

O calor gerado pelo arco elétrico pode ser calculado usando a equação:

$$Q = VIt$$

Onde Q é o calor gerado pelo arco elétrico em Joules; V é a diferença de potencial entre os eletrodos em Volts; I é a corrente que circula no circuito em Amperes e t é o tempo de operação em segundos.

Entretanto, é mais comum se utilizar outra grandeza quando se caracteriza o calor do processo de soldagem; o aporte térmico. Esta se define como sendo a quantidade de energia efetivamente dada à peça por unidade de comprimento, expressa em Joule por milímetro.

$$H = \frac{nVI}{v}$$

O termo H é o aporte térmico propriamente dito em Joules por milímetro; o termo η a eficiência térmica do processo de soldagem empregado, uma razão que pode ir de 0 a 1; V a diferença de potencial entre os eletrodos em Volts; I é a corrente que circula no circuito em Amperes e v é a velocidade da soldagem em milímetros por segundo.

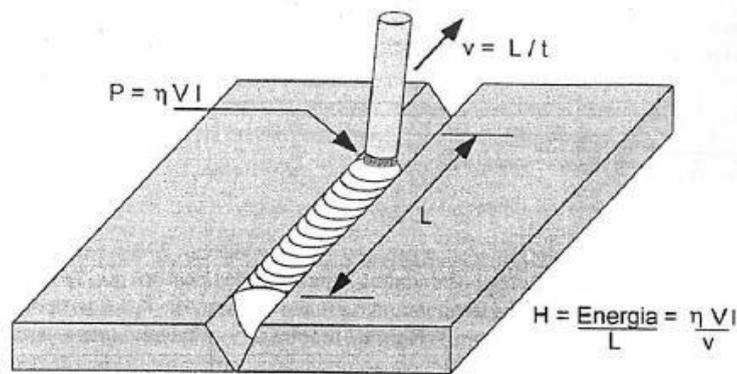


Figura 18: Esquema explicativo do aporte térmico da soldagem (Adaptado de [5]).

2.2.3. Shielded Metal Arc Welding

SMAW, acrônimo de *Shielded Metal Arc Welding*, nacionalmente conhecido como soldagem com eletrodo revestido é um processo de soldagem na qual o eletrodo é consumível, isto é, ele é o próprio metal de adição. O eletrodo revestido consiste no metal de adição em forma de vareta, onde em uma de suas pontas é estabelecido o contato com a fonte e na outra forma-se o arco elétrico. À medida que o metal vai sendo depositado a vareta vai diminuindo de comprimento, sendo necessário o ajuste do distanciamento entre a tocha e a peça para que o comprimento do arco mantenha-se constante. Quando a vareta atinge um tamanho crítico ela deve ser substituída por uma nova. O nome *Shielded Metal Arc Welding* ou eletrodo revestido provem do fato do metal de adição ser protegido por um revestimento de fluxo de soldagem, com funções de estabilizar o arco elétrico, formando uma atmosfera controlada; descontaminar a poça de fusão por ajuste de composição química; e formar uma escória protetora do cordão de solda contra a atmosfera e com capacidade de atenuar a taxa resfriamento do cordão. Um esquema da soldagem envolvendo eletrodo, metal base, poça de fusão e arco elétrico encontra-se na Figura 19. Um esquema do processo de soldagem, com equipamentos é visto na Figura 20.

A popularidade do processo se deve à sua versatilidade de ligas soldáveis, que se deve em grande parte à possibilidade de usar diversos tipos de revestimentos. Além disso é um processo com equipamento barato, simples, portátil e robusto. Por outro lado exhibe algumas limitações notáveis: a baixa produtividade, dificuldade de manuseio, geração de gases prejudiciais à saúde do soldador, sensibilidade dos revestimentos, impossibilidade de soldar metais com baixo ponto de fusão ou muito reativos.

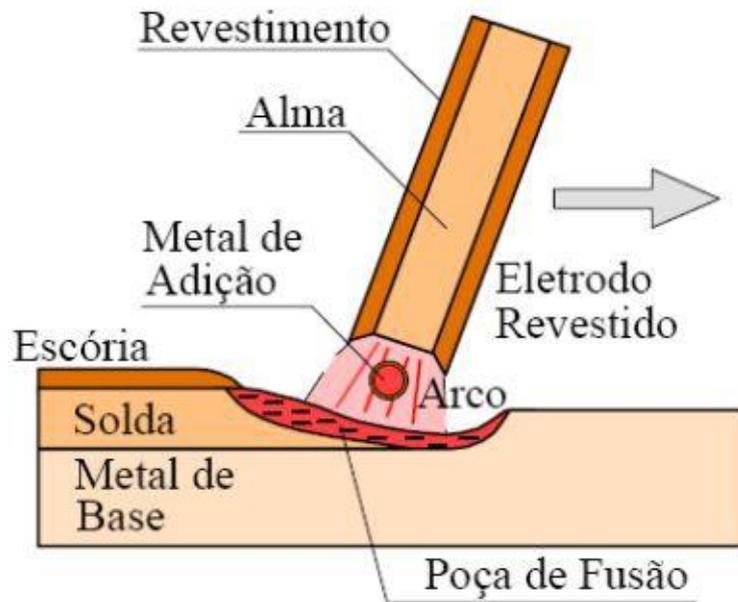


Figura 19: Esquema de soldagem SMAW (Adaptado de [20]).

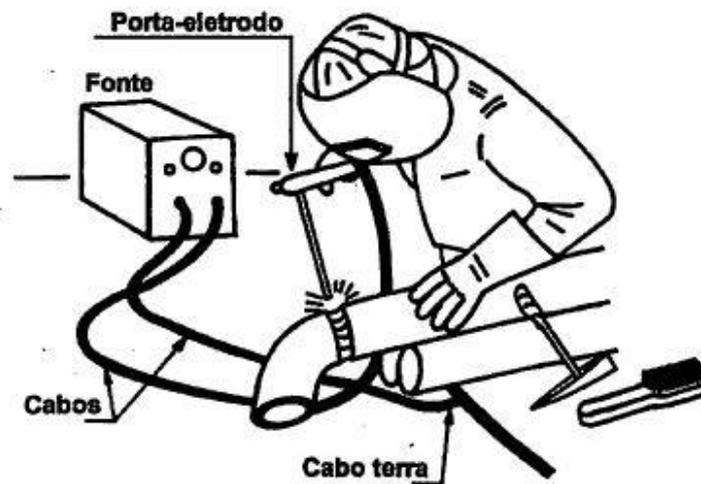


Figura 20: Equipamentos de soldagem SMAW (Adaptado de [20]).

2.2.4. Zona termicamente afetada

O aquecimento devido ao arco elétrico, garantindo a fusão e soldagem do material, em conjunto com o resfriamento subsequente devido à condução de calor pela peça representa o ciclo térmico que o material foi submetido em determinado ponto da peça. No ciclo térmico visto na Figura 21 nota-se que na soldagem há um aquecimento muito rápido e um resfriamento um pouco menos brusco. T_p é a temperatura de pico.

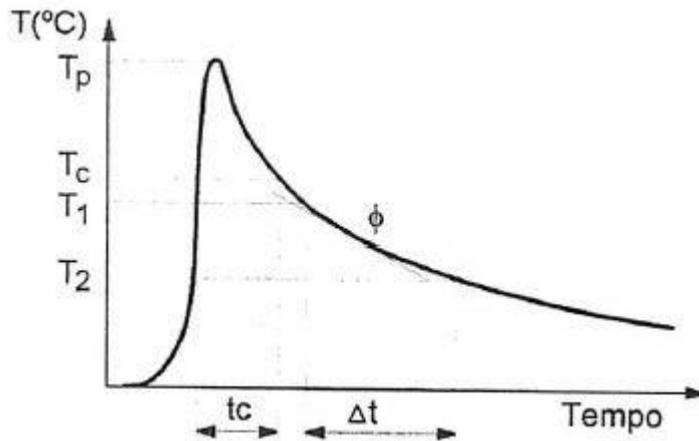


Figura 21: Gráfico do ciclo térmico da soldagem (Adaptado de [5]).

O ciclo térmico é uma informação de vital importância para a soldagem, pois permite uma análise qualitativa da microestrutura que se formará e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas de determinado ponto do cordão de solda ou da zona termicamente afetada. O esquema a seguir nos permite visualizar de forma mais clara a influência do ciclo térmico na microestrutura formada através de um exemplo usando um aço baixo carbono. No entanto merece ser mencionado que o esquema a seguir dispõe um ciclo térmico e um diagrama de fases que representa as transformações em equilíbrio, o que não condiz com a realidade para a soldagem, um processo no qual o aquecimento e resfriamento são muito acelerados e fora do equilíbrio.

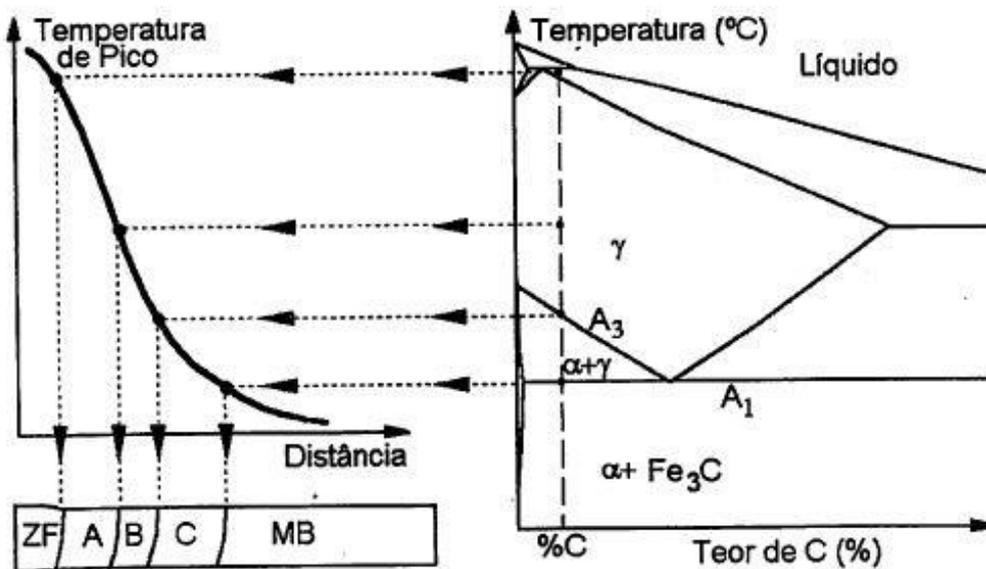


Figura 22: Esquema explicativo da influência do ciclo térmico na microestrutura de um aço baixo carbono (Adaptado de [5]).

A solda se define por 3 regiões:

- Zona fundida (ZF): zona delimitada pelo material que fundiu e se solidificou.

- Zona termicamente afetada (ZTA): zona delimitada por material que não fundiu, mas que teve alteração microestrutural.
- Zona do metal de base (MB): porção do material que não atingiu temperaturas suficientes para se modificar microestruturalmente.

A ZTA de um aço normalmente pode subdividir-se em 3 outras regiões:

- Zona de grãos grosseiros (ZGG): zona delimitada pela fração do material que atingiu temperaturas superiores à de crescimento de grão mas que não chegou a fundir.
- Zona de grãos finos (ZGF): zona delimitada por material que atingiu temperatura de recristalização mas não o suficiente para promover o crescimento de grão.
- Zona intercrítica (IC): porção do material que atingiu temperaturas do campo bifásico.

A composição química de um aço modifica muito o perfil de sua ZTA. A composição química define as temperaturas que delimitam cada uma dessas zonas. Nesse caso aços de composição química diferentes podem ter diferentes extensões das zonas da ZTA para um mesmo ciclo térmico. Da mesma forma a composição química também influencia os constituintes que se formarão. O perfil da microestrutura é então altamente dependente de composição química e ciclo térmico.

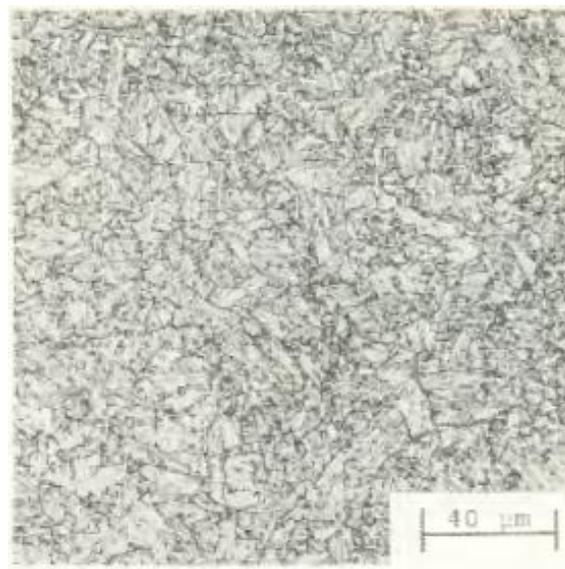
Vale ressaltar que a ZTA é uma região com alta tendência à formação de martensita, particularmente na ZGG, onde a taxa de resfriamento atinge os maiores valores e o crescimento de grão afeta consideravelmente a temperabilidade da microestrutura. Como dito no parágrafo anterior, este fenômeno é também controlado pela composição química do material.

2.2.5. ZTA do aço 9Ni

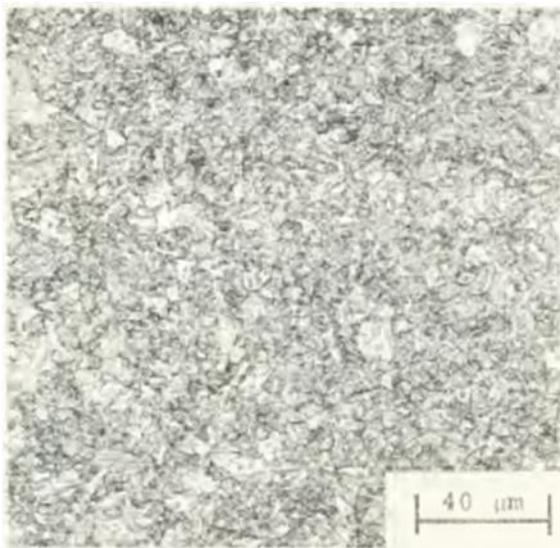
Nippes e Balaguer [19] em 1985 estudaram a soldagem do aço criando regiões de ZTA sintéticas através de um aparato Gleeble. Três corpos de prova foram confeccionados, e suas temperaturas de pico foram de 500, 1000 e 1300°C. Os ciclos térmicos correspondiam a um aporte térmico de 1,575kJ/mm. Além disso também foi medida a quantidade de austenita retida em cada um desses corpos de prova através de difração de raios-X e medição de campo magnético.

O material como recebido, isto é, temperado e revenido, consiste de ferrita e carbeto precipitados durante o revenido. É notável a presença do bandeamento devido ao fenômeno de segregação durante a solidificação do aço. As técnicas revelaram que nesse

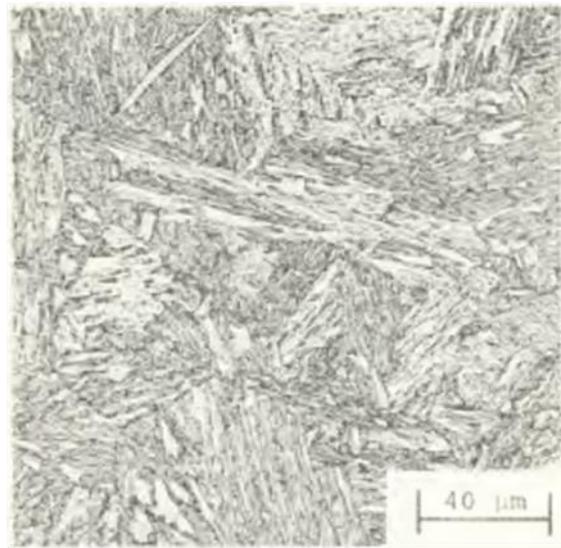
estado o material apresenta cerca de 9,4% de austenita retida, em volume. A temperatura de 1300°C gerou martensita de grãos grosseiros e acusou 2,9% de austenita retida, em volume. A de 1000°C, por estar acima Ac3 austenitizou e refinou os grãos. Com o resfriamento rápido, característica comum de um ciclo térmico de soldagem, toda esta região se transformou em martensita, sem qualquer vestígio de austenita. O corpo de prova aquecido até 500°C não teve aparente mudança microestrutural, mas acusou um percentual de austenita retida de 3,9% em volume, bem menor que o percentual do material não submetido a soldagem. As micrografias dos corpos de prova simulados se encontram nas imagens da Figura 23 a seguir.



(a) 500°C.



(b) 1000°C.

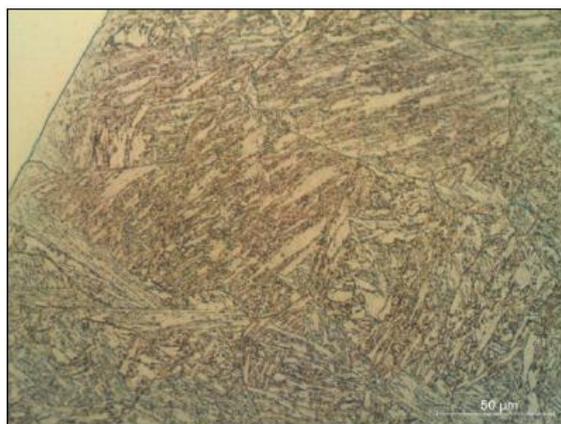


(c) 1300°C.

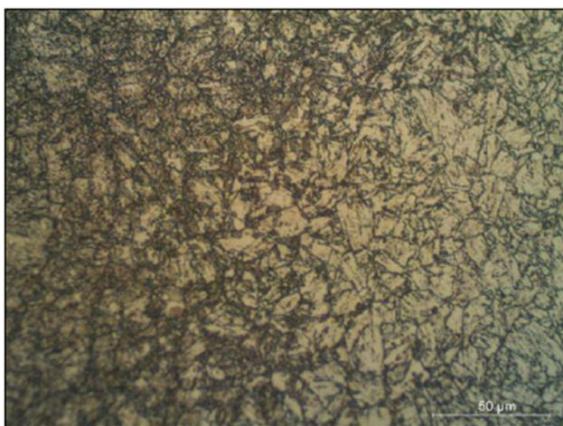
Figura 23: Microestruturas aço 9Ni submetidos a ciclos térmicos de simulação de soldagem em Gleeble (Adaptado de [19]).

Zeeman e Emygdio [20] também realizaram um estudo de soldagem do aço 9%Ni. O processo de soldagem utilizado foi o SMAW, e o aporte térmico variou de 0,6 a 1,2kJ/mm. Entretanto, o material base foi processado de diversas maneiras: no primeiro foi usado um tubo sem costura, em outro um tubo forjado e no último uma placa laminada.

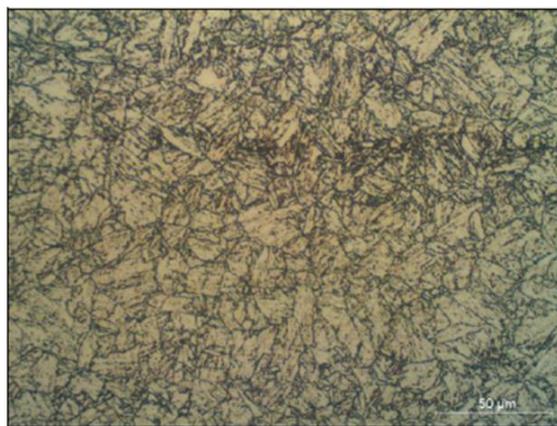
No tubo sem costura a soldagem gerou uma zona grãos grosseiros martensítica. Já na zona intercrítica houve uma austenitização parcial, o que leva a crer que há uma maior estabilidade da austenita e, conseqüentemente, uma maior fração volumétrica da mesma. Não houve aparentes alterações no metal base depois da zona intercrítica. As micrografias encontram-se a seguir.



(a) ZGG.



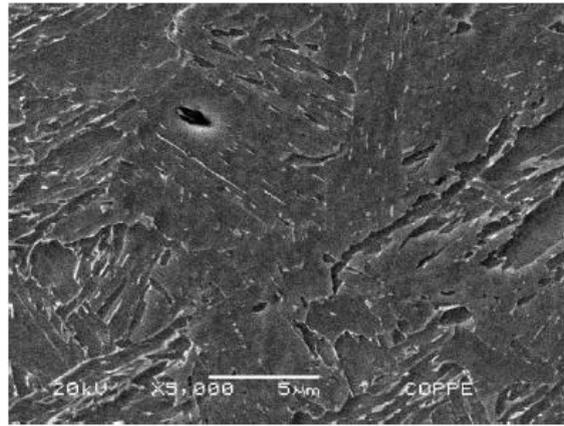
(b) ZFF.



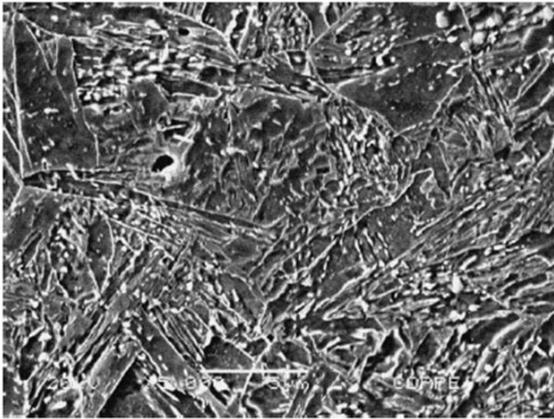
(c) Metal base.

Figura 24: Microestruturas em MO da ZTA do aço ASTM A333 Gr.8 (Adaptado de [20]).

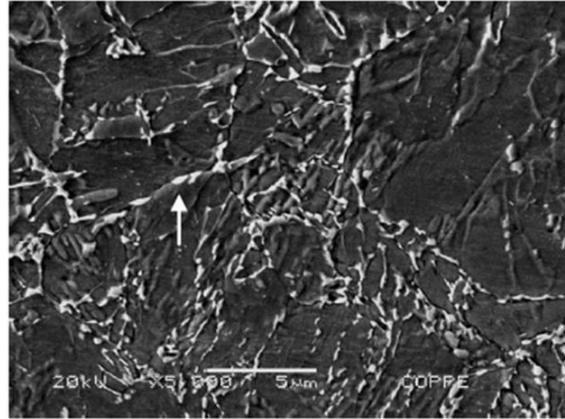
Neste mesmo trabalho também foram realizadas microscopias eletrônicas de varredura, neste caso para chapas laminadas soldadas. Os resultados encontram-se a seguir. A seta branca na terceira imagem corresponde a uma micro-fase, sem especificar exatamente qual é, no entanto pelo contexto do trabalho deixa-se a entender que seja austenita retida.



(a) ZGG.



(b) ZFF.



(c) Metal base.

Figura 25: Microestruturas em MEV da ZTA do aço ASTM A353 (Adaptado de [20]).

2.3. Simulação computacional de soldagem

2.3.1. Diagramas TTT e CCT

O estudo de diagramas TTT e CCT é de fundamental importância para o processamento termo-mecânico de materiais. No entanto, a virtual infinita variedade de ligas de composições químicas e tamanhos de grãos diferentes exigiu métodos mais dinâmicos para a determinação dos mesmos [21]. Dentro desse contexto surge os métodos computacionais.

O modelo de Kirkaldy [22] prevê a formação de ferrita, perlita e bainita a partir de austenita. Nela o termo τ representa o tempo, x a fração de austenita formada, e T a temperatura. A equação encontra-se a seguir:

$$\tau(x, T) = \frac{1}{\alpha(N)D_{eff}\Delta T^q} \int_0^x \frac{dx}{x^{2(1-x)/3}(1-x)^{2x/3}}$$

Onde:

$$\alpha = \beta 2^{(N-1)/2}$$

O termo β é um coeficiente empírico, N o tamanho de grão inicial, de acordo com a tabela ASTM, D_{eff} o coeficiente de difusão efetivo, ΔT o resfriamento abaixo de Ac3 em condição de austenita instável e q um coeficiente relacionado ao mecanismo de difusão. O termo D_{eff} por sua vez é dependente do somatório da concentração de cada elemento vezes uma constante relativa a cada elemento e de Q_{eff} , equivalente a energia de ativação efetiva para a difusão.

Assim sendo, equação citada anteriormente para cálculo de τ , adquire uma nova forma e já fornece diretamente a curva de transformação completa em função das temperaturas:

$$\tau_{TTT} = \frac{1}{2^{N/8}(\Delta T)^3} e^{\left(\frac{Q_{eff}}{RT}\right)} \sum_{j=1}^m a_j c_j$$

A partir desta equação pode-se obter as curvas de transformação para a ferrita, perlita e bainita.

3. Materiais e métodos

3.1. Materiais

3.1.1. Metal base

Foi utilizado um tubo de aço ASTM A333 Gr.8 tratados termicamente por têmpera e revenido fornecidos pela empresa Vallourec Tubos do Brasil. O tubo possui as seguintes dimensões:

- 219,1mm (8”) de diâmetro externo.
- 31,75mm (1 1/4”) de espessura.
- 130mm de comprimento.

O fabricante não especificou tempos e temperaturas do tratamento térmico, apenas afirmou que os mesmos se enquadram nas faixas definidas pela norma. Pela norma o tempo mínimo a ser mantido na temperatura de $800 \pm 15^{\circ}\text{C}$ (têmpera) e $656 \pm 15^{\circ}\text{C}$ (revenido) para tal espessura seriam de 63 minutos e 30 segundos.

A composição química dos tubos fornecidos pelo fabricante se encontra na tabela 4.

Tabela 4: Composição química do tubo de aço 9Ni.

Composição química (% em peso)						
C	Mn	P	S	Si	Ni	Fe
0,03	0,61	0,007	0,004	0,26	9,00	Balanco

3.1.2. Metal de adição

Foi utilizado como metal de adição a superliga de níquel, Inconel 625, fabricado pela Sandvik sob o nome comercial Sanicro 60 e sob especificação AWS A5.11 ENiCrMo-3. A composição química normativa está descrita na tabela à seguir.

Tabela 5: Composição química dos arames de Inconel 625 fornecida pelo fabricante.

Composição química (% em peso)									
C	Mn	P	S	Si	Ni	Fe	Cr	Mo	Nb
$\leq 0,03$	0,2	$\leq 0,015$	$\leq 0,010$	0,2	≥ 60	≤ 1	22	9	3,5

3.2. Métodos

3.2.1. Processos de soldagem

Os cordões forma soldados por simples deposição de metal de adição longitudinalmente ao tubo, transversais à seção circular do tubo.

O processo de soldagem utilizado foi o SMAW, executada de forma manual. Foram soldados 3 cordões de solda com aportes térmicos distintos. Os parâmetros de soldagem utilizados estão descritos na tabela abaixo.

Tabela 6: Parâmetros de soldagem dos cordões.

Cordão	Aporte térmico (kJ/mm)	Tensão média (V)	Corrente média (A)	Velocidade soldagem (mm/s)
SM1	0,5	26	80	3,7
SM2	0,6	23	80	2,5
SM3	1,0	25	80	1,5

3.2.2. Usinagem dos corpos de prova

Visando a análise microestrutural da ZTA do aço 9Ni por meios de microscopia ótica e eletrônica foram extraídos corpos de prova do tubo a partir de desenhos feitos em AutoCAD, de forma a ter uma vista que cortasse transversalmente o cordão de solda e ZTA adjacente. Tal procedimento também foi realizado na instituição citada no parágrafo anterior.

3.2.3. Preparação metalográfica

A preparação metalográfica foi a mesma para todos os corpos de prova em todos os ataques químicos. Todos ataque químicos efetuados foram reproduzidos em todas as amostras, de forma a ter uma base de comparação válida para cada ZTA formada. A preparação consistiu no lixamento progressivo das amostras, indo da lixa de 100 mesh até 1200 mesh, passando por: 220, 320, 400, 500 e 600 mesh, nesta ordem. O polimento foi feito com panos com pasta de diamante aderida de granulometria começando pela de 6µm, depois 3µm e por fim 1µm. Diversos ataques químicos foram empregados em tubos soldados de aço 9Ni, mas não especificamente para o processo SMAW. Cada ataque possuía um propósito diferente, no entanto nem todos foram eficazes. Os que foram eficientes foram reproduzidos para as amostras em estudo neste trabalho. Todos os ataques realizados e seus resultados de microscopia ótica e eletrônica constam no Anexo 1. Os

ataques químicos utilizados para tubos soldados de aço 9Ni pelo processo SMAW se encontram na tabela 7. Cada ataque foi usado com um intuito diferente. Enquanto a maioria foi usada para revelar contornos de grão de diferentes, também foi esperado que alguns ataques revelassem diferentes constituintes com diferentes cores, como o Marder e Bencoter e o LePera. O ácido nítrico e acético foram usados para revelar depósitos de níquel. Já o ácido pícrico revela contornos de grão de austenita prévia. No entanto, nem todos ataques foram eficazes ou apresentaram algum nível de clareza naquilo que deveria revelar.

Tabela 7: Especificações dos ataques químicos empregados.

Ataque	Composição química	Forma de ataque	Tempo de ataque
Nital 2%	2% Ácido nítrico 98% Álcool etílico	Imersão	Visual
Marder e Bencoter (variante)	10g Metabissulfito de sódio 100ml Água destilada	Imersão sob agitação vigorosa	60s
FeCl₃ + Picral	4g Ácido pícrico 4g Cloreto férrico 100ml Álcool etílico	Pincelamento com detergente neutro sobre a superfície da amostra. Após o pincelamento, deixar o detergente sobre a amostra e realizar um novo pincelamento com a solução. Enxague com água abundante, seguido de álcool e secagem com soprador térmico.	Cerca de 2 minutos / Visual
Picral 4%	4g Ácido pícrico 100ml Álcool etílico	Imersão	Visual
Kourbatoff	10 parte Nital 4% 1 parte Picral 4%	Imersão	Visual
Ácido nítrico e Acético	1 parte Ácido nítrico 4 partes Ácido acético	Imersão	1 segundo
Le Pera	Solução de 1g de Metabissulfito de sódio em 100 ml de água destilada Solução de 100ml de Picral 4%	Imersão	7 a 12 segundos

3.2.4. Macrografias

As macrografias foram executadas após a preparação metalográfica das amostras com o ataque Nital 2%. Tendo em vista que o objetivo deste processo era ter um registro visual da extensão da ZTA e suas zonas, mas sem necessidade de visualizar características microestruturais, tanto para fins de compreensão do do tema abordado quanto para a simulação computacional. É sabido que o Nital consegue atender bem a esses requisitos, por isso não houve necessidade de repetir o processo com outros ataques.

As macrografias foram realizadas no LAMEF (Laboratório de Mecânica da Fratura), situado no Centro de Tecnologia da UFRJ. Foi utilizada uma base fixa com

auxílio de uma lente acoplada a uma câmera fotográfica profissional.

3.2.5. Simulação Computacional

Para a realização da simulação numérica foi utilizado o software JMatPro para a geração de diagrama de fases, curvas de transformação-tempo-temperatura (Curvas TTT) e curvas de transformação em resfriamento contínuo (Curvas CCT) a partir da composição química, temperatura de austenitização e tamanho de grão do metal base. A composição química foi aquela fornecida pelo fabricante, a temperatura de austenitização utilizada foi de 1350°C para a ZGG e de 900°C para a ZGF, conforme observado em experiências anteriores no LNTSold, e o tamanho de grão foi medido por microscopia ótica, com auxílio do ataque de Cloreto Férrico com Picral 4%. Com este ataque foi possível visualizar os contornos de grão de austenita prévia e medir sua granulometria a partir do método dos interceptos. Visto que a granulometria não é homogênea em toda a ZTA, foram utilizadas dois tamanhos de grão na simulação, uma na Zona de Grãos Grosseiros, de 5 micrômetros, e outra na Zona de Grãos Finos, de 30 micrômetros. Por esta razão serão gerados duas curvas CCT e duas TTT, uma para cada granulometria.

Tais dados serviram como input para o software Sysweld, em conjunto com as condutividades térmicas, coeficientes de expansão térmica e densidades, para todas as fases presentes no ciclo térmico de soldagem do material, em função da temperatura. Esses dados foram fornecidos pelo distribuidor do software.

Além disso o Sysweld também exige a geometria dos cordões de solda e dos tubos, feitas com macrografias dos mesmos. Sobre os desenhos geométricos são colocadas malhas, onde cada interseção corresponde a um nó no método do elementos finitos. Também são exigidos parâmetros e processo de soldagem empregados, obtidos a partir do Relatório de Registro de Soldagem (RRS). Entretanto, alguns dados que servem de input não são possíveis de obter à perfeição, visto que a soldagem é um processo manual, com muitas variações dos parâmetros à medida que ela é executada, por isso é necessário que alguns desses inputs sejam modificados por tentativa e erro. Pode se saber se a simulação corresponde à realidade se a linha de fusão da simulação corresponde à do desenho.

O resultado da simulação fornece o ciclo térmico ocorridos em cada ponto da peça. Além disso também gera o perfil microestrutural da peça como um todo, em especial a ZTA. Esses resultados complementarão o objeto de estudo deste trabalho por análise e comparação com os outros métodos abordados anteriormente.

3.2.6. Microscopia ótica

As micrografias realizadas neste trabalho foram feitas pelo microscópio ótico AxioImager M2M da marca Zeiss, localizado no Núcleo de Microscopia do LNTSold/COPPE/UFRJ. Foram utilizadas diversas magnificações, todas em *Bright Field* (campo claro). Tal microscópio é associado a um computador através do software AxioVision 4.8, também da marca Zeiss, permitindo o uso de diversas funções de tratamento de imagens, que foram usados para melhorar a análise das imagens, modificando parâmetros como brilho, contraste, nitidez e usando funções como *Z-stacking* (empilhamento de focos), mosaico e inserção de escalas e figuras.

3.2.7. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM 6460 pertencente ao Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica e Microanálise do PEMM/COPPE/UFRJ. Para visualizar a microestrutura foram analisados feixes de elétrons retroespalhados e para analisar a composição química das fases presente foi empregado o uso de *EDS (Energy Dispersive X-ray Detector)*.

4. Resultados e discussão

4.1. Macrografias

As macrografias das amostras encontram-se nas imagens a seguir.

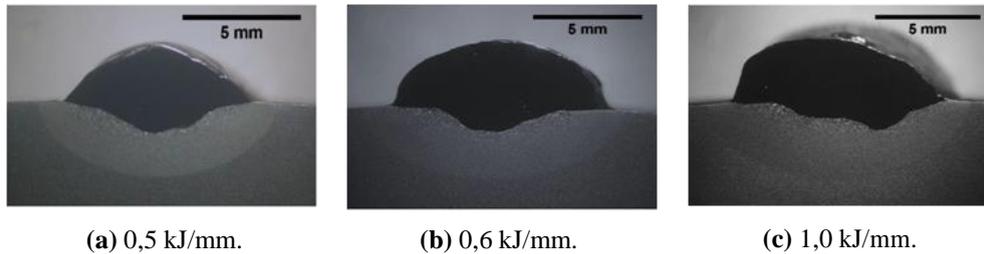


Figura 26: Macrografias dos cordões de solda sobre tubo de aço 9%Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com diferentes aportes térmicos.

O que vale a pena ser relevado é o que teve influência na simulação computacional. Percebe-se pelas imagens que o ataque químico é suficiente para revelar a extensão ZTA, vista como um semicírculo no metal de base. Também é interessante notar a porção branca da ZTA adjacente à linha de fusão, que corresponde à Zona de Grãos Grosseiros. O formato assimétrico da poça de fusão foi um grande dificultador para a execução da simulação.

4.2. Simulação computacional

4.2.1. JMatPro

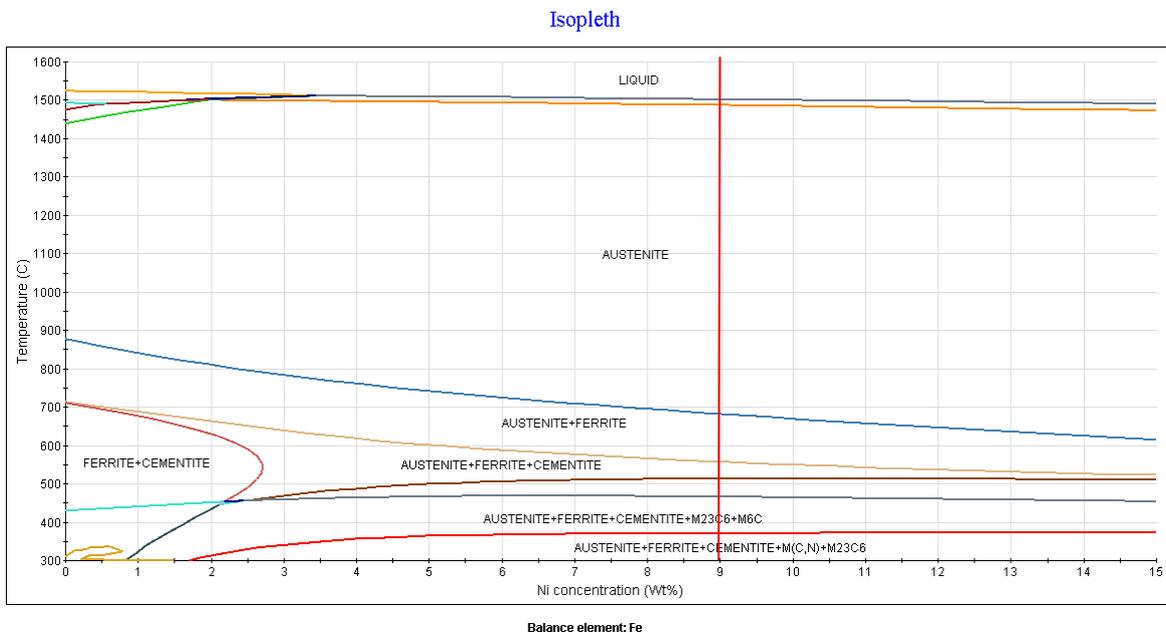
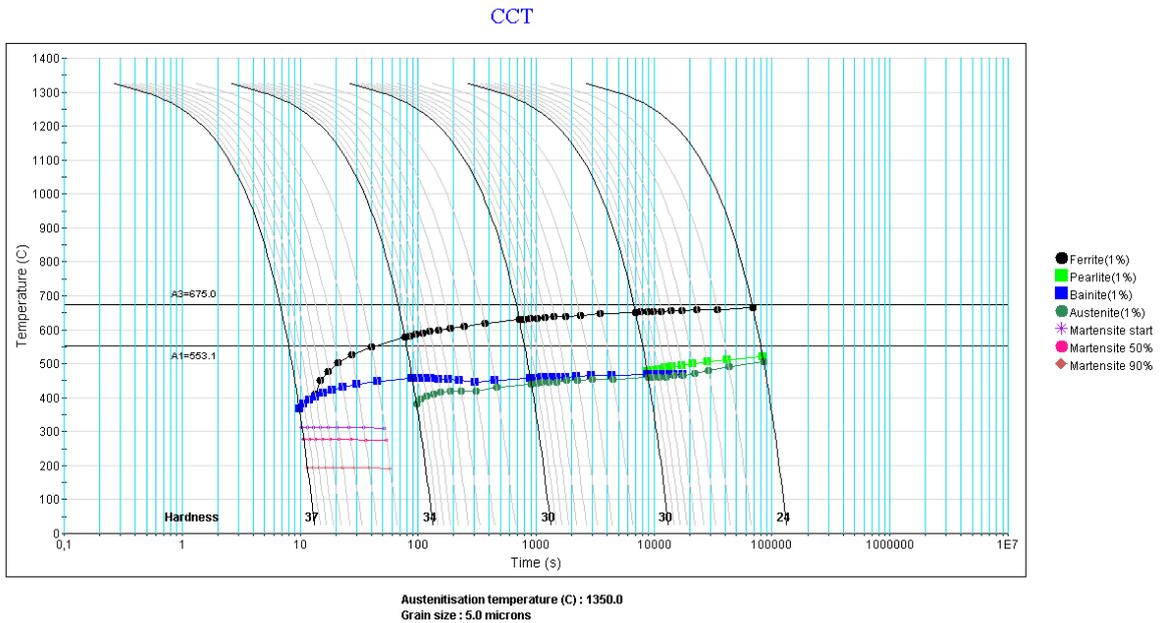


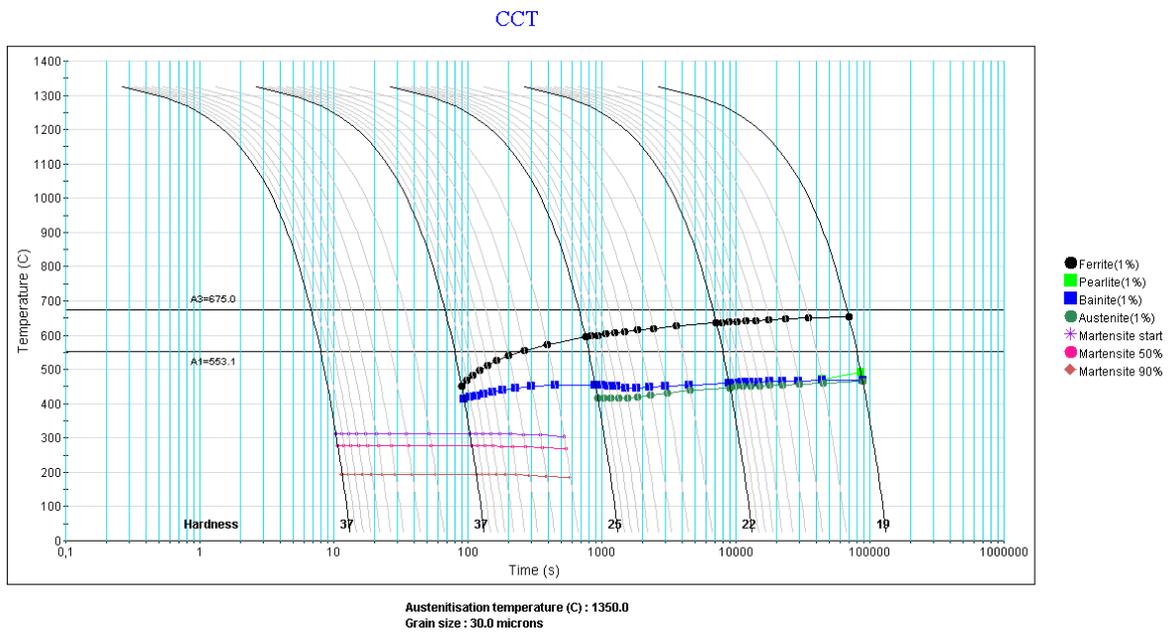
Figura 27: Diagrama de fases do aço 9Ni realizado no Sysweld.

Na análise do diagrama de fases feito por simulação computacional notam-se algumas diferenças com relação ao diagrama proposto pela literatura. Em primeiro lugar há a formação de carbeto desde uma temperatura em torno dos 600°C até temperaturas

próximas à ambiente. Em segundo lugar, a temperatura Ac3 no diagrama da literatura encontra-se um pouco acima dos 700°C, enquanto no simulado encontra-se um pouco abaixo.



(a) Tamanho de grão de 5 micrômetros.



(b) Tamanho de grão de 30 micrômetros.

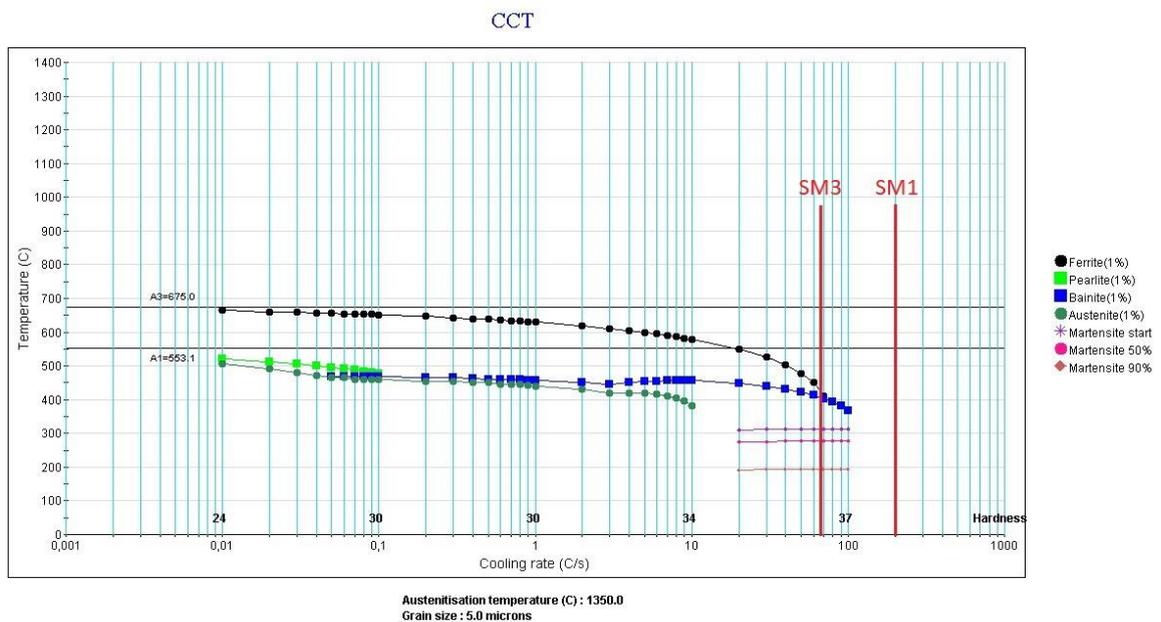
Figura 28: Diagramas TTT do aço 9Ni realizado no Sysweld.

Os diagramas TTT obtidos em simulação também diferem bastante do descrito em literatura. A começar por Ac3, na literatura, acima de 700°C, enquanto no simulado é de 675°C. Em segundo lugar o diagrama se refere mais especificamente aos constituintes formados, enquanto no encontrado na literatura se refere a fases. O formato das curvas de transformação é bem diferente também, tendo as curvas da literatura, joelhos bem

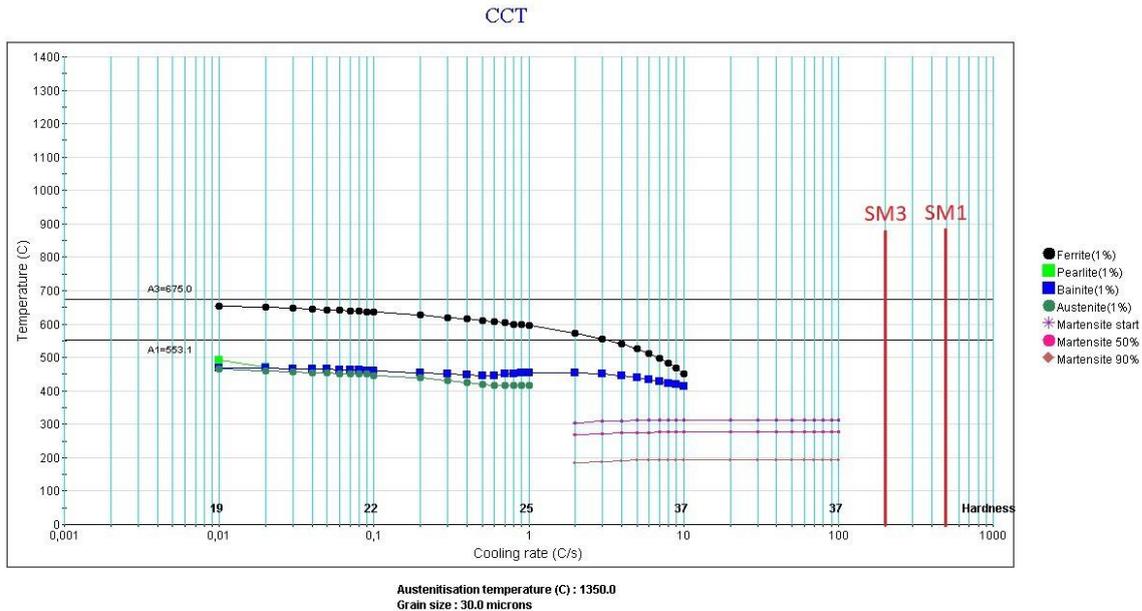
pronunciados, enquanto o simulado aparenta não ter nem tais joelhos.

Entre os dois diagramas TTT simulados também há divergências importantes. A primeira a ser notada é a temperabilidade muito superior para tamanhos de grãos de 30 micrômetros. Apesar disso, a temperatura de início e fim de transformação martensítica permanecem as mesmas para os dois tamanhos de grão, sendo a de início em torno de 300°C e a de fim em torno de 200°C. Como consequência a formação de ferrita, bainita e austenita é muito maior para 5 micrômetros. Apesar de não ser uma informação muito importante para o tema deste trabalho, pode-se notar que para tempos de resfriamento muito prolongados há uma tendência um pouco maior para a formação de perlita para tamanhos de grão de 5 micrômetros.

Apesar de estes diagramas serem fundamentais para o trabalho, é mais prático usar os próximos diagramas, os CCT, para análise da soldagem pela simulação computacional. Isso se deve à forma do próprio diagrama CCT, que usa taxas no lugar de tempo. Tal característica será vista nas imagens a seguir.



(a) Tamanho de grão de 5 micrômetros.



(b) Tamanho de grão de 30 micrômetros.

Figura 29: Diagramas CCT do aço 9Ni realizado no Sysweld.

O diagrama CCT para as regiões de grãos grosseiros e de grãos finos apresentam os perfis demonstrado acima. As taxas de resfriamento para cada região em cada amostra foram calculadas na simulação em Sysweld para as amostras SM1 e SM3, como será visto no tópico posterior. Para facilitar a compreensão foram colocados nas imagens anteriores as taxas resultantes aproximadas para as regiões de grãos grosseiros e de grãos finos de tais simulações. Para a amostra SM1 as taxas foram de cerca de 140°C/s e 110°C/s para a região de grãos grosseiros e finos, respectivamente. Na SM3 foram de cerca de 80°C/s e 70°C/s, também para as regiões de grãos grosseiros e grãos finos.

Com exceção da região de grãos finos da amostra SM3, em todos os casos há formação exclusiva de martensita, se tomada essa abordagem superficial. Na região de grãos finos da amostra SM3 haveria formação de ferrita, bainita e martensita.

4.2.2. Sysweld

Como explicitado em "Materiais e Métodos", uma parte da simulação exige que se realizem algumas tentativas variando alguns parâmetros para que a simulação fique mais próxima do real. Foram realizadas cerca de 54 tentativas para que resultados utilizáveis pudessem ser produzidos, estes foram obtidos apenas para as amostras SM1 e SM3, que exigiram, respectivamente, 22 e 16 tentativas. Nas imagens que se seguem podem ser vistas as temperaturas máximas alcançadas nas diferentes regiões da ZTA. Cada coloração corresponde a um degrau na escala de temperatura, sendo o maior o degrau de cor magenta, que varia de 1600 a 1490°C, e o menor, azul escuro, de 30 a 50°C. O degrau magenta (para

estas duas imagens a seguir apenas) corresponde à zona fundida do material. Para a ZTA, a definição do que é ZGG, ZGF e ZIC depende da interpretação da temperatura limitante para cada zona. No presente trabalho os degraus vermelho e laranja corresponde à ZGG, de 1490 a 1100°C, os amarelos e laranja, à ZGF, de 1100 a 750°C. Os verdes mais abertos, de 750 a 500°C, correspondem a ZIC.

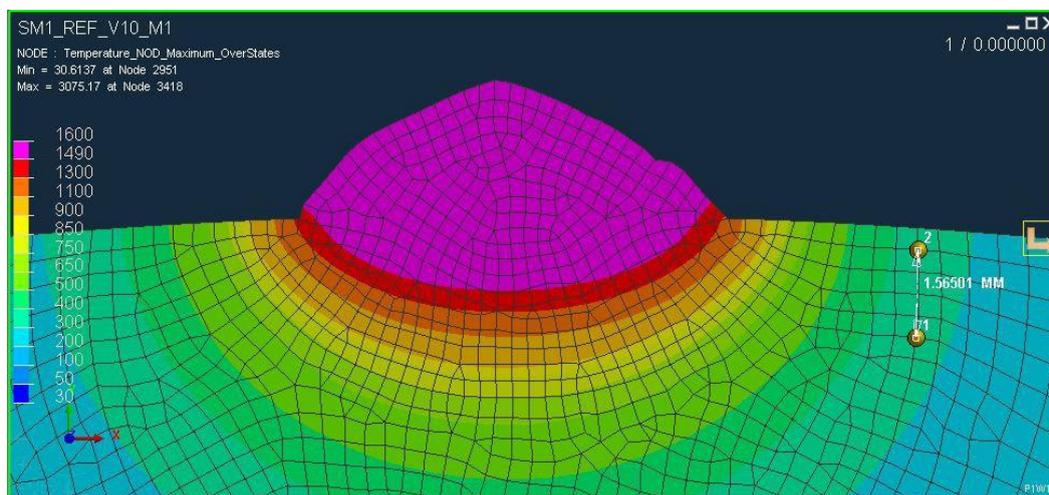


Figura 30: Temperaturas máximas atingidas durante a simulação de soldagem na ZTA da amostra SM1.

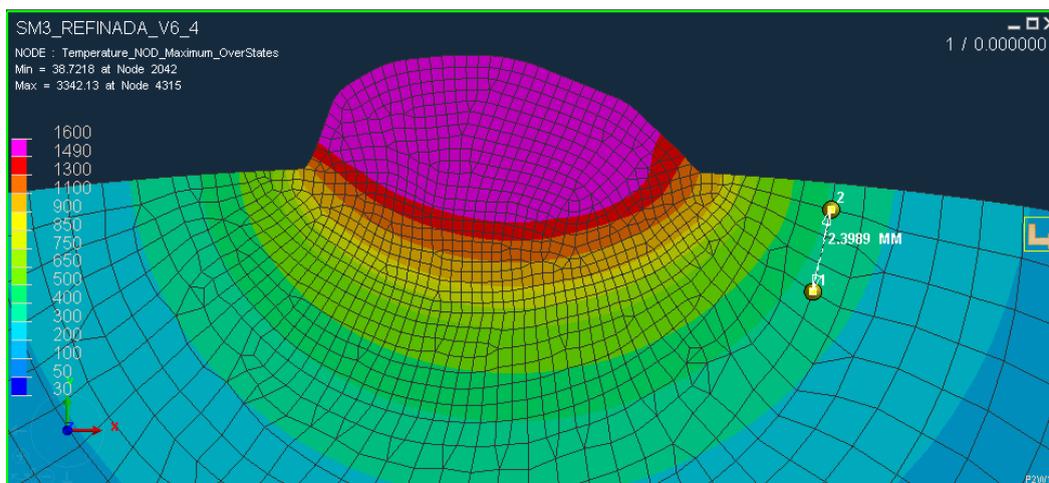
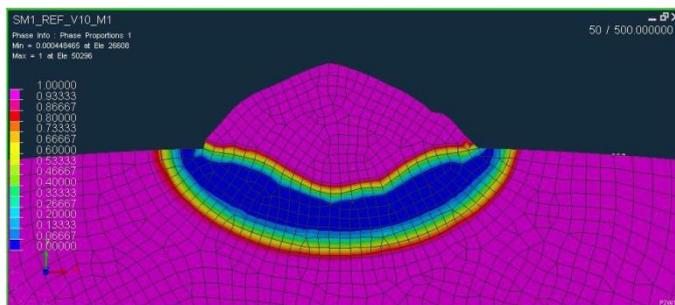


Figura 31: Temperaturas máximas atingidas durante a simulação de soldagem na ZTA da amostra SM3.

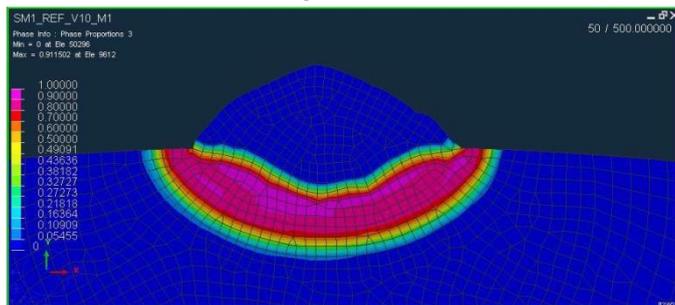
Devido a pequenas divergências entre o processo de soldagem, e a simulação, os resultados não são completamente precisos, a zona fundida na simulação não sobrepõe exatamente a zona fundida obtida na macrografia em todos os pontos, indicando que a simulação pode ter falta de fusão, e pode existir uma divergência entre os resultados da ZGG simulada e a obtida por microscopia. Já a ZTA tem um resultado muito mais próximo, já que seus limites são mais suaves, com formato elipsóide. Esses detalhes no entanto, não significam que a simulação é inválida, visto que é um trabalho qualitativo.

De forma similar, nas próximas imagens podem ser vistas as microestruturas, que,

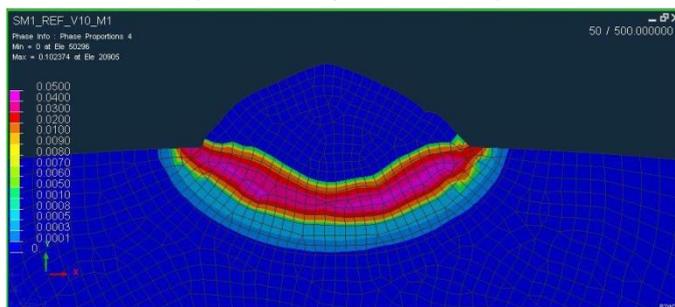
de acordo com os inputs dados ao processador, formam-se após o processo de soldagem.



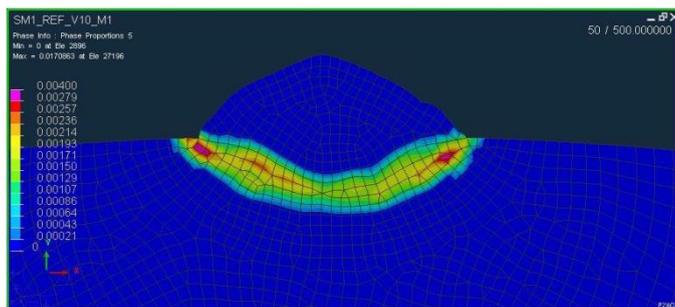
(a) Material original (Máximo: 100%).



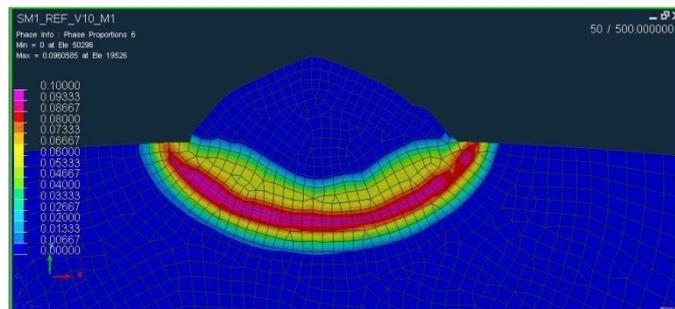
(b) Martensita (Máximo: 100%).



(c) Bainita (Máximo: 5%).



(d) Ferrita (Máximo: 0,4%).



(e) Austenita (Máximo: 10%).

Figura 32: Fases formadas após a simulação de soldagem na ZTA da amostra SM1.

A simulação de soldagem da amostra SM1, de aporte 0,5 kJ/mm, revela que na ZTA ainda há uma fração residual de material original inalterado. Essas frações se encontram na interface de zona fundida e ZTA, começando com aproximadamente 50% na ZGG, decaindo rapidamente em sentido à ZGF a 0%; e no fim da ZGF começando em 0%, passando pela ZIC e chegando a 100% no metal base inalterado. O primeiro comportamento no entanto deve ser analisado com muita cautela, visto que o material original nesse caso seria em uma parte metal de adição, depositado ainda fundido, e por tal razão não faz muito sentido haver metal de adição dentro da própria ZTA, ou então seria uma fração do metal base que não transformou totalmente, o que também não faria sentido pois essa foi a região que sofreu maiores aquecimentos. Tal resultado servirá melhor à análise feita neste trabalho se desconsiderada.

A formação de martensita ocorre em toda a extensão da ZTA, atingindo seu pico, acima de 90% na ZGG, e ficando normalmente acima de 70% na ZGF, à medida que penetra na ZIC ela decai rapidamente a 0%.

A bainita que é formada na soldagem se forma majoritariamente na ZGG, com picos de 5% em fração volumétrica, em outras regiões pode ser considerada desprezível.

Já a ferrita formou uma fração volumétrica máxima de 0,4% na ZGG próximas à interface do tubo com o ambiente, podendo também ser considerada desprezível.

Assim como a martensita, houve a formação de austenita em toda a extensão da ZTA, mas de forma contrária à martensita, seu pico de formação ocorreu na ZGF, com cerca de 10%. Passando por gradientes na ZGG e ZIC, na ZGG a média de formação foi de 6%. Na ZIC o gradiente foi bem mais acentuado, tornando difícil de se estabelecer uma média, mas que parece se aproximar de 4,3%.

Um gráfico foi plotado na Figura 33 para facilitar a visualização da microestrutura.

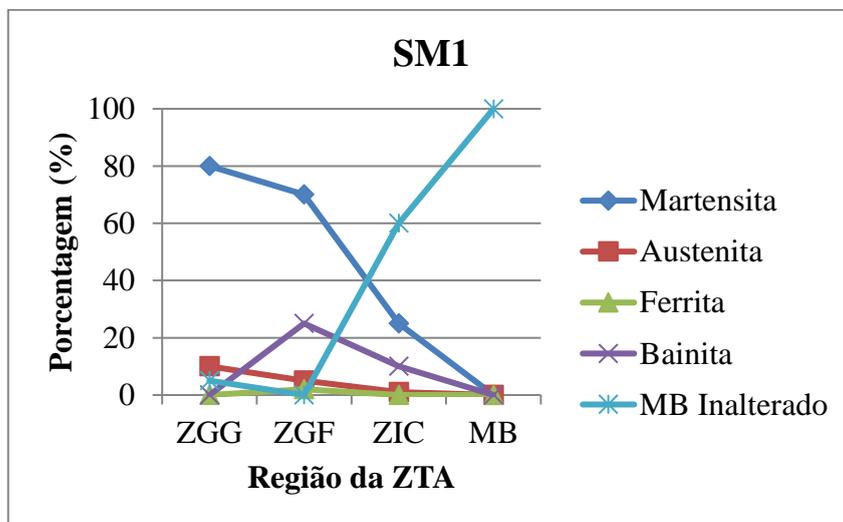
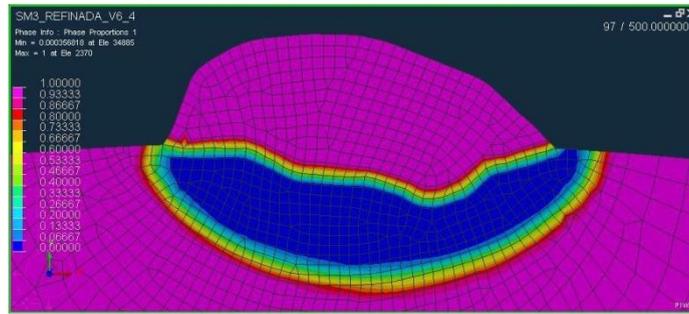
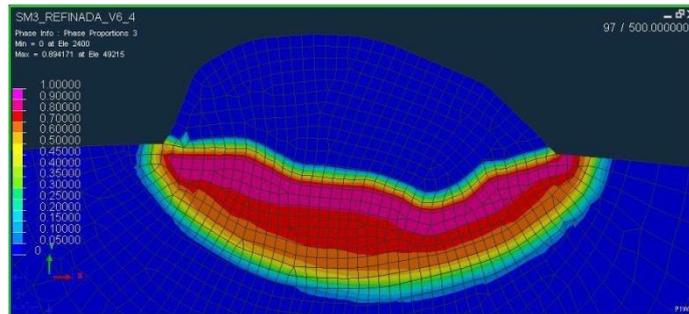


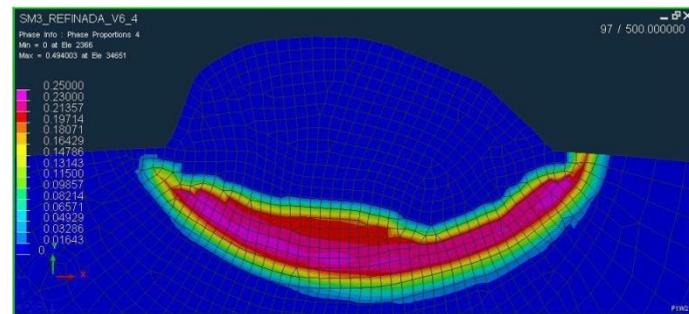
Figura 33: Porcentagem de constituintes por região da ZTA da amostra SM1.



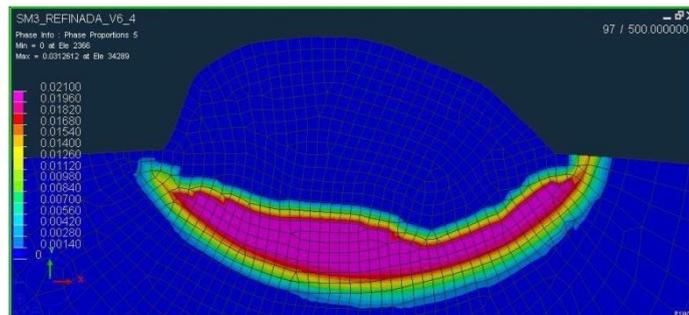
(a) Material original (Máximo: 100%).



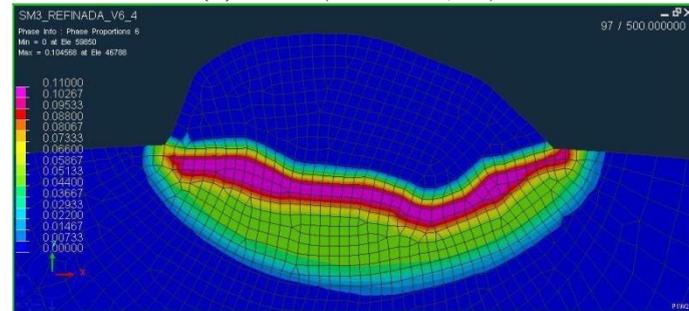
(b) Martensita (Máximo: 100%).



(c) Bainita (Máximo: 25%).



(d) Ferrita (Máximo: 2,1%).



(e) Austenita (Máximo: 11%).

Figura 34: Fases formadas após a simulação de soldagem na ZTA da amostra SM3.

A amostra SM3 apresenta um comportamento de permanência de alguma fração volumétrica de metal original inalterado similar ao da amostra SM1. As maiores frações também se encontram nas interfaces entre zona fundida e ZGG, com picos um pouco mais baixo que a amostra anterior, chegando a 43%, e decaindo rapidamente. Na ZGF a fração é de 0%, chegando a 100% no metal base inalterado. Pela mesma razão que a simulação feita para o aporte de 0,5 kJ/mm, o primeiro deverá ser desprezado.

A formação de martensita ocorre novamente em toda a extensão da ZTA, mas com picos menores. Na ZGG a maior fração formada foi acima de 80%, na ZGF acima de 60%, decaindo conforme penetra na ZIC em direção ao metal base inalterado.

Uma diferença chamativa nesta amostra, com relação a anterior, ocorre na formação da bainita. Ela forma-se apenas ZGF e com um percentual bem maior do que na ZGG, atingindo um pico acima de 23%.

A formação de ferrita também difere, chegando a frações mais altas, em torno de 2%, majoritariamente na ZGF. Apesar disso continua sendo um percentual baixo.

Outra diferença relevante nesta amostra quando comparada com a SM1, é com relação a austenita. Antes se encontrava na principalmente na ZGF, mas agora é mais pronunciada na ZGG. Na ZGG, os picos permanecem em torno de 10%, e na ZGF, em torno dos 4,7%.

Da mesma forma que a amostra SM1 também foi plotado um gráfico para a amostra SM3, vista na Figura 35.

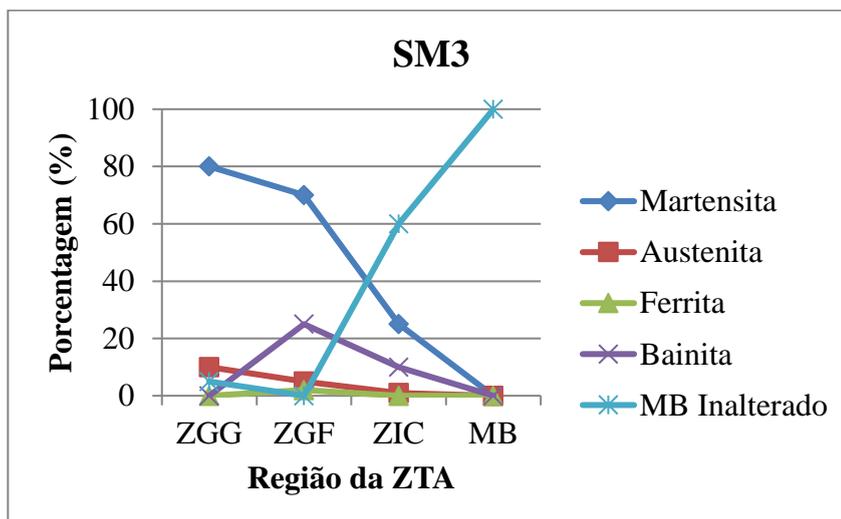


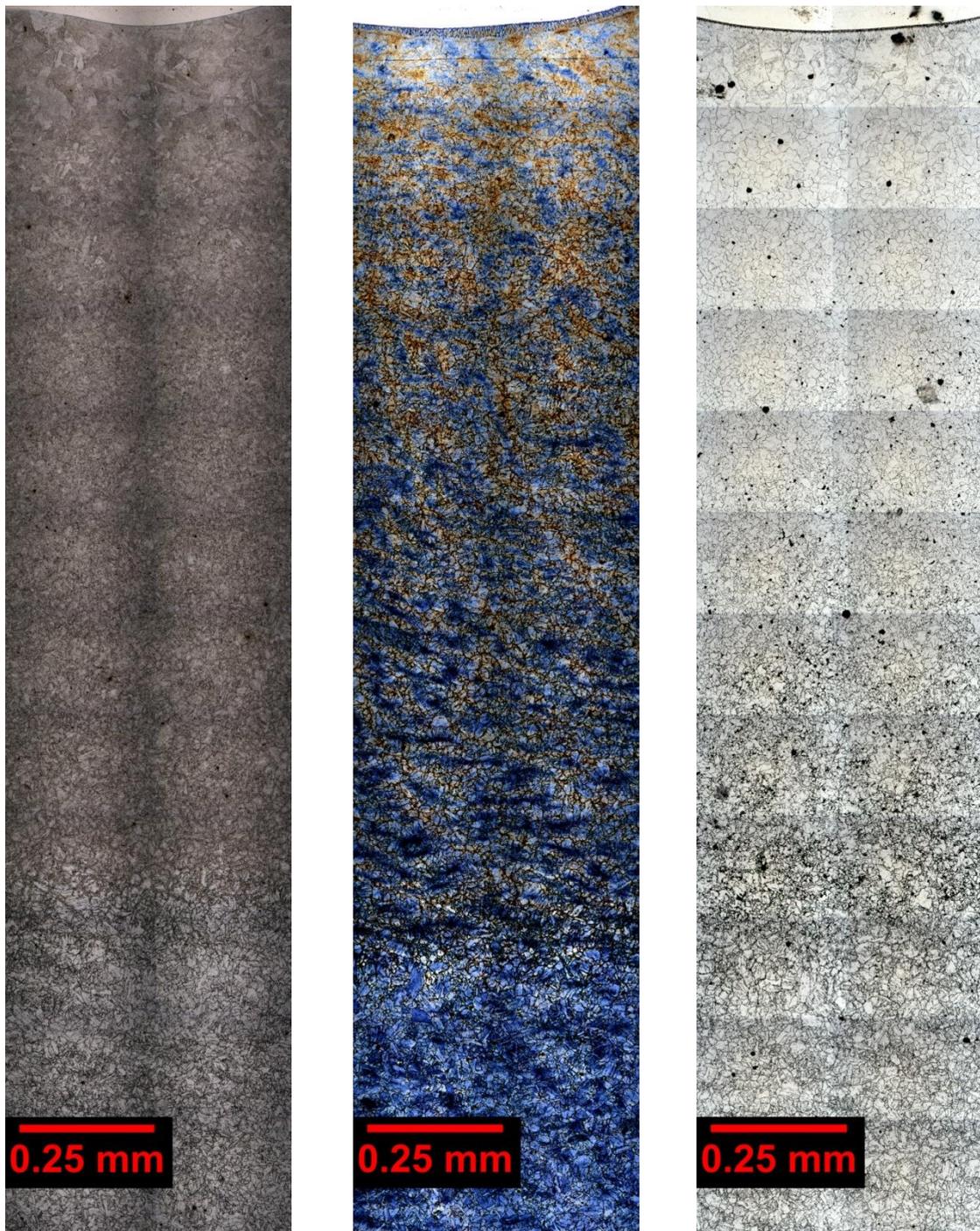
Figura 35: Porcentagem de constituintes por região da ZTA da amostra SM3.

4.3. Microscopia óptica

As regiões da ZTA para cada condição de soldagem das amostras estudadas neste trabalho atacadas quimicamente por cada reagente, encontram-se a seguir. Em primeiro

lugar serão mostrados mosaicos referentes à ZTA como um todo para cada amostra. Em um segundo momento serão mostradas regiões específicas da ZTA de cada ataque.

Para facilitar a comparação entre os ataques e amostras tanto os mosaicos quanto as micrografias foram padronizadas na medida do possível. Na parte superior dos mosaicos encontra-se o cordão soldado, e na inferior o metal base inalterado. Cada mosaico foi feito bem próximo ao local de maior penetração de cada cordão. Com relação às micrografias, para cada amostra, individualmente, as micrografias de cada ataque correspondem à mesma região da ZTA nesta amostra, pode haver uma pequena divergência sobre o local, mas como será visto posteriormente não interferirá na análise que está sendo feita. Como a extensão da ZTA e suas diferentes regiões varia de acordo com o aporte térmico e parâmetros de soldagem, as micrografias de uma dada região da ZTA não corresponde à mesma distância da linha de fusão que as outras amostras na mesma região. No entanto a região da ZTA é a mesma, qualitativamente.



(a) Nital 2%.

b) Marder e Benscoter.

c) FeCl com picral4%.

Figura 36: Mosaico da ZTA do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

Conforme a ZTA se afasta da linha de fusão em direção ao metal base inalterado há uma mudança gradual na microestrutura variando conforme o ataque químico empregado.

No ataque Nital 2% é mais visível a granulação mais grosseira na região de grãos grosseiros, na adjacência da linha de fusão, do que nos outros ataques.

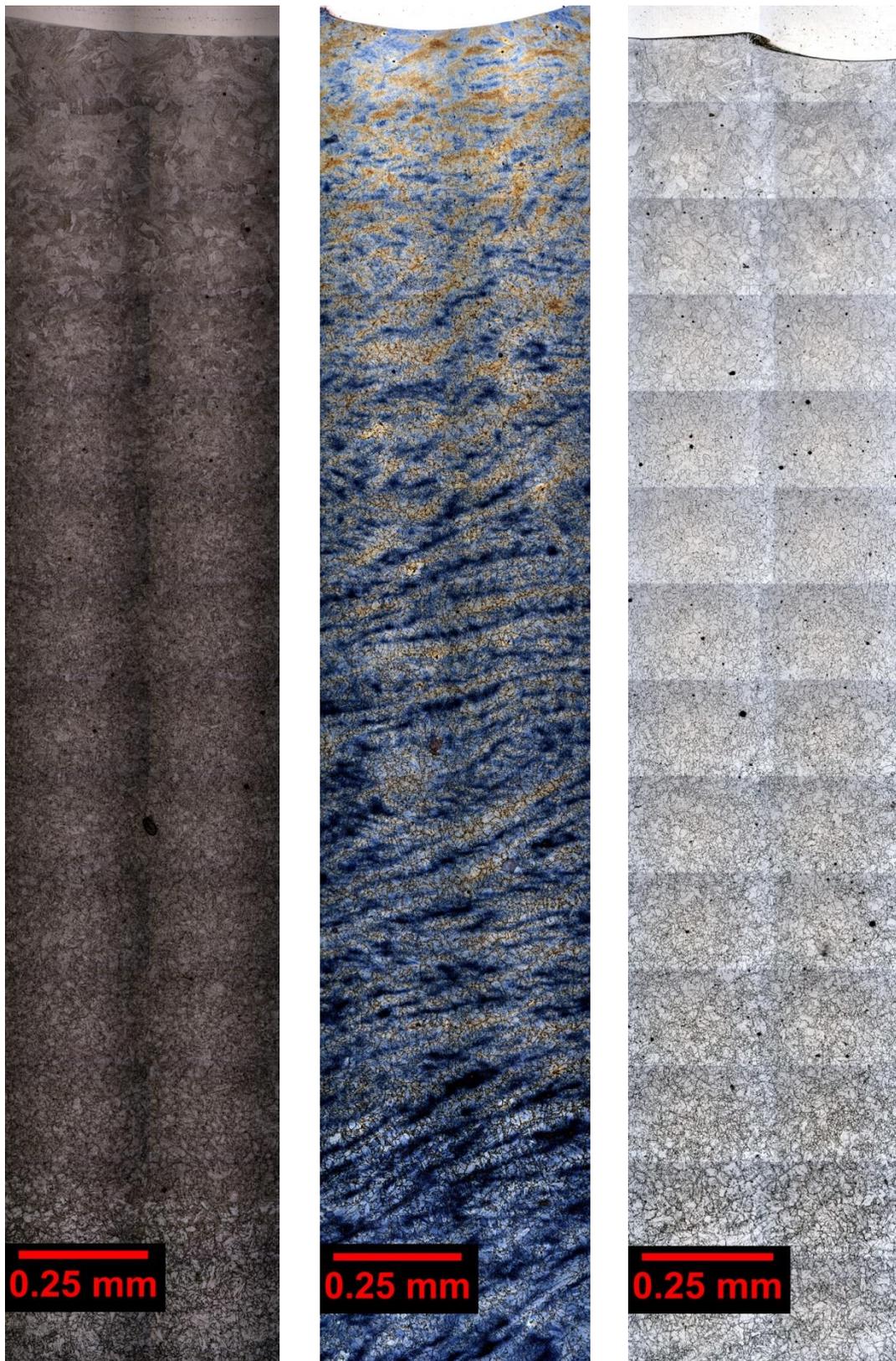
No ataque Marder e Benschoter há frações azuis claras, azuis escuras e beges na microestrutura, a azul clara é predominante no metal base inalterado e de certa forma mais homogênea que na ZTA. A fração bege se encontra majoritariamente, mas não exclusivamente, na zona de grãos grosseiros e mais dissociada das fases azuis escuras, sendo separadas por frações azuis claras. Na zona de grãos finos a fase bege está em menor quantidade, pouco perceptível, aparentemente nos contornos de grãos. A forma como a fração azul escura está dispersa no mosaico pode indicar que seja um revelador de bandejamento presente no tubo por diferença de composição química. Apesar da distinção entre as cores não se pode afirmar se a coloração do ataque é sensível ao constituinte. Apesar de parecer indicar alguma informação, nas outras imagens feitas neste trabalho foi visto que é muito difícil fazer essa relação pois não há muita repetibilidade.

Com relação ao ataque de Cloreto Férrico com Picral, há a formação de muitos pites de corrosão, prejudiciais para o entendimento da microestrutura. O ataque revela, em teoria, apenas contornos, sem evidenciar orientações cristalográficas. Por conta disso o ataque consiste de veios pretos sobre uma matriz branca. Quanto mais brandos são tais veios, mais difícil ver a microestrutura em magnificações maiores. No entanto nota-se que há uma concentração maior da fração preta na proximidade do metal base inalterado, ao fim da ZTA, o que poderia indicar intuitivamente:

- Maior densidade de contornos.
- Contornos mais atacados

No caso do segundo item, o ataque mais pronunciado pode significar que há uma diferença maior de potencial químico entre contornos e matriz em tal região do que em relação a outras. Isso poderia ser causado por diferença de composição química. A formação de fases que tem maior afinidade por determinados elementos, podem promover um enriquecimento ou empobrecimento na própria fase e de forma contrária nas suas adjacências. Será visto em magnificações maiores que na realidade ambos os fenômenos ocorrem, contornos mais atacados em grão menores.

Chama a atenção o fato de existir uma mudança mais brusca de microestrutura, e como será visto melhor mais adiante neste estudo, essa transição corresponde à transição entre a ZTA e metal base inalterado. O local onde ocorre esta transição é o mesmo em todos os ataques, indicando que os ataques revelam pelo menos uma característica que é diferente e válida entre microestrutura da ZTA e a do metal base inalterada, apesar de não estar esclarecida qual.



(a) Nital 2%.

(b) Marder e Benscoter.

(c) FeCl com picral 4%.

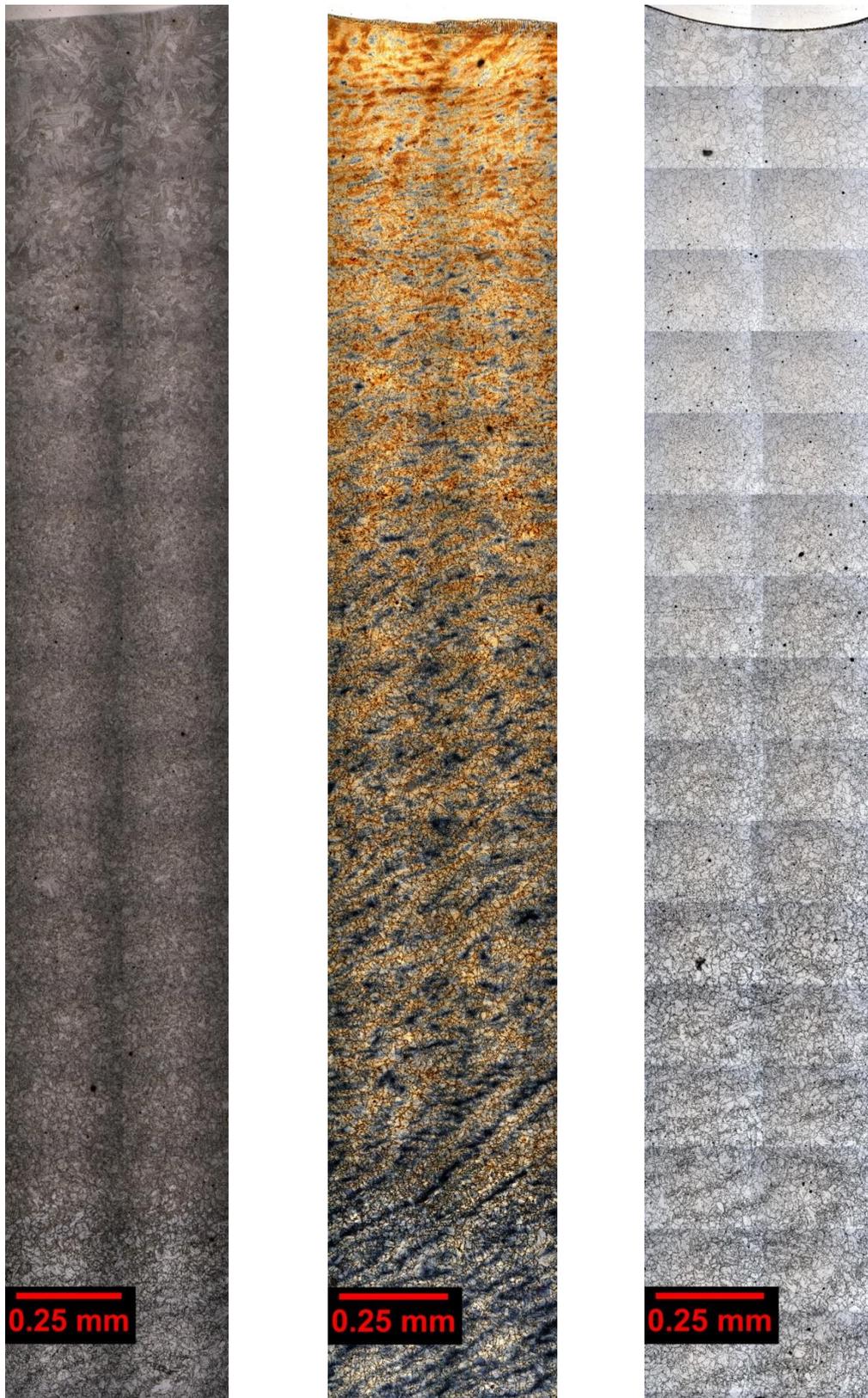
Figura 37: Mosaico da ZTA do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

As mesmas considerações feitas para os mosaicos do aporte de 0,5 kJ/mm podem ser tomadas para os do aporte de 0,6 kJ/mm. E não há diferenças qualitativas notáveis

entre a microestrutura dos dois aportes. Para o ataque Marder e Benscoter houve um aumento da fração azul clara na ZTA e diminuição da fração bege, o metal base apresenta uma coloração azul levemente mais clara. A principal diferença é a extensão da ZTA, visivelmente maior neste aporte, o que faz bastante sentido, devido à maior quantidade de calor transferido à peça, levando regiões mais afastadas à linha de fusão a atingirem temperaturas mais elevadas. A extensão da zona de grãos grosseiros neste aporte também é maior, o que também faz sentido, visto que mais calor é transferido para a peça, levando locais um pouco mais afastados a atingirem a temperatura necessária para promover o crescimento de grão.

Como será visto na página a seguir as considerações feitas para os mosaicos dos menores aportes também podem ser tomadas para as do maior aporte térmico. As diferenças entre extensões da ZTA e zona de grãos grosseiros também continuaram a crescer e ainda são evidenciadas pelos ataques. Uma mudança radical ocorreu para a amostra atacada com Marder e Benscoter. A fração bege da ZTA aumentou de forma brusca, ao passo que a fração azul clara, presente no metal base inalterada ficou ligeiramente mais clara, mas não na mesma proporção do aumento da fração bege. Não se sabe o que pode ser interpretado desta condição.

Em uma análise feita a partir dos mosaicos pode se concluir que a ZTA na ZGG é composta de martensita em ripas que nuclearam dentro dos grãos de austenita prévia, à medida que se penetra na ZTA o tamanho de grão diminui de forma brusca, e torna-se muito difícil discernir a microestrutura, mas pode ser visto mais claramente no ataque de Cloreto Férrico com Picral 4%. A austenita reversa formada no revenimento não é vista com as magnificações apresentadas nos mosaicos. As informações mais marcantes sobre microestrutura da ZTA estão elucidadas nas seções a seguir.

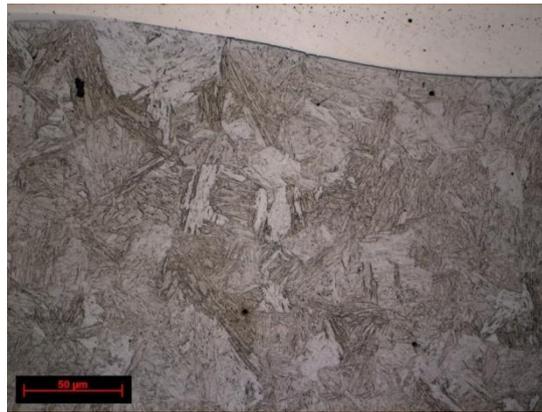


(a) Nital 2%.

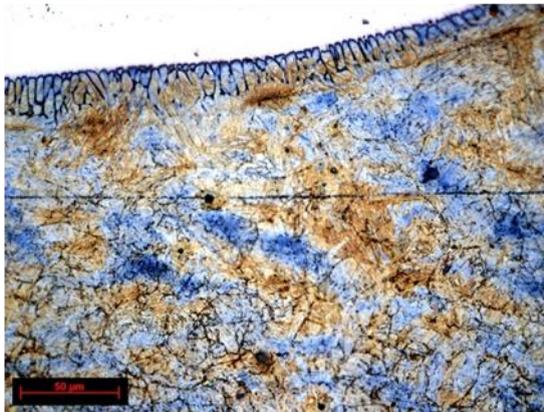
(b) Marder e Benscoter.

(c) FeCl com picral4%..

Figura 38: Mosaico da ZTA do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com diferentes ataques.



(a) Nital 2%.



(b) Marder e Benscoter.



(c) Cloreto férrico com picral 4%.

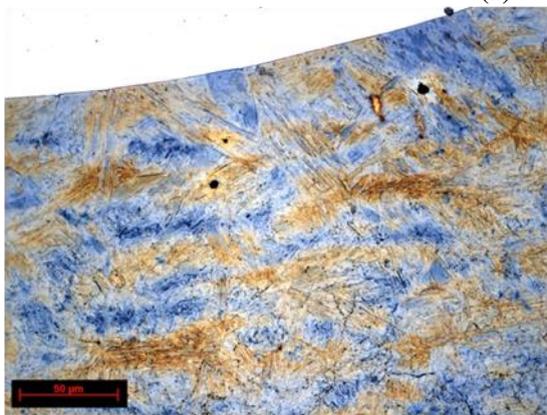
Figura 39: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

O ataque Nital 2% permite ver contornos de pacotes de ripas martensíticas na zona de grãos grosseiros da ZTA, e de forma pouco nítida contornos de ripas martensíticas.

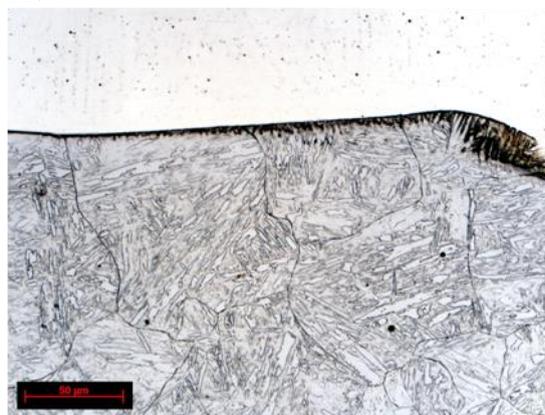
O ataque Marder e Benscoter não parece revelar muitas informações. A única informação que pode ser percebida é a presença de linhas escuras, que após um olhar minucioso nota-se que são formadas por pequenos pontos pretos, formando padrões. Estes padrões podem ser encarados como contornos de alguma espécie, então pode se conjecturar que o que foi atacado e revelado como pontos pretos, seja alguma fase que se formou nesses contornos, numa proporção muito pequena em face a outras fases e em tamanho muito reduzido. Na figura c vêem-se claramente contornos de grãos austeníticos formados no aquecimento dessa região da ZTA e que deram origem à martensita vista na figura a.



(a) Nital 2%.



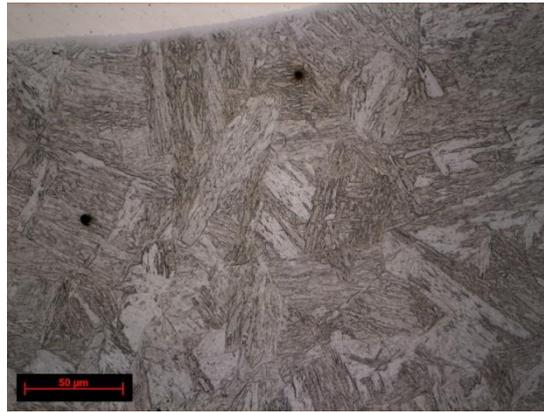
(b) Marder e Benscoter.



(c) Cloreto férrico com picral 4%.

Figura 40: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

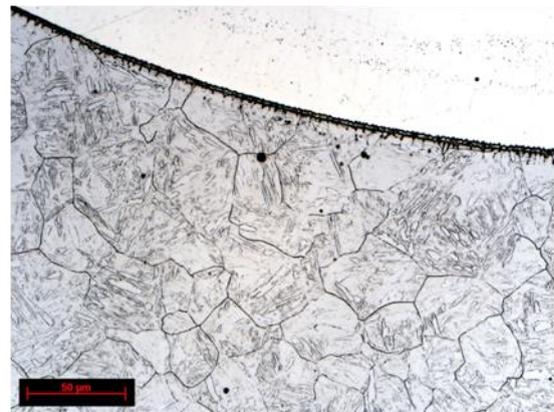
Com relação ao Nital 2% é possível ver mais claramente os contornos de ripas martensíticas no aporte de 0,6 kJ/mm que no de 0,5 kJ/mm para a zona de grãos grosseiros. No ataque Marder e Benscoter já não se vê tão bem os pontos pretos, e praticamente não se vê mais os padrões. No ataque de Cloreto Férrico e Picral, além dos contornos de grãos austeníticos se vê subestruturas no interior dos grãos, também vista no aporte anterior, mas desta vez em maior quantidade. O tamanho de grão também é maior. Lembra contornos de ripas martensíticas pela forma e alinhamento, e provavelmente é, dado o histórico térmico da região e a microestrutura revelada pelo Nital 2% nesta região para cada aporte térmico.



(a) Nital 2%.



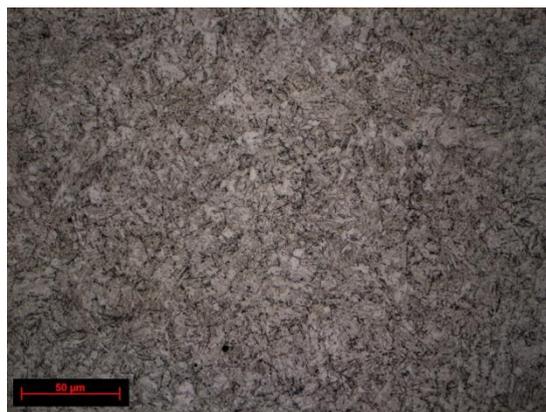
(b) Marder e Benscoter.



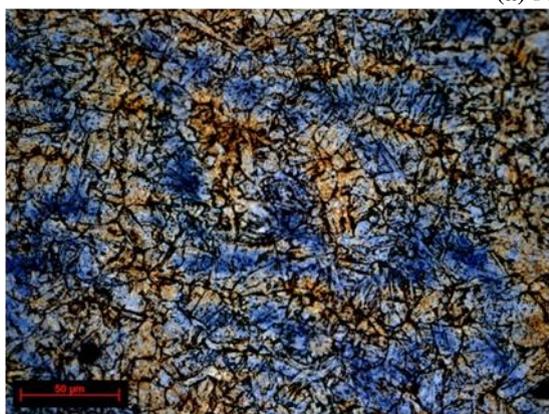
(c) Cloreto férrico com picral 4%.

Figura 41: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

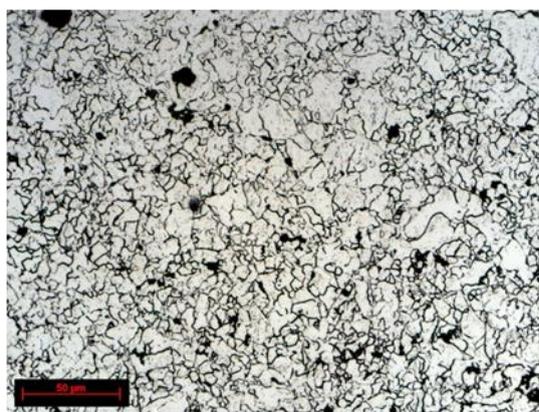
No aporte de 1,0 kJ/mm tanto para o Nital quanto para o Cloreto não há aparente mudança no visual na zona de grãos grosseiros. Apenas no Marder e Benscoter se nota melhor o que foi dito antes com relação à coloração. Não há pontos pretos. O tamanho de grão revelado pelo ataque de Cloreto Férrico e Picral é similar à amostra SM1.



(a) Nital 2%.



(b) Marder e Benscoter.



(c) Cloreto férrico com picral 4%.

Figura 42: Zona de grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

Para a região de grãos finos não é possível tirar nenhuma informação relevante do ataque Nital 2%, o ataque parece não ter surtido algum efeito útil, na questão microestrutural, nesta região, tanto para o aporte de 0,5 kJ/mm quanto para os outros, que serão vistos adiante.

O ataque Marder e Benscoter atacou fortemente a microestrutura em locais que lembram contornos de grãos. Também atacou o interior destes grãos de forma mais branda, formando relevos alinhados em determinada escala, fazendo lembrar os contornos de ripas martensíticas prévias existente no metal base inalterado, que será abordado posteriormente. Há duas colorações principais na imagem, bege e azul escura. As fases beges parecem formar ilhas nas fases azuis (não confundir com ilhas de austenita retida) ou vice-versa, passando por uma região de transição entre as duas fases mais clara.

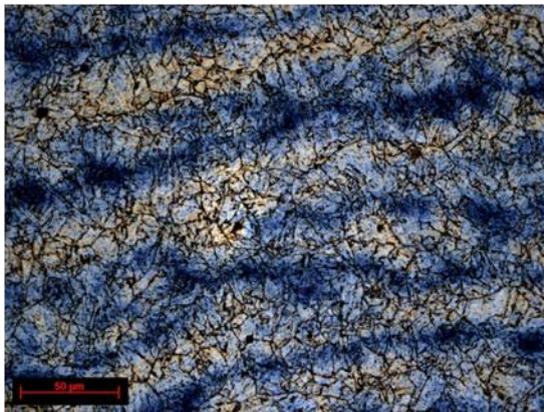
O ataque com Cloreto Férrico revela de forma clara o tamanho dos grãos, e pode se notar ser refino, que pode ser explicado devido à temperatura que tal região atingiu, promovendo a recristalização de austenita, formando grãos refinados.

Apesar das diferenças óbvias entre os dois últimos ataques, um olhar atento permite notar que os contornos de grão do ataque Marder e Benscoter condiz com os contornos

de grãos revelados no ataque com Cloreto Férrico, a grande diferença é que neste último apenas os contornos de grão são vistos, não há outros tipos de contornos ou de contornos prévios marcados pela presença de alguma fase.



(a) Nital 2%.



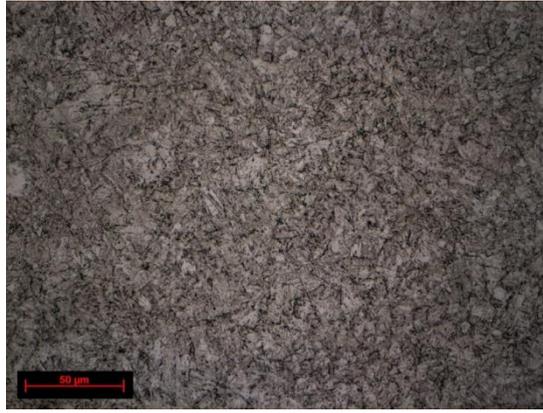
(b) Marder e Benscoter.



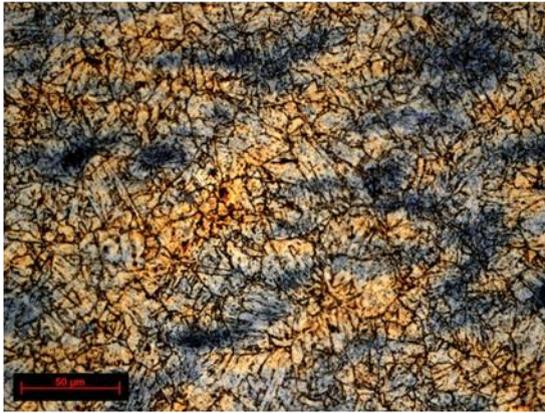
(c) Cloreto férrico com picral 4%.

Figura 43: Zona de grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

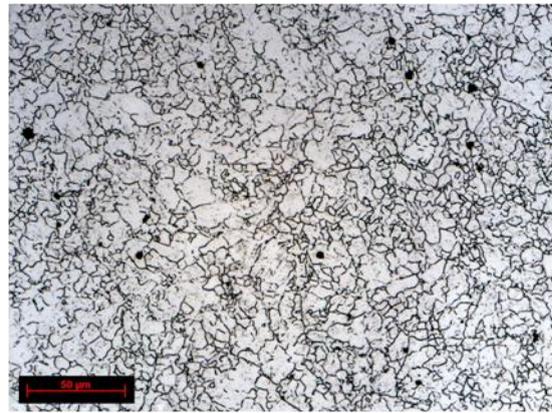
O Nital 2% e o Cloreto Férrico com Picral tiveram um aspecto similar para os aportes 0,5 e 0,6 kJ/mm. Já o Marder e Benscoter mudou, os contornos não parecem estar tão atacados, e as ilhas não estão tão proeminentes quanto no aporte anterior.



(a) Nital 2%.



(b) Marder e Benscoter.



(c) Cloreto férrico com picral 4%.

Figura 44: Zona de grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

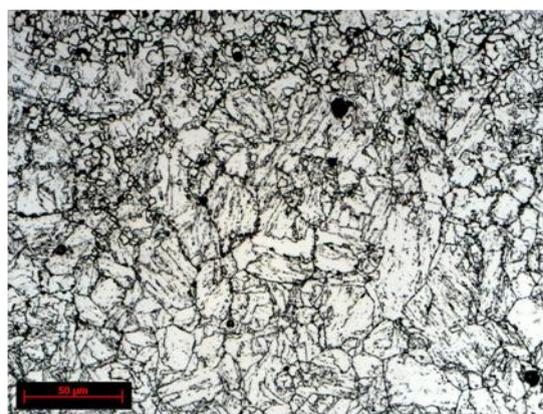
As micrografias deste aporte não apresentam diferenças significativas se comparadas com o aporte anterior. O ataque Marder e Benscoter possui uma fração maior da fase bege.



(a) Nital 2%.



(b) Marder e Benscoter.

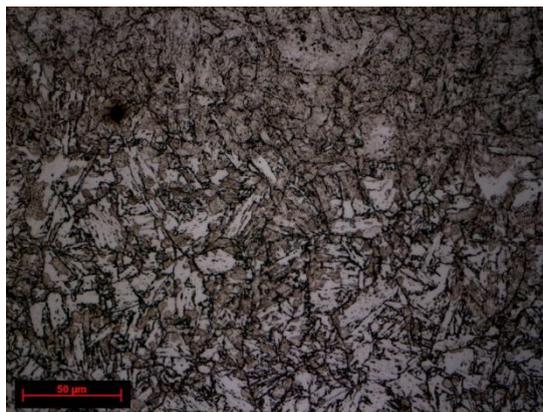


(c) Cloreto férrico com picral 4%.

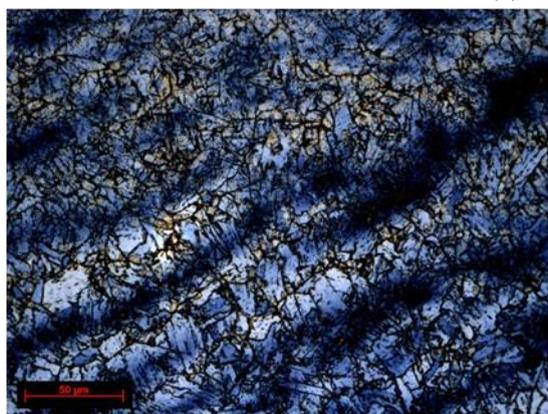
Figura 45: Zona intercrítica do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

Todos os ataques feitos aqui possuem certa eficácia para revelar a transição da região intercrítica para o metal base inalterado. À medida que se penetra no metal base inalterado a partir da região intercrítica, as temperaturas máximas atingidas no ciclo térmico de soldagem baixam. A recristalização acima de A_{c1} é feita através de difusão, ao se afastar da linha de fusão, o crescimento de grãos nucleados na recristalização se torna cada vez mais difícil. Todos os ataques permitem visualizar isso, conforme se caminha da região superior das imagens para a inferior o tamanho dos grãos diminui e nota-se que eles se encontram em sítios preferenciais, como contornos de grãos.

Esse fenômeno é visto mais claramente no ataque com Cloreto Férrico e Picral 4%, pois apenas os contornos são delineados neste ataque. No entanto é possível no ataque Nital 2% pela diferença de coloração entre região intercrítica, num tom amarronzado, e o metal base inalterado, num tom branco.



(a) Nital 2%.



(b) Marder e Benscoter.



(c) Cloreto férrico com picral 4%.

Figura 46: Zona intercrítica do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

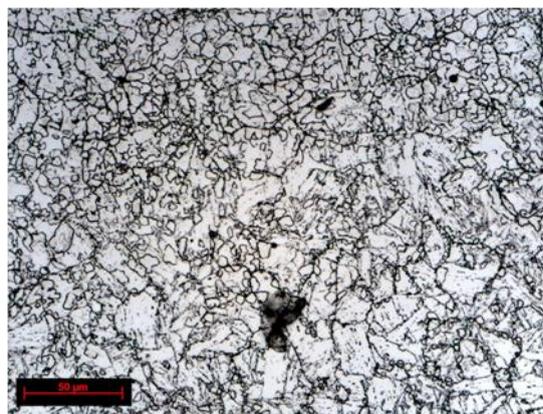
A diferença mais marcante entre o aporte de 0,6 e o de 0,5 kJ/mm foi com relação ao ataque Marder e Benscoter, a região parcialmente preenchida por grãos recristalizados no metal base foi atacada com uma coloração amarela nestes novos grãos. No aporte anterior isto também ocorreu para este ataque, mas não de forma notável quanto o que foi visto aqui. O ataque Nital 2% ficou melhor para este aporte.



(a) Nital 2%.



(b) Marder e Benscoter.



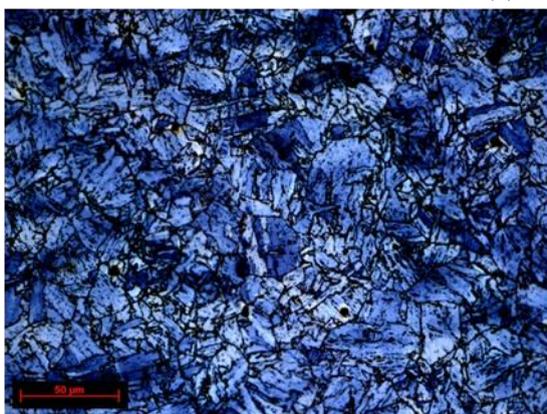
(c) Cloreto férrico com picral 4%.

Figura 47: Zona intercrítica do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

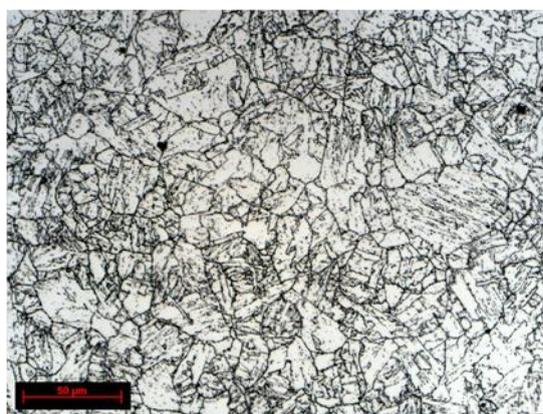
Para este aporte, de 1,0 kJ/mm o ataque Marder e Benscoter surtiu o melhor efeito, a coloração amarela dos grãos recristalizados ficou ainda mais notável aqui. Os grãos recristalizados encontram-se mais numerosos e com tamanho maior para este aporte nesta região.



(a) Nital 2%.



(b) Marder e Benscoter.

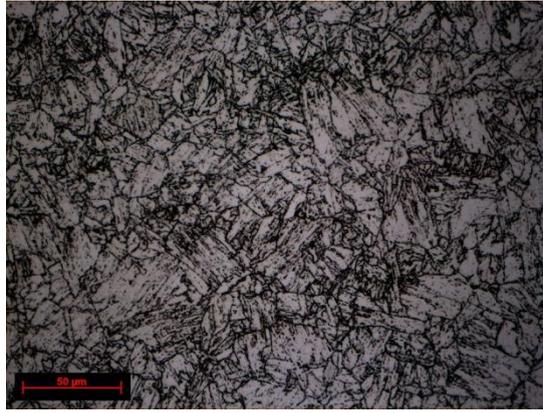


(c) Cloreto férrico com picral 4%.

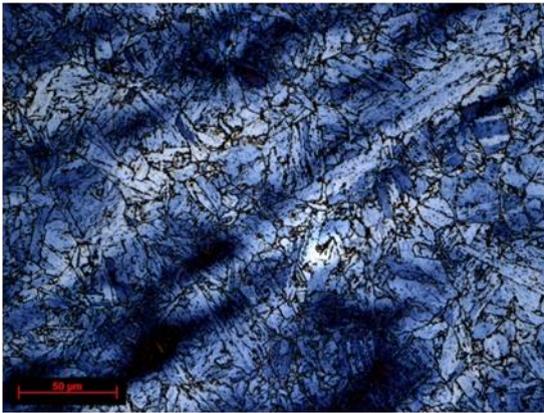
Figura 48: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

O ataque Nital 2% teve um efeito similar ao do Cloreto Férrico com Picral 4%. Entretanto, o Cloreto Férrico tem uma ligeira vantagem, o ataque não ataca uniformemente todos os tipos de contornos. O Cloreto Férrico ataca contornos de grãos de forma mais profunda e contínua que contornos de ripas martensíticas prévias, enquanto o ataque Nital 2% é insensível ao tipo de contorno.

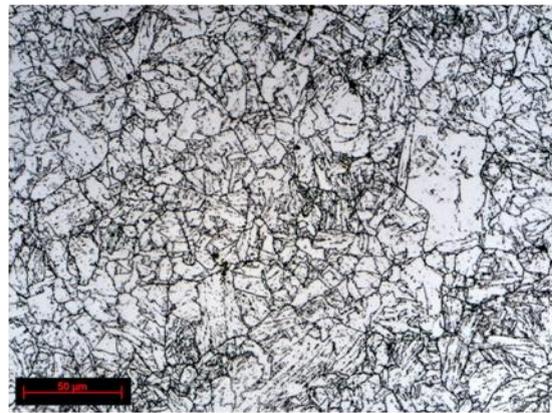
O ataque Marder e Benscoter apresenta apenas uma coloração, azul, em diferentes tons nesta região. Este comportamento se repete para outros aportes. Deve ser levado em consideração a presença de ataque mais pronunciado em algumas regiões de contornos. Apesar de não estar claro aqui, este fenômeno é revelado em maiores detalhes nos outros aportes.



(a) Nital 2%.



(b) Marder e Benscoter.



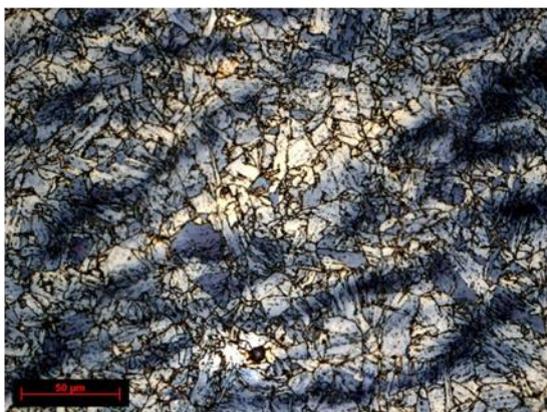
(c) Cloreto férrico com picral 4%.

Figura 49: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

Observe neste aporte de 0,6 kJ/mm que em razão do ataque Marder e Benscoter ser menos pronunciado, os pontos atacados em contornos de grão começam a revelar maior definição, e sugerem que aquilo poderia ser um constituinte presente nos contornos, tanto de grão quanto de ripas martensíticas prévias. Isto não é observável nos outros ataques.



(a) Nital 2%.



(b) Marder e Benscoter.



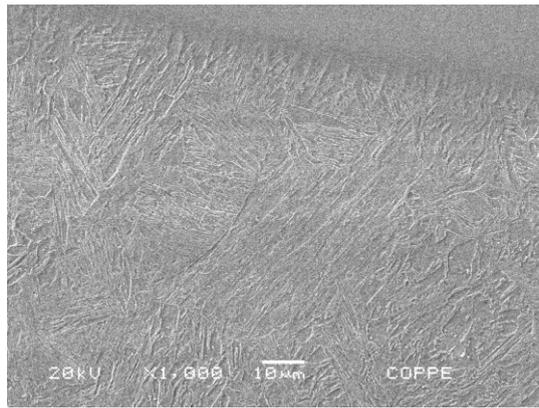
(c) Cloreto férrico com picral 4%.

Figura 50: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com diferentes ataques.

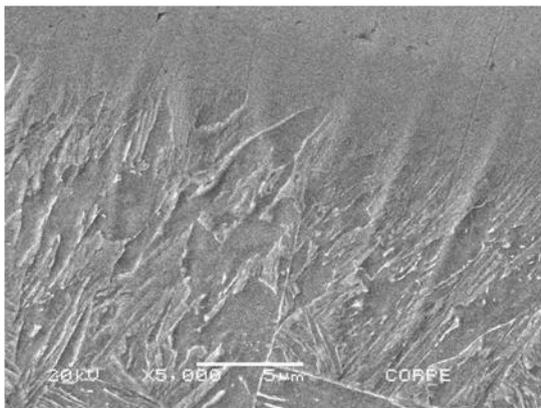
A micrografia do ataque de Marder e Benscoter apresenta neste aporte de 1,0 kJ/mm a melhor definição. Pode se notar aqui que a coloração do ataque nos contornos fica muito parecida com os grãos recristalizados na transição da região intercrítica para metal base. Isso é bem sugestivo para se afirmar de que se trata realmente de um constituinte do mesmo tipo. Como dito anteriormente, não é possível se dizer com categoria o que seja.

4.4. Microscopia eletrônica de varredura

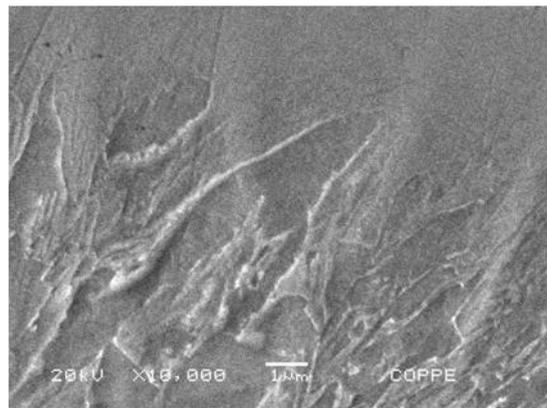
Da mesma forma que a microscopia ótica, foram realizadas microscopias eletrônicas para cada ataque realizado. O objetivo inicial era revelar características não identificáveis por métodos de microscopia usuais. No entanto como será visto mais adiante tanto o ataque de Marder e Benscoter quanto o Cloreto Férrico com Picral 4% não se mostraram eficazes para realizar tal função. Visto que o MEV é um recurso altamente procurado por diversas pesquisas e trabalhos, o seu uso para estes dois últimos ataques não foi realizado para todas as amostras.



(a) Aumento nominal de 1.000X.



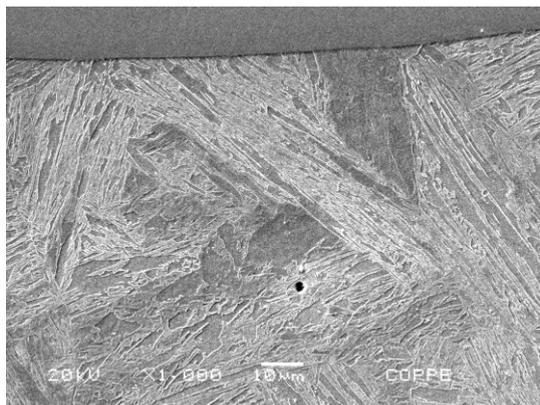
(b) Aumento nominal de 5.000X.



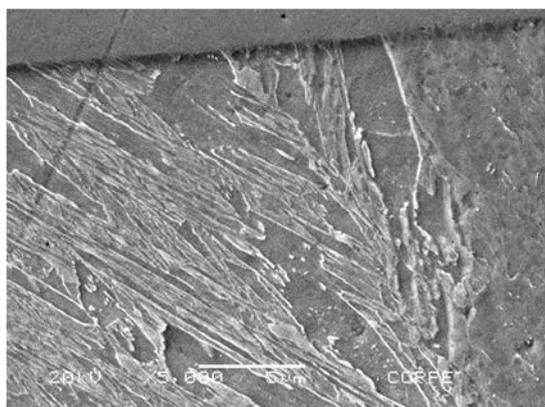
(c) Aumento nominal de 10.000X.

Figura 51: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.

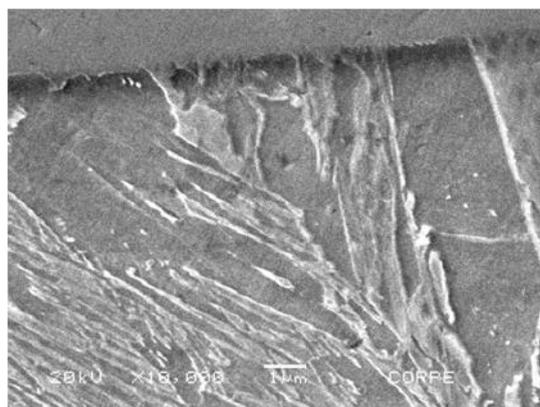
Apesar do contraste inadequado para a foto de 1.000X, é notável a presença de martensita em ripas nas proximidades da linha de fusão, tanto pela presença dos contornos de ripas martensíticas quanto pelos contornos de pacotes de ripas martensíticas.



(a) Aumento nominal de 1.000X.



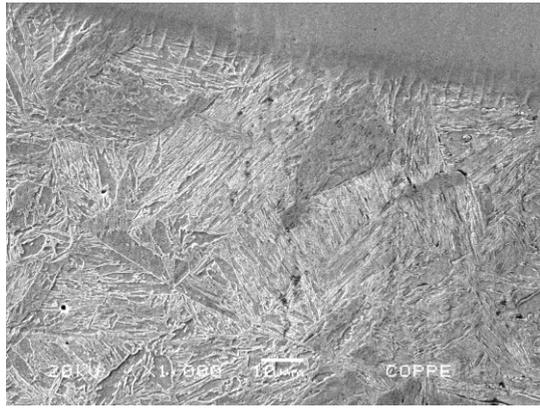
(b) Aumento nominal de 5.000X.



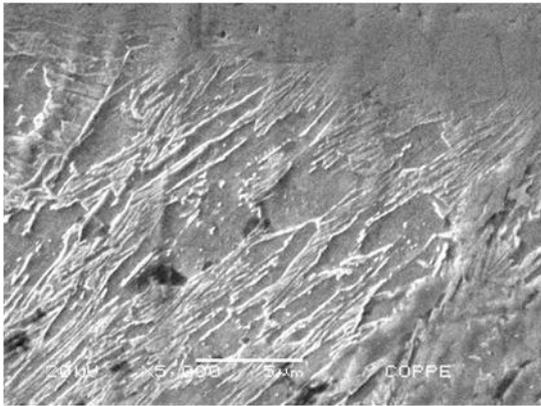
(c) Aumento nominal de 10.000X.

Figura 52: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.

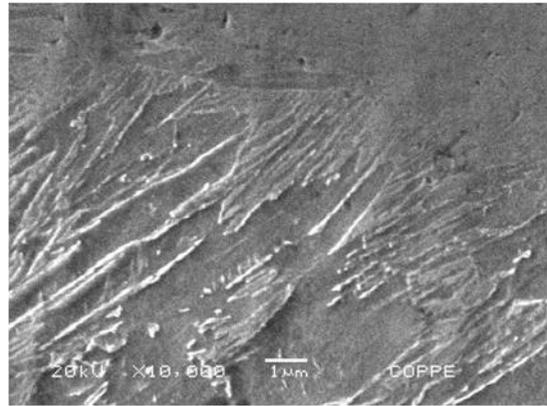
O contraste destas fotos estão melhores do que nas fotos anteriores, assim é possível ver ainda mais claramente os aspectos citados no parágrafo anterior.



(a) Aumento nominal de 1.000X.

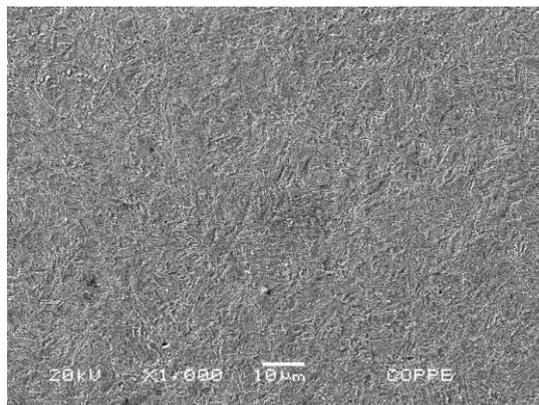


(b) Aumento nominal de 5.000X.

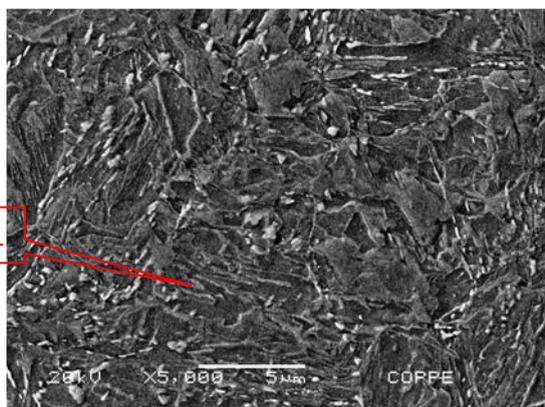


(c) Aumento nominal de 10.000X.

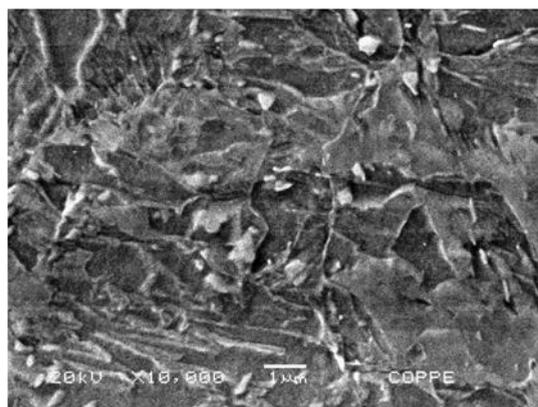
Figura 53: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.



(a) Aumento nominal de 1.000X.



(b) Aumento nominal de 5.000X.

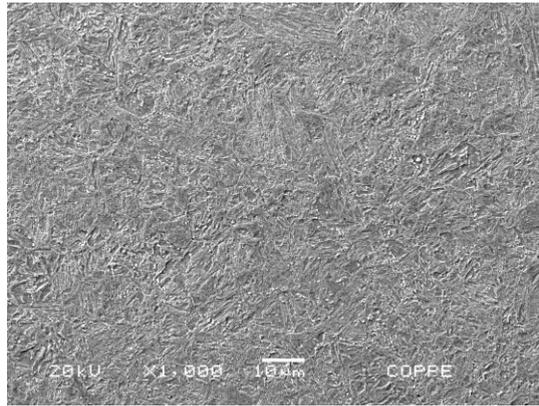


(c) Aumento nominal de 10.000X.

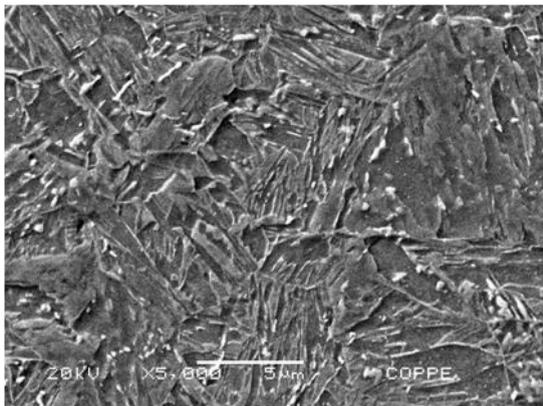
Figura 54: Zona de grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.

Na ZGF para o aporte de 0,5 kJ/mm o aumento de 5.000X foi o mínimo necessário para que algo viesse à tona, o que está de acordo com o que foi visto na microscopia ótica com o aumento de 500X para este mesmo ataque, Nital 2%.

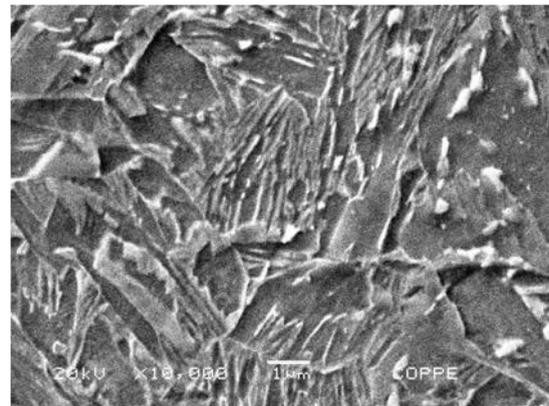
Uma microestrutura extremamente refinada e bastante heterogênea é revelada. Dessa microestrutura notam-se um constituinte lamelar, indicado pela letra L na Figura 52, um constituinte mais homogêneo e com maior grau de esfericidade e um constituinte com tamanho bastante reduzido e de cor branca arranjado em padrões paralelos ou circulares, às vezes com formato alongado e outras esferóides. Os dois primeiros provavelmente seriam martensita, pela morfologia, e metal base original, pelo resultado da simulação, já o último supõe-se que seja austenita, formato em contornos de diversos tipos. Para este aporte a zona intercrítica parece ter uma concentração maior do constituinte branco, ainda que seu tamanho seja aparentemente o mesmo. O aumento de 10.000X apenas esclarece o formato do constituinte branco. A simulação computacional revelou que essa região seria majoritariamente composta de martensita, na média acima de 70%, metal base original, 10%, e austenita, em torno de 8%.



(a) Aumento nominal de 1.000X.



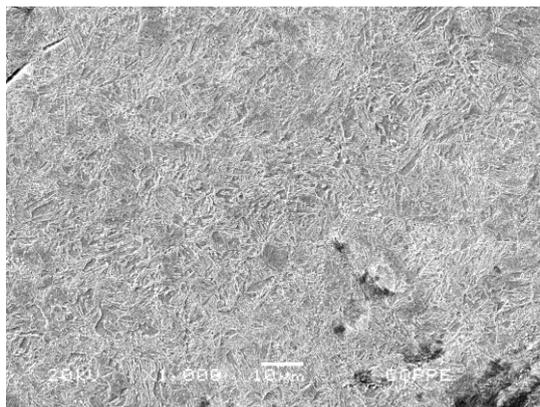
(b) Aumento nominal de 5.000X.



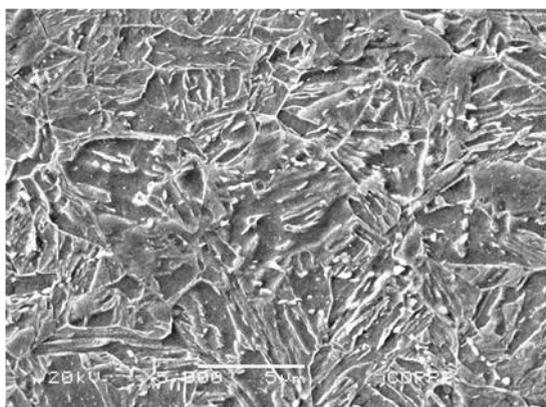
(c) Aumento nominal de 10.000X.

Figura 55: Zona grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.

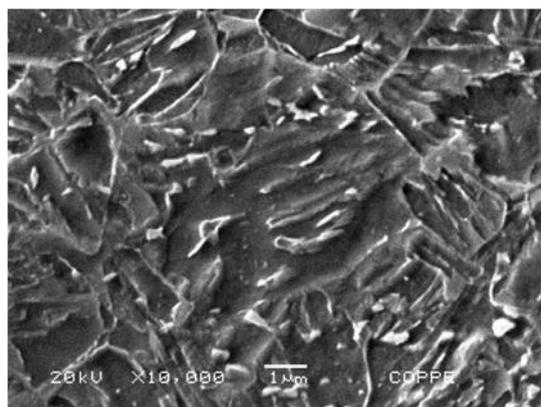
Para o aporte de 0,6 kJ/mm a ZGF se demonstra um pouco mais delineada, no sentido de sua microestrutura ser mais nítida. Um dos constituintes se assemelha à microestrutura martensítica encontrada neste mesmo aporte na ZGG, no entanto as ripas tem comprimento e espessura menor, bem como os grãos e pacotes de ripas. O constituinte com maior grau de esfericidade, também é visto nestas imagens.



(a) Aumento nominal de 1.000X.



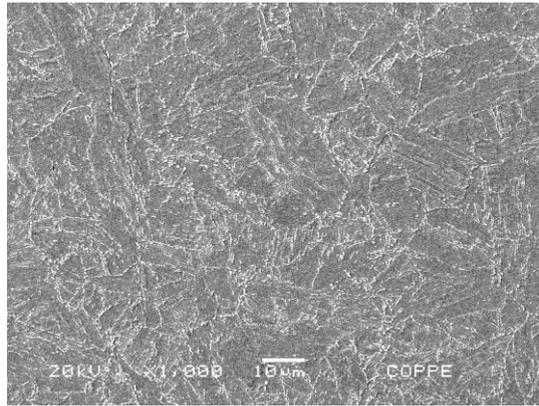
(b) Aumento nominal de 5.000X.



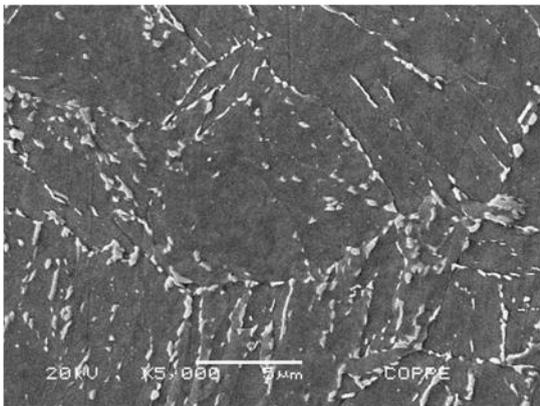
(c) Aumento nominal de 10.000X.

Figura 56: Zona de grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.

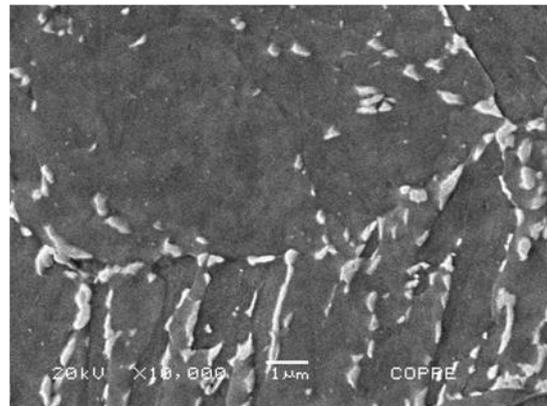
O aporte de 1,0 kJ/mm gerou uma ZGF ligeiramente mais grosseira que os aportes menores. As ripas ainda se encontram presentes, mas tem um aspecto mais grosseiro, tanto em comprimento quanto em espessura. Chama a atenção do fato do constituinte branco se encontrar acentuadamente mais desorganizado que os outros aportes. De acordo com os resultados de simulação computacional essa região seria majoritariamente composta de martensita, na média acima de 60%, bainita, 24%, austenita, em torno de 5%, e ferrita, na casa dos 2%. Pode se supor que a fração da matriz não lamelar seja composto de bainita e ferrita, ainda que sejam de difícil diferenciação.



(a) Aumento nominal de 1.000X.



(b) Aumento nominal de 5.000X.



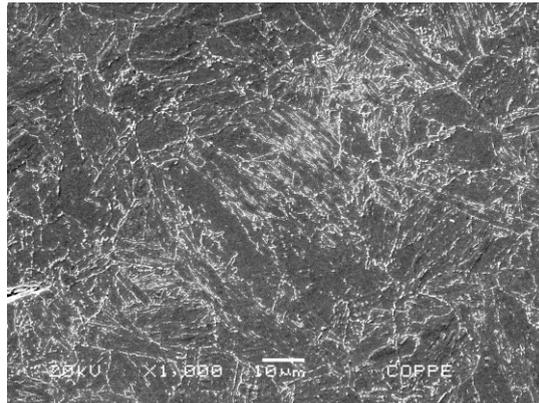
(c) Aumento nominal de 10.000X.

Figura 57: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,5 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.

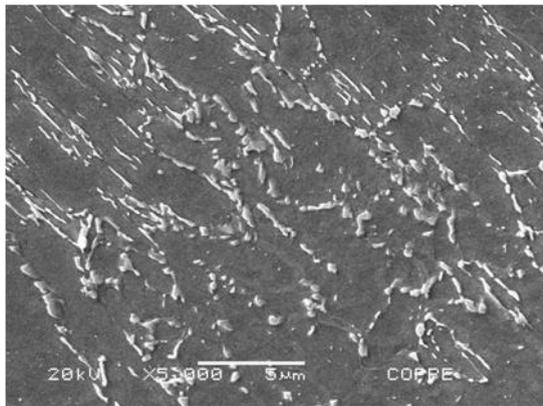
Visto que o metal base é a fração de material que permaneceu inalterado com o ciclo térmico imposto pelo processo de soldagem, as considerações feitas para esta região desconsideram o aporte térmico, as imagens podem ser analisadas desprezando tal parâmetro, entretanto, as imagens de todos os aportes se encontram no presente estudo para se ter um padrão consistente de imagens sobre o tema abordado.

A microestrutura vista no aumento de 1.000X é bastante similar ao que foi visto em microscopia ótica, visualmente o que muda é a coloração, a matriz ferrítica é cinza, enquanto outros constituintes são brancos. A partir de 5.000X já é possível notar que na verdade o que marca os contornos não são as descontinuidades entre um grão e outro, e sim os constituintes ali presentes. Esses constituintes, apesar de não se saber se se tratam da mesma fase ou fases, apresentam dois tipos de morfologias características, uma de formato aparentemente acicular, mais fina e alongada, e uma outra esferóide. Na imagem tirada do aporte de 0,6 kJ/mm a primeira morfologia é mais facilmente visível, e ela parece marcar o que eram os antigos contornos de ripas martensíticas visto o padrão de alinhamento paralelo entre as mesmas, no entanto essa categorização deve ser tomada

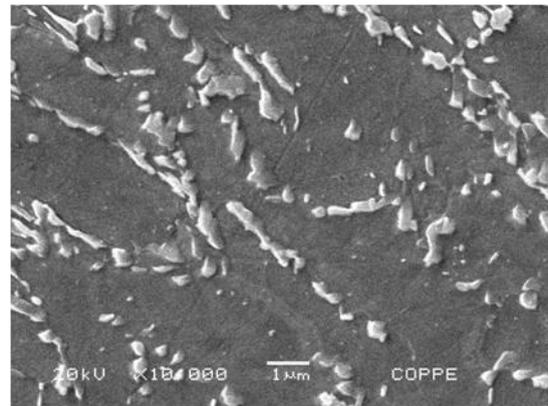
com cuidado, já que em alguns pontos esse constituinte acicular parece estar nos contornos de grãos ferríticos, este último perfil é mais visível no aporte de 1,0 kJ/mm. A estrutura esferóide também respeita um perfil, isto é, há uma continuidade na distribuição espacial do constituinte, formando padrões, ainda que sejam padrões poligonais irregulares e heterogêneos, no sentido de forma, a continuidade do constituinte permanece, levando a crer que seja um indicativo de constituinte formado em contorno de grão ferrítico.



(a) Aumento nominal de 1.000X.

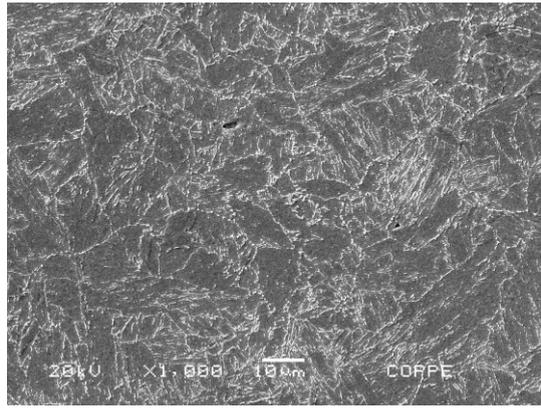


(b) Aumento nominal de 5.000X.

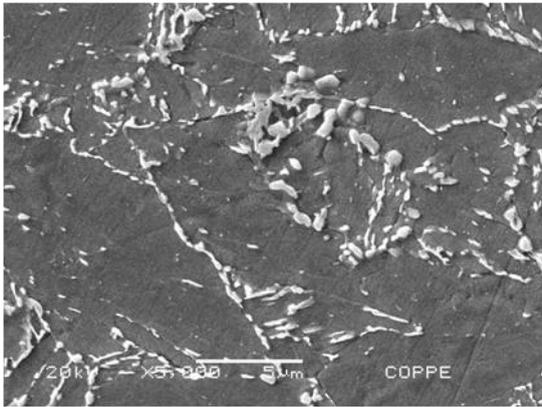


(c) Aumento nominal de 10.000X.

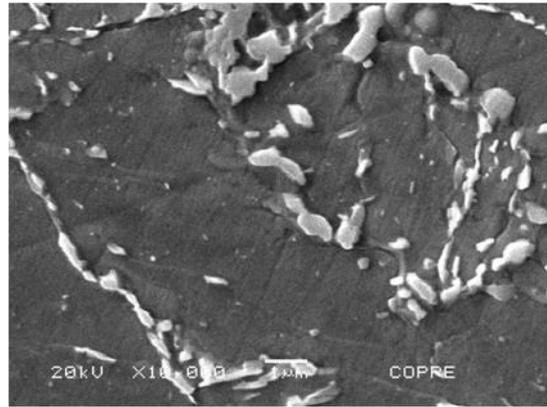
Figura 58: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 0,6 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.



(a) Aumento nominal de 1.000X.



(b) Aumento nominal de 5.000X.



(c) Aumento nominal de 10.000X.

Figura 59: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido pelo processo SMAW com aporte de 1,0 kJ/mm atacado com Nital 2% em diferentes aumentos em MEV.

5. Considerações finais

Com a finalidade de auxiliar a compreensão dos resultados mais marcantes foram feitas tabelas.

Tabela 8: Considerações finais dos ataques químicos.

	Nital 2%	Marder e Benscoter	FeCl3 + Picral
Pacotes de ripas mart.	Melhor	Ruim	Ruim
Ripas martensíticas	Médio	Ruim	Ruim
CG de austenita prévia	Não revela	Não revela	Revela
CG muito refinados	Ruim	Bom	Melhor
Transição ZIC e MB	Bom	Bom	Bom
CG de diferentes origens	Ruim	Médio	Melhor
Outros	Bom para MEV	Gradiente de coloração indefinido	Muitos pites de corrosão

Tabela 9: Comparação dos resultados do trabalho.

		SM1		SM3	
		Microscopia	Simulação	Microscopia	Simulação
ZGG	Martensita em ripas Bainita		90% Martensita 5% Austenita 3% Ferrita	Martensita em ripas Bainita	80% Martensita 10% Austenita 5% MB Inalterado
ZGF	Constituinte lamelar Constituinte homogêneo Constituinte branco		60% Martensita 10% MB Inalterado 8% Austenita	Constituinte lamelar Constituinte homogêneo Constituinte branco	70% Martensita 25% Bainita 5% Austenita 2% Ferrita
ZIC	Transição ZIC/MB Nucleação de grãos		90% MB Inalterado 5% Martensita	Transição ZIC/MB Nucleação de grãos	60% MB Inalterado 25% Martensita 10% Bainita 1% Austenita
MB	Ferrita Constituinte branco longilíneo Constituinte branco esferóide		100% MB Inalterado	Ferrita Constituinte branco longilíneo Constituinte branco esferóide	100% MB Inalterado

OBS.: VALORES APROXIMADOS EM TORNO DA MÉDIA DE CADA ZONA

6. Conclusão

A microestrutura do aço 9%Ni possui grande sensibilidade à composição química, o que foi descrito em literatura, aqui foi confirmado em parte através dos diagramas gerados computacionalmente. Diferenças marcantes entre o que foi feito neste trabalho e o que foi encontrado em literatura foram listadas aqui.

De acordo com as simulações feita em laboratório o ciclo térmico de soldagem forma apenas martensita, bainita, ferrita, austenita, além do material original remanescente. Desta forma, estas serão as únicas fases presentes na ZTA.

A extensão da ZTA e de suas zonas variou conforme o aporte térmico empregado, quanto maior o aporte térmico maiores as extensões. Os resultados foram similares tanto para a simulação computacional quanto para a microscopia ótica.

A microscopia revelou que zona de grãos grosseiros é composta de martensita em ripas que se formaram durante o resfriamento do ciclo térmico de soldagem. Os pacotes de ripas martensíticas se formaram dentro dos grãos austeníticos que nuclearam e cresceram também no ciclo térmico, mas durante o aquecimento e manutenção a temperaturas acima de Ac3. Nital 2% é o melhor ataque empregado neste estudo para visualização de pacotes de ripas e ripas martensíticas. Os resultados para a simulação computacional não tiveram bons resultados para as imediações da linha de fusão, por mostrar um percentual de material original que não corresponde à realidade. Para zonas da ZGG um pouco mais afastadas os resultados revelaram que a amostra de aporte 0,5 kJ/mm é composta de mais de 90% de martensita, cerca de 3% de bainita, 5% de austenita e valores ínfimos de ferrita. Os valores anteriores não chegam a 100% por ainda haver um pouco do efeito deletério do metal base original ainda presente nestes pontos. Já para a amostra de aporte 1,0 kJ/mm, mais de 80% é martensita, mais de 10% é austenita, e cerca de 5% é material base inalterado.

A região de grãos finos como o próprio nome diz apresenta uma microestrutura mais refinada, o que é visto claramente pelo ataque feito com Cloreto Férrico e Picral 4%. As temperaturas máximas atingidas na região promovem uma recristalização de austenita, e, conseqüentemente, seu refino. Ao refinar o tamanho de grão, a temperabilidade do material cai, mas mesmo assim forma-se bastante martensita. A microestrutura nesta região visualmente é bastante parecida, sendo composta de uma matriz com um constituinte de morfologia lamelar, e outro mais homogêneo. Também é visualizado um constituinte branco de tamanho reduzido com morfologias alongadas ou esferóides. De acordo com a simulação computacional o constituinte lamelar é martensita, com frações volumétricas acima de 60 e 70%, na amostras SM1 e SM3,

respectivamente. O constituinte mais homogêneo parece ser metal base inalterado na amostra SM1, com cerca de 10%; no entanto na amostra SM3 parece se majoritariamente bainita, acima de 25% e ferrita 2%. O constituinte branco nos dois casos parecem ser austenita, com teores baixos, de 8% na SM1, e de 5% na SM3.

A zona intercrítica da ZTA, definida pelo campo bifásico de austenita e ferrita no diagrama de fases, passa por uma região de transição cada vez que se afasta da linha de fusão e se aproxima do metal base inalterado. Os ataques revelaram que essa região é marcada por grãos recristalizados e bem refinados nos contornos, sobretudo nos contornos de grão, e que ficam cada vez mais refinados à medida que penetram no metal base inalterado pelo ciclo térmico de soldagem. As simulações revelam que na amostra SM1 a ZIC é composta quase inteiramente de metal base inalterados, com teores acima de 90% deste, e valores de 5% de martensita, os outros constituintes tem valores tão baixos que podem até mesmo serem desprezados. Já a amostra SM3, possuía nessa região cerca de 60% de metal base inalterado, 25% de martensita, 10% de bainita e 1% de austenita.

O metal base inalterado é composto de martensita revenida. O que quer dizer que os pacotes de ripas martensíticas formadas no tratamento de têmpera do metal base se transformaram em grãos ferríticos no tratamento subsequente de revenido. A localização dos contornos de ripas martensíticas prévias ainda podem ser vistas, devido à formação de carbeto e austenita retida nesses mesmos locais após o tratamento térmico completo e da realização dos ataques químicos empregados neste estudo. Tal constituinte em muito se assemelha ao constituinte branco formado na ZGF, que de acordo com as suposições feitas a partir da simulação levam a acreditar que seja austenita.

Comparativamente a simulação revela que a amostra SM1 apresenta martensita em sua maior parte na ZGG, enquanto na SM3 além da martensita há um teor alto de austenita. Já na ZGF a SM1 é composta de martensita em sua maior parte e metal base inalterado com algum teor de austenita, e a SM3 martensita, e bainita, com um teor parecido com o anterior em austenita. A ZIC na SM1 é quase inteiramente metal base inalterado, enquanto na SM3, além deste, ha também valores relevantes de martensita e bainita.

Quando analisado o parágrafo anterior faz sentido do ponto de vista de ciclos térmicos. Apesar das temperaturas delimitarem as possíveis transformações microestruturais, os tempos de manutenção em tais temperaturas são mais baixos na amostra SM1, alterando significativamente a formação da microestrutura.

7. Sugestões para trabalhos futuros

Alguns pontos não ficaram inteiramente esclarecidos neste trabalho, alguns por falta de evidências que confirmassem as teorias elaboradas acerca dos fenômenos que regem o escopo de estudo. Além disso outras informações podem ser extraídas do tema através da utilização de outras técnicas. Desta forma podem ser sugeridos como tema para trabalhos futuros:

- Os mesmos ataques aqui empregados poderiam ser examinados sob magnificações maiores em microscopia ótica, à partir de 1.000X. Visando examinar os constituintes de granulometria reduzida e que só são revelados com ataques coloridos, visíveis apenas neste tipo de microscopia.
- Tanto a zona intercrítica da ZTA, quanto a zona de grãos finos devem ser mais intensamente analisadas e comparadas com métodos computacionais.
- Os mesmos ataques aqui empregados poderiam ser examinados sob magnificações maiores em microscopia eletrônica de varredura, à partir de 15.000X. Diferentes tipos de detecção dos feixes refletidos poderiam fornecer dados importantes como composição química dos constituintes formados, e assim se obter mais informação da microestrutura da ZTA.
- Trabalhos de microscopias eletrônicas de transmissão.
- Ajustes de simulação computacional, na qual não haja remanescência de material original nas adjacências da linha de fusão.
- Outros tipos de simulação computacional, bem como uma especificação mais detalhadas de inputs e outputs, que exigem uma capacidade de processamento mais robusta, poderiam ser agregados à simulação, obtendo resultados mais precisos acerca do material e processo de soldagem usados.
- Estudar novos ataques químicos, que possam revelar características diferentes da microestrutura da ZTA.
- Estudar métodos alternativos que possam complementar o trabalho de caracterização microestrutural, como EBSD, AFM e difração de raios-X.
- O mesmo trabalho poderia ser realizado com mais passes de soldagem para estudar a influência de diversos ciclos térmicos sobre uma ZTA.

8. Anexo

8.1. Microscopia ótica



(a) Kourbatoff.



(b) Ácido Nítrico.



(c) LePera.



(d) Picral 4%.

Figura 60: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MO).



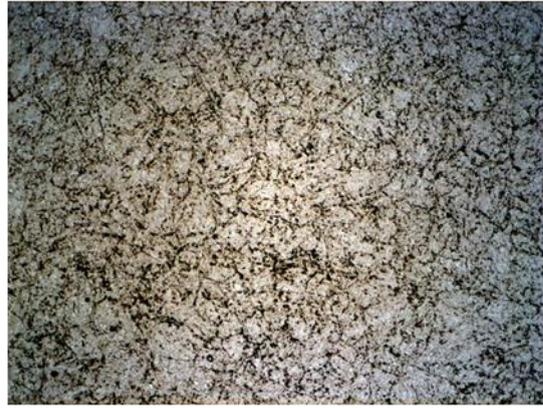
(a) Kourbatoff.



(b) Ácido Nítrico.



(c)LePera.

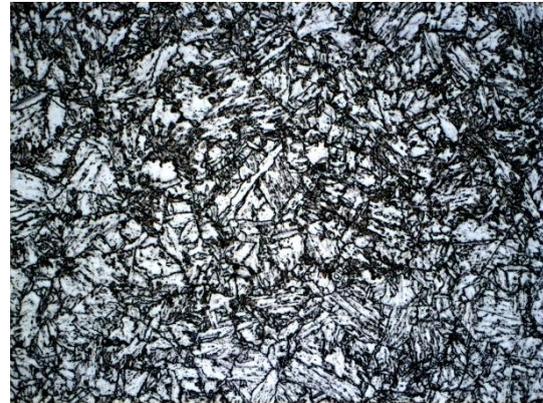


(d)Picral 4%.

Figura 61: Zona de grãos finos do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MO).



(a)Kourbatoff.



(b)Ácido Nítrico.



(c)LePera.



(d)Picral 4%.

Figura 62: Zona intercrítica do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MO).



(a)Kourbatoff.



(b)Ácido Nítrico.



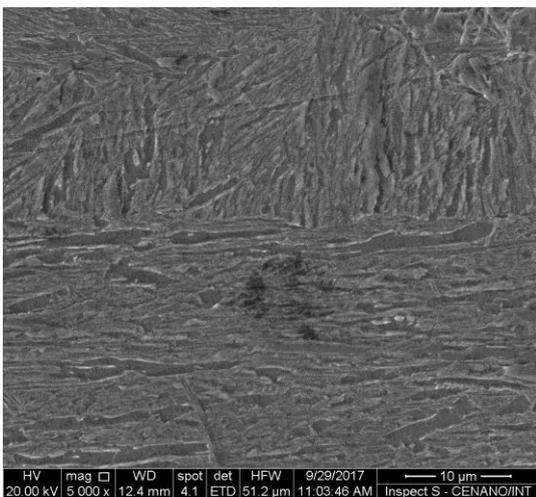
(c)LePera.



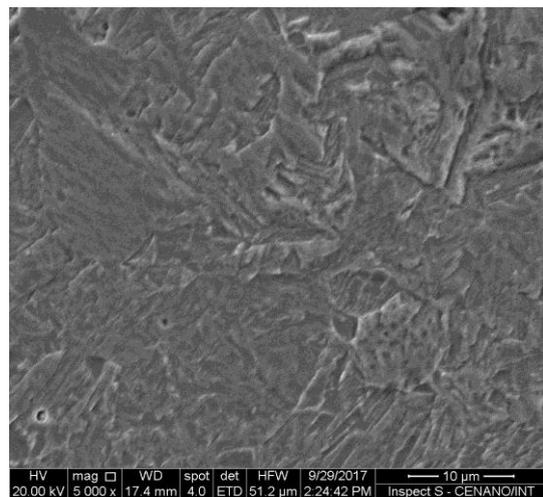
(d)Picral 4%.

Figura 63: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MO).

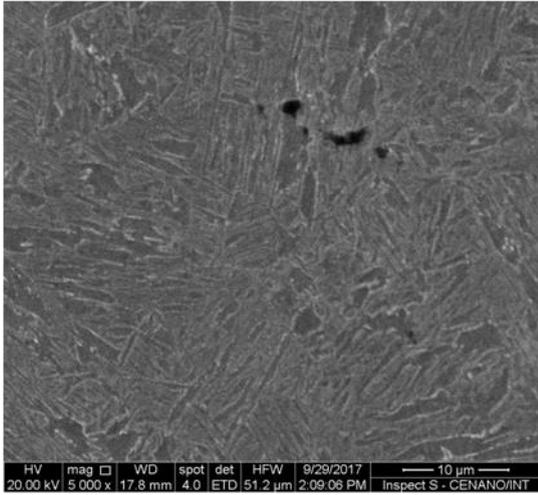
8.2. Microscopia eletrônica de varredura



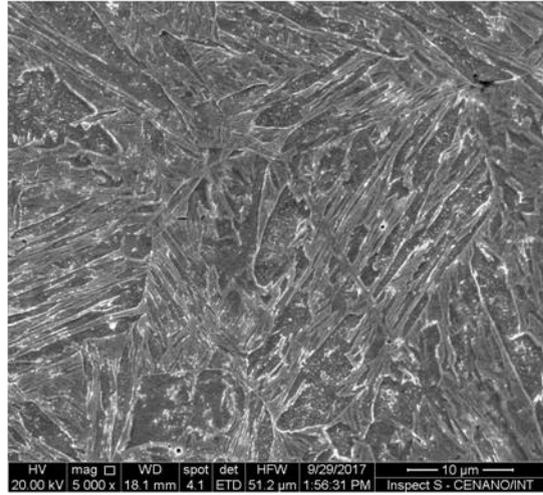
(a)Kourbatoff.



(b)Ácido Nítrico.

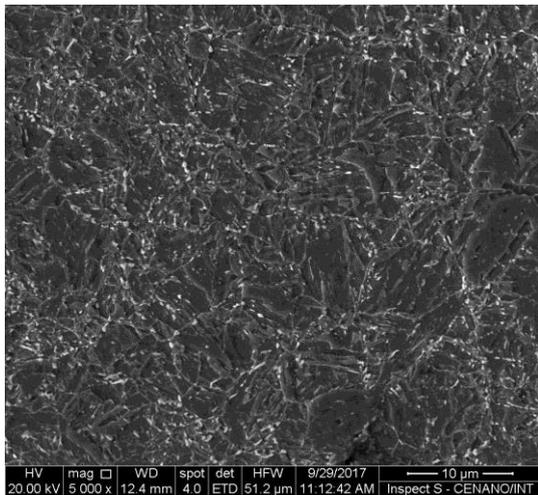


(c)LePera.

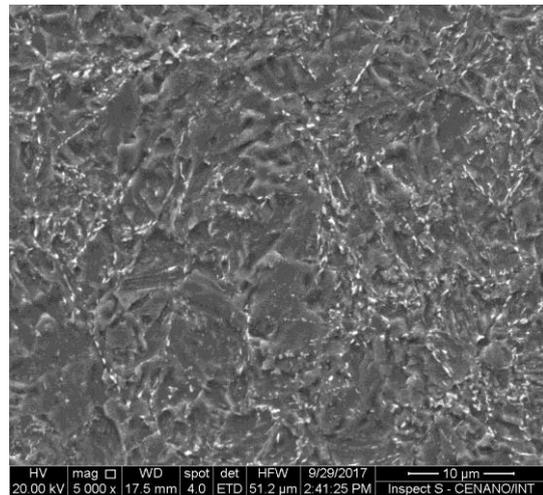


(d)Picral 4%.

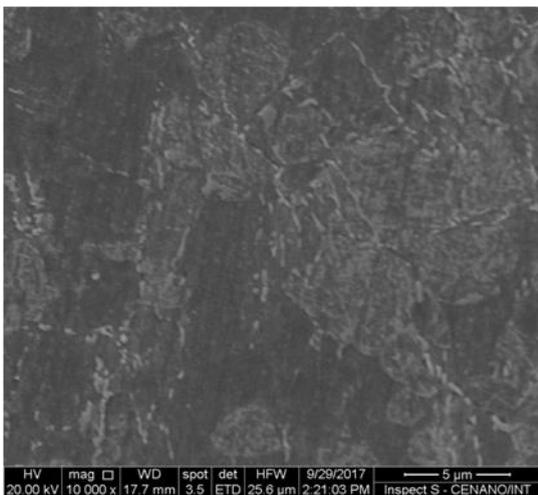
Figura 64: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MEV).



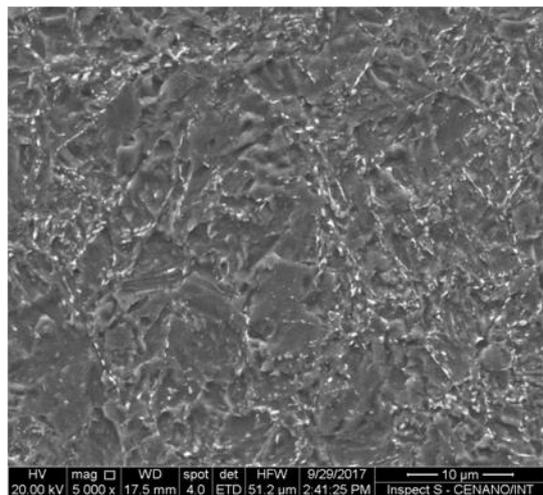
(a)Kourbatoff.



(b)Ácido Nítrico.

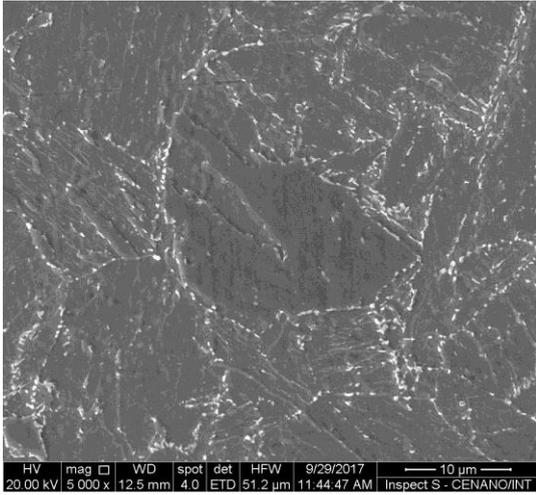


(c)LePera.

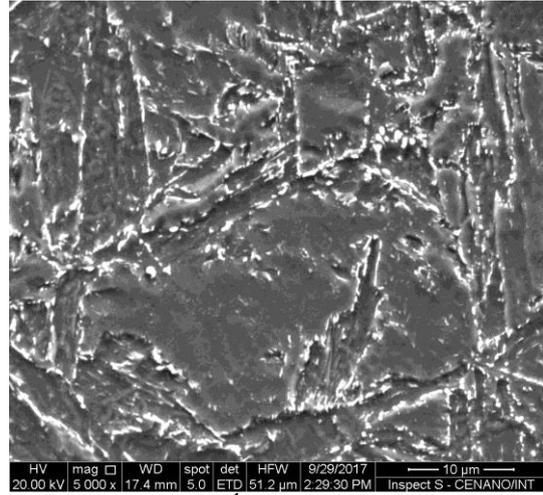


(d)Picral 4%.

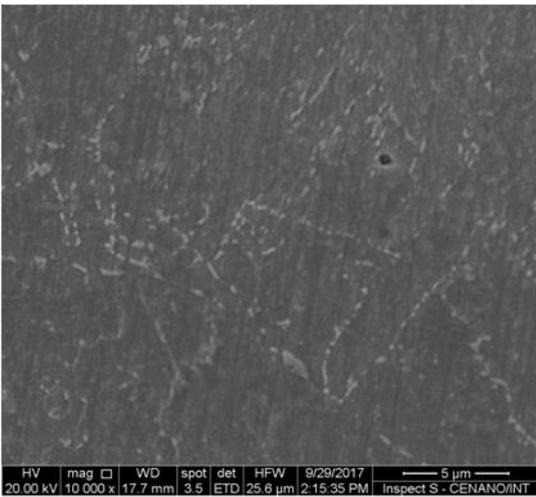
Figura 65: Zona de grãos grosseiros do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MEV).



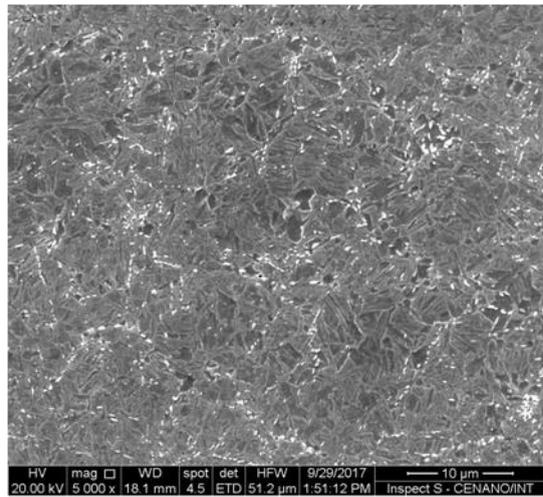
(a)Kourbatoff.



(b)Ácido Nítrico.



(c)LePera.



(d)Picral 4%.

Figura 66: Zona do metal base do tubo soldado de aço 9Ni temperado e revenido atacado com diferentes ataques(MEV).

Referências bibliográficas

- [1] J. E. Thomaz, *Fundamentos de Engenharia de Petróleo*, 2nd ed. Brasil: Interciência, 2004.
- [2] K. Nishimoto, “Desafios do pré-sal para a comunidade científica e tecnológica brasileira,” *Rev. USP*, vol. 95, no. 1, pp. 43–48, 2012.
- [3] A. Sant’anna, “Simulação de processamento de gás natural em plataforma offshore,” Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2005.
- [4] Petrobras, “Perspectiva de Aplicação de Aços ao Níquel em Sistemas de Processamento de CO₂ para o Pré-Sal .,” in *Conferência Rio & Oil Gas*, 2012, p. 30.
- [5] P. V. MARQUES, P. J. MODENESI, and A. Q. BRACARENSE, *Soldagem: fundamentos e tecnologia*, 3rd ed. Belo Horizonte: UFMG, 2011.
- [6] ASTM, “Standard Specification for Pressure Vessel Plates , Alloy Steel , Double-Normalized and Tempered 9 % Nickel.” ASTM, West Conshohocken, pp. 1–3, 2014.
- [7] ASTM, “Standard Specification for Pressure Vessel Plates , Alloy Steel , Quenched and Tempered 7, 8 and 9 % Nickel.” ASTM, West Conshohocken, pp. 1–4, 2014.
- [8] ASTM, “Standard Specification for Seamless and Welded Carbon Steel Pipe for Low-Temperature Service and Other Applications with Required Notch Toughness.” ASTM, West Conshohocken, pp. 1–4, 2016.
- [9] J. N. Dupont, J. C. Lippold, and S. D. Kiser, *WELDING METALLURGY AND WELDABILITY OF NICKEL-BASE ALLOYS*, 1st ed. New Jersey: Wiley, 2009.
- [10] C. Y. Yan, W. S. Li, and S. W. Bai, “Influence of Welding Parameters on Residual Stress in 9% Ni Steel for Low Temperature Service,” *Adv. Mater. Res.*, vol. 154–155, pp. 1618–1623, 2010.
- [11] C. R. 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 síncroton,” Universidade Federal Fluminense, 2016.
- [12] J. M. Zhang, H. Li, F. Yang, Q. Chi, L. K. Ji, and Y. R. Feng, “Effect of heat treatment process on mechanical properties and microstructure of a 9% ni steel for large LNG storage tanks,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 22, no. 12, pp. 3867–3871, 2013.
- [13] N. Saito, R. Yamaba, H. Muraoka, and O. Saeki, “Development of heavy 9% nickel steel plates with superior low-temperature toughness for LNG storage tanks.,” *Nippon Steel Tech. Report.*, vol. 58, pp. 9–16, 1993.
- [14] J. R. Strife and D. E. Passoja, “The effect of heat treatment on microstructure and cryogenic fracture properties in 5Ni and 9Ni steel,” *Metall. Trans. A*, vol. 11, no. 8, pp. 1341–1350, 1980.
- [15] H. Su, X. Q. Zhao, T. Pan, X. R. Lei, and Q. F. Wang, “Microstructure and Mechanical Properties in QT-Treated 9Ni Steel,” *Adv. Mater. Res.*, vol. 562–564, no. 1980, pp. 39–42, 2012.
- [16] K. Zhang, D. Tang, and H. bin Wu, “Effect of Heating Rate Before Tempering on Reversed Austenite in Fe-9Ni-C Alloy,” *J. Iron Steel Res. Int.*, vol. 19, no. 9, pp.

73–78, 2012.

- [17] Y. H. Yang, Q. W. Cai, D. Tang, and H. Bin Wu, “Precipitation and stability of reversed austenite in 9Ni steel,” *Int. J. Miner. Metall. Mater.*, vol. 17, no. 5, pp. 587–595, 2010.
- [18] E. Wainer, S. Duarte Brandi, and F. Décourt Homem de Mello, *Soldagem - Processos e Metalurgia*. São Paulo: Edgar Blücher, 1992.
- [19] E. Nippes and J. Balaguer, “A Study of the Weld Heat-Affected Zone Toughness of 9% Nickel Steel,” *Weld. Res. Suppl.*, vol. 57, no. Vi, pp. 237–243, 1986.
- [20] A. Zeemann and G. Emygdio, “9% Ni Alloy Steel for H₂S Service Annelise,” Rio de Janeiro.
- [21] N. Saunders, Z. Guo, a P. Miodownik, and J.-P. Schillé, “The Calculation of TTT and CCT diagrams for General Steels,” *USI-ASIA*, pp. 1–12, 2004.
- [22] J. S. Kirkaldy, B. A. Thomson, and E. A. Baganis, “Hardenability Concepts with Applications to Steel,” in *Hardenability Concepts With Applications to Steel: Proceedings of a Symposium Held at the Sheraton-Chicago Hotel*, 1978, p. 626.