

LAURA BORGES ABRANTES

Estudo microestrutural e evolução de dureza em função de tratamentos térmicos realizados em amostras soldadas por atrito linear com mistura em aço com 9% de níquel

SÃO PAULO
2017

Departamento de Engenharia
Metalúrgica e de Materiais da
Escola Politécnica da USP

LAURA BORGES ABRANTES

Estudo microestrutural e evolução de dureza em função de tratamentos térmicos realizados em amostras soldadas por atrito linear com mistura em aço com 9% de níquel

Trabalho de conclusão de curso apresentado à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

**Área de concentração:
Engenharia metalúrgica e de materiais**

**Orientador:
Prof. Dr. Sérgio Duarte Brandi**

**SÃO PAULO
2017**

Dedicatória

Dedico este trabalho à minha irmã Sophia, espero que minha dedicação e esforço te estimulem a ter garra e lutar pela realização dos seus sonhos, você é minha pessoa preferida. Ao meus pais, Marcus e Marilene, pelo apoio e amor incondicional.

Agradecimentos

Primeiramente agradeço à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo pela formação e todos os anos de aprendizado e conquistas, especialmente ao meu orientador, Professor Doutor Sérgio Duarte Brandi, sua orientação e estímulo me auxiliaram no crescimento profissional e paixão pela metalurgia.

Agradeço ao Doutor Jaime Casanova, por todo o auxílio e paciência ao longo da minha trajetória como metalurgista, na construção deste trabalho e durante minha iniciação científica.

Agradeço ao Mestre Thiago Nagasima pela realização dos tratamentos térmicos e ao Professor Doutor Marcelo Aquino Martorano pela disponibilidade dos equipamentos e laboratório.

Pelo material utilizado neste trabalho agradeço a Praxair Inc. White Martins®, que doou as chapas. Pelos equipamentos necessários para a conclusão do trabalho agradeço ao projeto Petrobrás 0050.0086316.13.9.

Agradeço aos companheiros de laboratório Rubelmar, Antônio e Cristiana pela disponibilidade, aconselhamento e segurança que me deram e Jeferson e Gustavo por, além disso, toda a ajuda com os experimentos e esclarecimento de dúvidas.

Aos meus pais agradeço pelo estímulo constante, suporte e afeto, ao longo de toda a minha trajetória como estudante, a força e contribuição de vocês me tornou a mulher que sou hoje. Os meus irmãos, João Gabriel e Sophia, por estarem ao meu lado nesta vitória e ao longo de todas as quedas pelas quais passei antes de chegar aqui.

Ao Igor Bernardes Oliveira agradeço por estar comigo, me estimular a sempre me esforçar mais e me guiar para conclusão deste período.

E finalmente, agradeço às minhas amigas e companheiras de curso, agradeço imensamente, não teria conseguido sozinha, Isabelle Pereira, Victoria Beatriz e Jady Auada, é uma honra atravessar esse marco acompanhada de pessoas tão formidáveis.

RESUMO

Este trabalho se baseia no estudo do efeito de tratamentos térmicos na microestrutura e dureza de uma junta, de aço com 9% de níquel, soldada por atrito linear com mistura.

Os aços com 9% de níquel foram desenvolvidos a partir do estudo do efeito da adição de níquel a aços carbono na relação entre sua tenacidade a fratura e manutenção da resistência mecânica, especialmente para o uso em temperaturas criogênicas, as propriedades mecânicas e resultados dos testes desenvolvidos neste material justificam o interesse a cerca dele.

Devido às modificações microestruturais e de propriedades mecânicas decorrentes do processo de soldagem nos materiais, as zonas afetadas pelo calor, afetadas pelo calor e deformação e as zonas de mistura, se tornam de grande preocupação, tornando-se, geralmente, mais suscetíveis à fratura, a aplicação de tratamentos térmicos visa reverter esta preocupação.

Com a elaboração deste trabalho, foi comprovado que a aplicação de tratamentos térmicos acima da temperatura de transformação do material, Ac_3 , neste caso a $1250^{\circ}C$ por 600 minutos, reduz a variação entre a dureza ao longo da junta, fazendo com que não existam regiões de dureza muito superiores ao metal de base, de forma a reduzir pontos de tensão suscetíveis à fratura.

Os tratamentos térmicos de $1250^{\circ}C$ reduzem a dureza na zona afetada pelo calor e deformação e na zona de mistura, reduzindo a maior preocupação quanto a fratura de materiais soldados. A aplicação de um novo tratamento térmico, de $685^{\circ}C$ reduz ainda mais, porém com menor magnitude, a dureza das zonas afetadas pela soldagem e reduz o tamanho dos grãos da amostra.

A aplicação de tratamentos térmicos a $685^{\circ}C$ por 600 minutos não contribui com a melhora das propriedades do material, apesar de reduzir a variação de dureza ao longo da junta soldada, este tratamento eleva a dureza como um todo, prejudicando, assim, sua resistência à fratura.

Listas

Figura 1 Gráfico indicativo da evolução da resistência a fratura, teste impacto Charpy, dos aços com diferentes teores de níquel frente ao aumento da temperatura [2]	13
Figura 2 Efeito do tratamento térmico de têmpera e revenimento nas propriedades mecânicas de um aço com 9% de níquel [2]	16
Figura 3 Efeito do tratamento térmico de dupla normalização e revenimento nas propriedades mecânicas de um aço com 9% de níquel [2]	17
Figura 4 Representação esquemática da soldagem por atrito linear com mistura [11]	20
Figura 5 Micrografia com 200x de aumento realizada em microscópio óptico com ataque ácido com Nital 2%, em amostra de aço ASTM A553 sem tratamento térmico [12]	21
Figura 6 Microscopia com 200x de aumento realizada em microscópio óptico com ataque ácido com Nital 2%, em amostra de aço ASTM A553 que sofreu ciclo térmico de 1250°C. [12]	22
Figura 7 Microscopia com 200x de aumento realizada em microscópio óptico com ataque ácido com Nital 2%, em amostra de aço ASTM A553 que sofreu ciclo térmico de 1250°C seguido de ciclo térmico de 685°C. [12]	22
Figura 8 Micrografia de amostra de aço ASTM A553 sem efeito de temperatura, em microscópio óptico, com aumento de 1000x, e tratamento com reagente Klemm, a fase austenita retida está evidenciada por setas vermelhas [12]	24
Figura 9 Micrografia de amostra de aço ASTM A553 sob efeito de ciclo térmico de 1250°C, em microscópio óptico, com aumento de 1000x, e tratamento com reagente Klemm, a fase austenita retida está evidenciada por setas vermelhas [12]	24
Figura 10 Micrografia de amostra de aço ASTM A553 sob efeito de ciclo térmico de 1250°C, seguido de ciclo térmico a 685°C, em microscópio óptico, com aumento de 1000x, e tratamento com reagente Klemm, a fase austenita retida está evidenciada por setas vermelhas [12]	25
Figura 11 Determinação de zonas de estudo para os CPs analizados	31

Figura 12 Micrografia do CP3, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos e em seguida a 685°C por 600 minutos, com aumento de 50 vezes, com a aplicação do método de medida de tamanho médio de grãos	32
Figura 13 Determinação de pontos para realização de teste de dureza Vickers	33
Figura 14 Macrografia do CP NT, amostra soldada não tratada termicamente	34
Figura 15 Macrografia de CP 1, amostra soldada tratada termicamente a 1250°C	35
Figura 16 Macrografia do CP 2, amostra soldada tratada termicamente a 685°C	35
Figura 17 Macrografia do CP 3, amostra soldada tratada termicamente a 1250°C, seguida de tratamento a 685°C	36
Figura 18 Macrografia do CP NT, não tratado termicamente, com indicação de zonas de estudo, sendo que A representa a zona não afetada pelo calor e deformação, e D compõe a zona de mistura. O lado do segundo passe de soldagem por atrito linear com mistura está indicado na imagem	37
Figura 19 Microscopia óptica do CP NT, não tratado termicamente, área A, metal de base, composta por martensita. Reagente:Nital 2%. Aumento de 500x.....	37
Figura 20 Microscopia óptica do CP NT, não tratado termicamente, área D (área central da zona de mistura). Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x	38
Figura 21 Macrografia do CP 1, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos, com indicação de zonas de estudo, sendo que A representa a zona não afetada termomecanicamente, e D compõe a zona de mistura. O lado do segundo passe de soldagem por atrito linear com mistura está indicado na imagem.....	39
Figura 22 Microscopia óptica do CP 1, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos, área A, metal de base. Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x	39
Figura 23 Microscopia óptica do CP 1, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos, área D (área central da zona de mistura). Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x	40
Figura 24 Macrografia do CP 2, tratado termicamente a 685°C por 600 minutos, com indicação de zonas de estudo, sendo que A representa o metal de base, e D	

compõe a zona de mistura. O lado do segundo passe de soldagem por atrito linear com mistura está indicado na imagem	41
Figura 25 Microscopia óptica do CP 2, tratado termicamente a 685°C por 600 minutos, área A, metal de base. Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x	41
Figura 26 Microscopia óptica do CP 2, tratado termicamente a 685°C por 600 minutos, área D (área central da zona de mistura). Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x	42
Figura 27 Macrografia do CP 3, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos seguido de tratamento a 685°C por 600 minutos, com indicação de zonas de estudo, sendo que A representa a zona não afetada termomecanicamente, e D compõe a zona de mistura. O lado do segundo passe de soldagem por atrito linear com mistura está indicado na imagem	43
Figura 28 Microscopia óptica do CP 3, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos seguido de tratamento a 685°C por 600 minutos, área A, metal de base. Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x	43
Figura 29 Microscopia óptica do CP 3, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos seguido de tratamento a 685°C por 600 minutos, área D (área central da zona de mistura). Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x	44
Figura 30 Microscopia óptica do CP3, tratada com reagente Nital 2%, na região da borda, sendo que da esquerda para direita da figura se trata da borda para o centro da amostra	45
Figura 31 Microscopia do CP3, Nital 2% e aumento de 200x, evidenciando a alteração da microestrutura, predominante através dos contornos de grão.....	46
Figura 32 Gráfico representativo dos resultados de dureza vickers para o CP NT, não tratados termicamente. A linha pontilhada indica o valor referência, metal de base.	50
Figura 33 Gráfico representativo dos resultados de dureza vickers para o CP 1, tratamento térmico de 1250°C por 600 minutos. A linha pontilhada indica o valor referência, metal de base.....	51
Figura 34 Gráfico representativo dos resultados de dureza vickers para o CP 2, tratamento térmico de 685°C por 600 minutos. A linha pontilhada indica o valor referência, metal de base.....	53

Figura 35 Gráfico representativo dos resultados de dureza vickers para o CP 3, tratamento térmico de 1250°C por 600 minutos seguido de tratamento térmico de 685°C por 600 minutos. A linha pontilhada indica o valor referência, metal de base.	54
Figura 36 Gráfico representativo dos pontos de análise de dureza reais, gerados pelo microdurômetro modelo DuraScan 70 da marca Emco-Test, para o CP NT	60
Figura 37 Gráfico representativo dos pontos de análise de dureza reais, gerados pelo microdurômetro modelo DuraScan 70 da marca Emco-Test, para o CP1	61
Figura 38 Gráfico representativo dos pontos de análise de dureza reais, gerados pelo microdurômetro modelo DuraScan 70 da marca Emco-Test, para o CP2	61
Figura 39 Gráfico representativo dos pontos de análise de dureza reais, gerados pelo microdurômetro modelo DuraScan 70 da marca Emco-Test, para o CP3	61
Tabela 1 Composição Química dos aços ASTM A553 Tipo I [4]	12
Tabela 2 Propriedades mecânicas para o aço A553 [4]	13
Tabela 3 Propriedades Mecânicas dos aços A553 tipo I tratados termicamente [2]	17
Tabela 4 Parâmetros do tratamento térmico executado na chapa de aço ASTM Tipo I utilizada no trabalho	27
Tabela 5 Resultado da análise química realizada em laboratório, resultado da análise química de fábrica, certificado da chapa, e composição química indicada na norma ASTM A553 tipo I	28
Tabela 6 Principais temperaturas de transformação identificadas por dilatometria	28
Tabela 7 Representação dos ciclos térmicos a serem realizados nas amostras de juntas soldadas por atrito linear com mistura	30
Tabela 8 Resultados dos cálculos de tamanho médio de grão de acordo com a norma ASTM [14]	47

Tabela 9 Resultados do teste de dureza realizado no CP NT, segregado nas áreas determinadas na Figura 13, assim como as médias por área	49
Tabela 10 Resultados do teste de dureza realizado no CP1, segregado nas áreas determinadas na Figura 13, assim como as médias por área	51
Tabela 11 Resultados do teste de dureza realizado no CP2, segregado nas áreas determinadas na Figura 13, assim como as médias por área	52
Tabela 12 Resultados do teste de dureza realizado no CP3, segregado nas áreas determinadas na Figura 13, assim como as médias por área	54
Tabela 13 Análise comparativa dos Resultados de dureza (HV) devido aos tratamentos térmicos realizados no CP1, CP2 e CP3	55
Tabela 14 Análise comparativa dos resultados de dureza (HV1) devido aos tratamentos térmicos realizados no CP1 e CP3	55

SUMÁRIO

Agradecimentos	ii
RESUMO	iii
Listas	iv
SUMÁRIO	ix
1 Introdução	11
2 Revisão bibliográfica	12
2.1 Caracterização dos aços com 9% de níquel	12
2.1.1 Composição Química	12
2.1.2 Microestrutura	12
2.1.3 Propriedades Mecânicas	13
2.2 Tratamentos térmicos	14
2.2.1 Tratamentos térmicos sugeridos pela norma ASTM	14
2.2.2 Efeito dos tratamentos térmicos na microestrutura do material ...	15
2.2.3 Efeitos dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas ...	15
2.3 Soldagem	18
2.3.1 Soldabilidade	18
2.3.2 Efeitos da soldagem na resistência a fraturas	18
2.3.3 Principais processos de soldagem utilizados em aços com 9% de	
níquel	19
2.3.4 Processo de soldagem por atrito linear com mistura	19
2.4 Efeito de ciclos térmicos a temperaturas acima de Ac_3 e entre Ac_1 e	
Ac_3	20
3 Objetivo	26
4 Materiais e Métodos	27
4.1 Metal de base	27
4.2 Soldagem por atrito linear com mistura	29
4.3 Tratamentos térmicos	29

4.4	Preparação das amostras	30
4.4.1	Determinação de zonas de análise.....	30
4.5	Metalografia.....	31
4.6	Cálculo do tamanho de grão	31
4.7	Dureza.....	32
5	Resultados e Discussões.....	34
5.1	Metalografia com Nital 2%.....	34
5.1.1	Macroscopia.....	34
5.1.2	Microscopia óptica	36
5.1.3	Determinação de zonas a serem analisadas	44
5.2	Tamanho de grão	46
5.3	Dureza.....	48
6	Conclusões	57
7	Proposta para trabalhos futuros.....	58
8	Referências Bibliográficas.....	59
	APÊNDICE	60

1 Introdução

Visando o transporte e armazenamento de gás natural em estado líquido e sabendo que aços ferrosos e baixas ligas de aço perdem ductilidade e tenacidade a baixas temperaturas, no início dos anos 40, a Companhia Internacional de Níquel, nos Estados Unidos da América, iniciou suas pesquisas para o desenvolvimento de aços com tal propriedade melhorada [1].

Sabendo-se que o aumento da porcentagem de níquel em um aço reduz o impacto da temperatura na tenacidade de um aço, foi desenvolvido um aço com 9% de níquel em sua composição, material que mantém a tenacidade em temperaturas criogênicas, como comprovado em testes de ensaio Charpy realizados em 1947, nos quais atingia o limite estabelecido pela ASME para aplicações criogênicas [1–3].

Para que seja possível utilizar o aço em estruturas e equipamentos projetadas para uso com gás natural em estado líquido o material deve apresentar tenacidade em temperaturas criogênicas. Os aços com 9% de níquel são mais economicamente viáveis para a construção de tanques a serem utilizados em baixas temperaturas que os inoxidáveis. [1, 3]

Em 1960, foram produzidos tanques de parede dupla, sendo a externa de aço-carbono e a interna de aço com 9% de níquel, para armazenamento de gás natural no estado líquido e não houve vazamento ou rupturas na parede interna de tanques construídos nos EUA, França, Japão e África em mais de 28 anos de uso [1].

Uma das formas de melhorar as propriedades mecânicas desses aços é a execução de tratamentos térmicos. Dentre os mais comuns podem-se citar: a dupla normalização seguida de revenimento, têmpera seguida de revenimento e tratamento térmico na temperatura intercrítica, seguido de revenimento [4].

Os aços mais comumente utilizados para estas aplicações são o ASTM A333 e o ASTM A553, sendo o primeiro para produção de tubos de aço soldados sem emendas para aplicações em baixas temperaturas e o segundo ligas com 8% ou 9% de níquel produzidas em placas para aplicação em vasos de pressão [2, 3].

2 Revisão bibliográfica

2.1 Caracterização dos aços com 9% de níquel

2.1.1 Composição Química

Aços ASTM A553 tipo I possuem o padrão de composição química determinado pela norma de acordo com a Tabela 1 [4].

Tabela 1 Composição Química dos aços ASTM A553 Tipo I [4]

Composição química (%)	
C, max	0,13
Mn, max	
Análise Térmica	0,90
Análise Química	0,98
P, max	0,015
Sulfur, maxA	0,015
Si	
Análise Térmica	0.15-0.40
Análise Química	0.13-0.45
Ni	
Análise Térmica	8.50-9.50
Análise Química	8.40-9.60

O ASTM A553 tipo I é um aço carbono de baixo carbono, máximo de 0,13%, com alto teor de níquel, entre 8,5% e 9,5%, além de outros elementos de liga, a presença de alto teor de níquel torna este material apropriado para o estudo a seguir.

2.1.2 Microestrutura

Aços com alto teor de níquel apresentam precipitação de austenita ao serem aquecidos, caso temperados parte da austenita formada é revertida em martensita, gerando, então, uma peça com martensita recém formada e austenita que se manteve após o resfriamento, chamada de austenita retida, esta austenita pode ser relacionada com a tenacidade criogênica desses materiais [5, 6].

2.1.3 Propriedades Mecânicas

A norma ASTM A553 estabelece que os aços apresentem os valores de resistência a tração, limite de escoamento e alongamento especificados na Tabela 2.

Tabela 2 Propriedades mecânicas para o aço A553 [4]

Propriedades Mecânicas ASTM A553 tipo I	
Resistência a tração [Mpa]	690 – 825
Limite de Escoamento (0,2% offset), minimo [Mpa]	585,00
Alongamento em 2 polegadas, min, %	20,00

Quanto aos testes de impacto Charpy na Figura 1 fica evidente que o aumento do teor de níquel no aço aumenta a resistência do material, além disso também é evidente a redução do impacto da temperatura sobre a tenacidade do aço, indicando especialmente a sua alta resistência em temperaturas criogênicas, tais fatores tornam o uso dos aços com 9% níquel tão desejáveis para aplicações a temperaturas criogênicas [2].

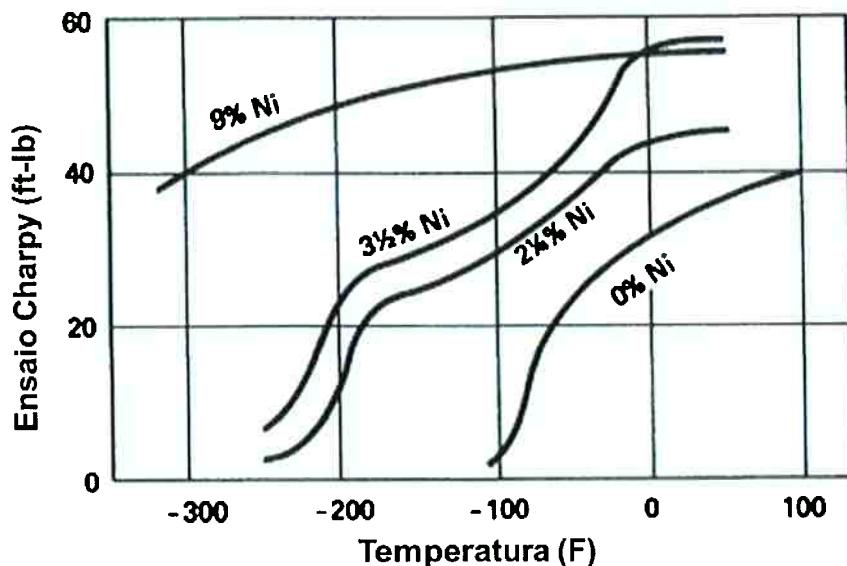


Figura 1 Gráfico indicativo da evolução da resistência a fratura, teste impacto Charpy, dos aços com diferentes teores de níquel frente ao aumento da temperatura [2].

2.2 Tratamentos térmicos

Para melhorar as propriedades mecânicas de um aço é interessante submetê-lo a tratamentos térmicos. Os mais utilizados, no caso do aço 9% de níquel, são: têmpera e revenimento (QT); normalização dupla seguida de revenimento (NNT); têmpera, segunda têmpera em temperatura intermediária, seguida de revenimento (QLT). Em alguns casos aplica-se ainda um alívio de tensão na peça após sua soldagem [1, 5]

2.2.1 Tratamentos térmicos sugeridos pela norma ASTM

2.2.1.1 Têmpera e Revenimento

O tratamento térmico de têmpera e revenimento deve ser realizado aquecendo o material a temperatura uniforme de 800°C, mantendo a temperatura de acordo com a espessura, sendo 1 hora para cada polegada, com limite inferior de 15 minutos. Em seguida deve-se resfriar em água, reaquecer a uma temperatura uniforme entre 565°C e 600°C, mantendo a temperatura de acordo com o mesmo critério, para então, resfriar ao ar ou temperando em água a uma taxa de resfriamento superior a 150°C [4].

2.2.1.2 Dupla Normalização e Revenimento

O tratamento térmico de dupla normalização e revenimento deve ser realizado aquecendo o material a temperatura uniforme de 900°C, mantendo a temperatura de acordo com a espessura, sendo 1 hora para cada polegada, com limite inferior de 15 minutos. Em seguida deve-se resfriar ao ar e reaquecer até atingir a temperatura uniforme de 790°C, mantendo pelo mesmo tempo anterior, resfriar novamente ao ar e reaquecer a uma temperatura uniforme entre 565°C e 600°C, mantendo a temperatura de acordo com o mesmo critério, finalmente, deve-se resfriar ao ar ou temperando em água a uma taxa de resfriamento superior a 150°C [4].

2.2.1.3 Alívio de Tensão

Recomenda-se realizar tratamentos de alívio de tensão pós soldagem nos aços analisados neste trabalho, esses tratamentos são realizados aquecendo o material a uma temperatura uniforme entre 550°C e 585°C, deve-se manter a temperatura de acordo com a espessura, sendo o mínimo de 2 horas, para espessuras de até uma polegada, e acrescentando 1 hora a cada polegada adicional, em seguida, o material é resfriado em água ou ao ar a uma taxa de 165°C até uma temperatura não superior a 315°C [7].

2.2.2 Efeito dos tratamentos térmicos na microestrutura do material

Aços de baixo carbono com alto teor de níquel apresentam microestrutura martensítica, ao trata-los com têmpera e revenimento, ou dupla normalização e revenimento, observa-se o aparecimento de austenita formada a partir da martensita, durante o revenimento [5, 8].

A austenita formada, chamada austenita revertida, é atribuída a alta tenacidade a fratura deste material em temperaturas criogênicas [5].

A adição de um ciclo térmico de temperatura inferior, entre Ac_1 e Ac_3 , devido ao refinamento dos grãos de austenita e dos pacotes de martensita, promove a nucleação de espaços para o surgimento de austenita revertida [5].

2.2.3 Efeitos dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas

Ao realizar-se o tratamento térmico de têmpera e revenimento em um aço com 9% de níquel, como o A553 tipo I, observa-se evidente melhora das propriedades mecânicas do material, estas propriedades podem ser observadas na Figura 2, na qual as faixas pretas grossas indicam o valor dos testes especificados na norma ASTM para o material, e os resultados encontrados estão indicados pela faixa em cinza [2].

Realizando-se tratamento térmico de dupla normalização seguida de revenimento no aço A553 tipo I, observa-se evidente melhora das propriedades mecânicas do material, estas propriedades podem ser observadas na Figura 3, na qual as faixas pretas grossas indicam o valor dos testes especificados na norma ASTM para o material, e os resultados encontrados estão indicados pela faixa em cinza [2].

As propriedades se diferem em alguns quesitos, comparando-se Figura 2 e Figura 3, conclui-se que o efeito do tratamento no limite de escoamento é superior para o material que sofreu têmpera e revenimento que para o material que sofreu dupla normalização e revenimento, o mesmo pode ser observado para as outras propriedades, como resistência, analisada através do impacto Charpy e alongamento, no caso da resistência à tração pode-se dizer que o efeito foi o mesmo para os dois tratamentos [2].

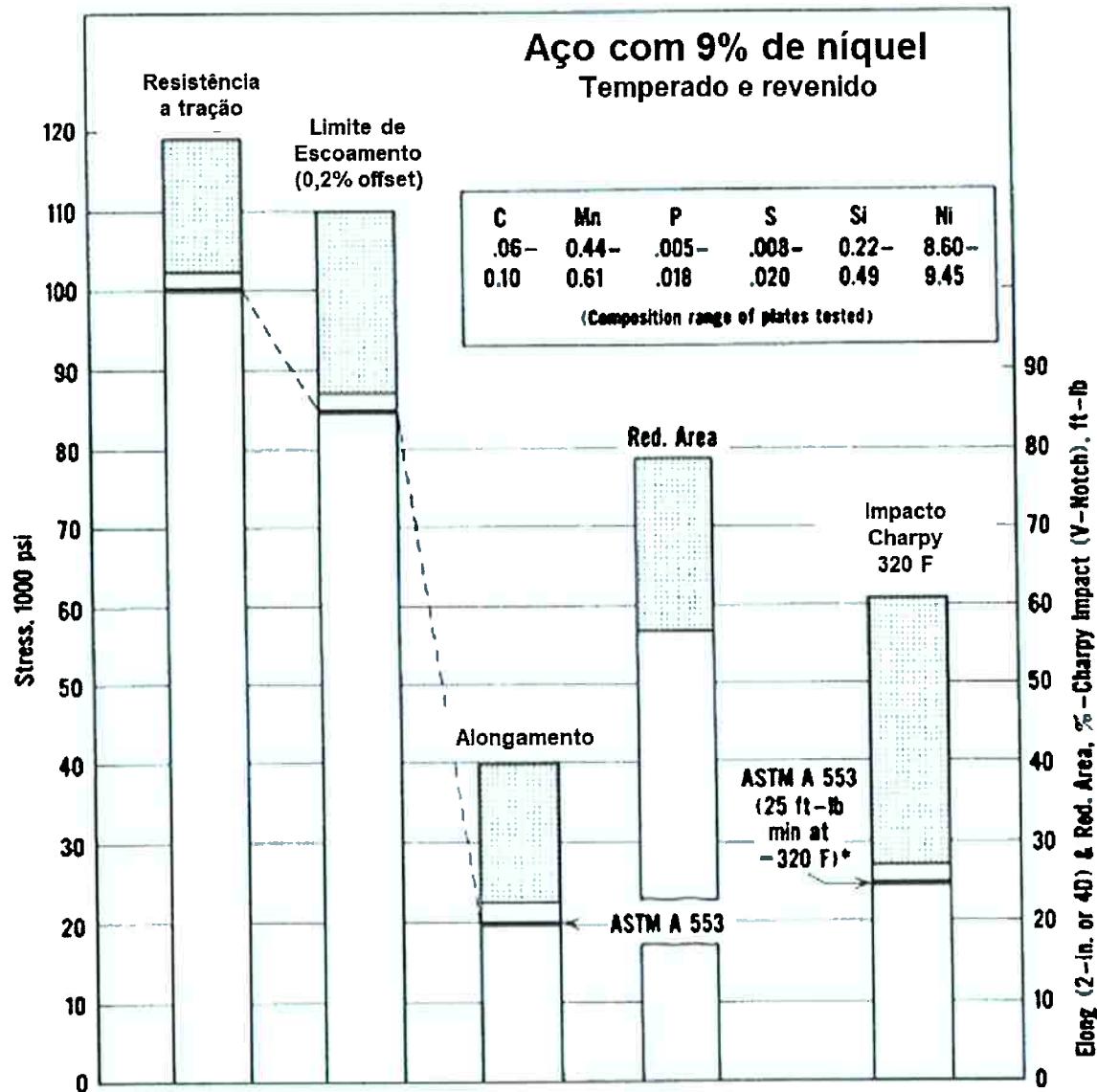


Figura 2 Efeito do tratamento térmico de têmpera e revenimento nas propriedades mecânicas de um aço com 9% de níquel [2].

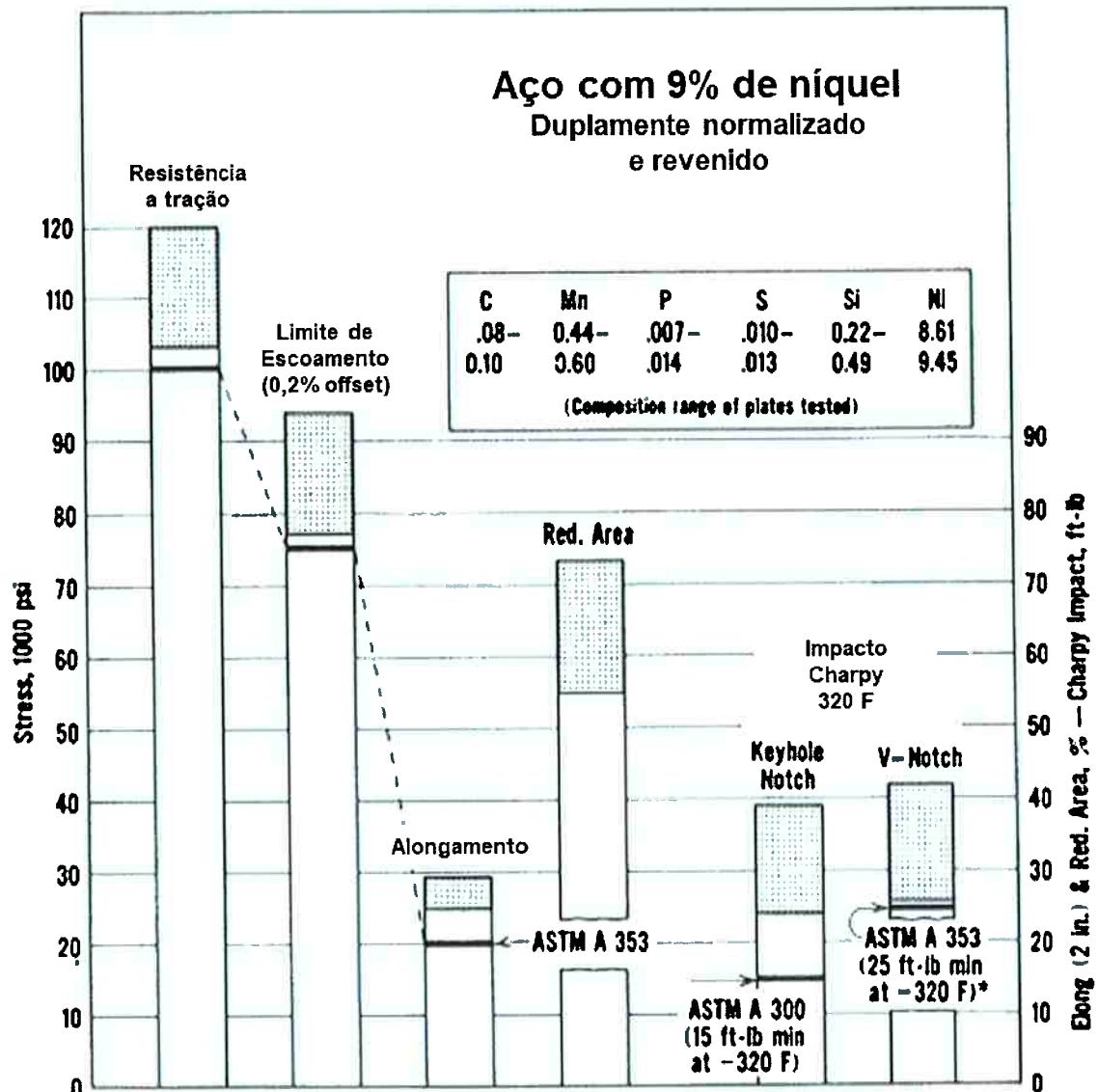


Figura 3 Efeito do tratamento térmico de dupla normalização e revenimento nas propriedades mecânicas de um aço com 9% de níquel [2].

Na Tabela 3 tem-se os valores de módulos de elasticidade e resistividade elétrica, sendo eles válidos para os dois tratamentos térmicos [2].

Tabela 3 Propriedades Mecânicas dos aços A553 tipo I tratados termicamente [2]

Propriedades Mecânicas ASTM A553 tipo I	
Módulo de elasticidade, 25°C, [psi]	2,70E+07
Módulo de elasticidade, -196°C, [psi]	3,00E+07
Resistividade Elétrica, 25°C, [$\mu\Omega\text{cm}$]	33,00

2.3 Soldagem

2.3.1 Soldabilidade

Soldabilidade é a capacidade de um material ser soldado sob as condições impostas de fabricação em uma estrutura específica a fim de executar satisfatoriamente seu objetivo, pode ser dividida em metalúrgica, em serviço e operacional [9].

Uma das propriedades mais essenciais para um aço é sua soldabilidade, sendo que a soldagem, além de fundamental na produção industrial, também é um dos principais fatores responsáveis pela fragilização de um material metálico. A soldagem interfere no produto final devido a efeitos da temperatura de soldagem no metal de base, criando a zona afetada pelo calor; diferença de composição entre o metal de adição e o metal de base; e possíveis defeitos provenientes do processo de soldagem [1].

A elevação da temperatura durante a soldagem tende a aumentar a dureza do material soldado, de forma que uma das principais consequências quanto a soldabilidade metalúrgica é a perda de tenacidade na zona afetada pelo calor (ZAC). Tal problema ocorre devido as mudanças microestruturais que são resultantes dos ciclos térmicos aos quais a ZAC foi submetida [8–10].

Durante a realização dos tratamentos de alívio de tensão pós soldagem uma pequena quantidade de austenita se forma novamente, sendo uma fase estável há baixas temperaturas que contribui para a devolução da tenacidade do material [8].

2.3.2 Efeitos da soldagem na resistência a fraturas

A partir de testes de iniciação e propagação de fraturas na zona afetada pelo calor não foram encontrados resultados significativamente diferentes dos observados em um chapa não soldada [1].

Ao utilizar uma liga de níquel austenítica como consumível, com maior ductilidade e maior resistência que o metal de base, não se observam efeitos na iniciação de fraturas, no caso de uma fratura já iniciada, na ZAC ou no metal de base, a fratura se propaga na direção da zona fundida e o metal de solda se torna fator governante, assim, a fratura seria limitada à região da solda [1].

Provocando em laboratório os possíveis defeitos de soldagem, como fratura no metal de solda, na ZAC e falta de fusão, não se observou efeitos dos dois primeiros na resistência a fratura frágil da chapa soldada, quando à falta de fusão este defeito é

o mais provável de gerar fratura frágil, e ainda sim tal fratura seria contida pela região soldada e impedida de se propagar, sendo então facilmente reparada [1].

2.3.3 Principais processos de soldagem utilizados em aços com 9% de níquel

Os aços com 9% de níquel são utilizados principalmente em aplicações em condições criogênicas, a soldagem nessas condições, de acordo com a norma ASTM Seção IX, possui requisitos de tenacidade ao entalhe iguais para o metal de base e para o metal de solda e a zona afetada pelo calor. De forma a cumprir com o requisitado, esses aços são soldados, geralmente, utilizando consumíveis de ligas Fe-Cr-Ni, que atingem ao menos 95% do limite mínimo de resistência do metal de base, possuindo boa ductilidade, tenacidade ao entalhe e expansão térmica similar à do metal de base [2].

Apesar de os aços com 9% de níquel apresentarem boa soldabilidade metalúrgica, para que mantenham suas propriedades e atendam aos requisitos da norma, deve-se utilizar ligas ricas em níquel como metal de adição. As ligas ricas em níquel possuem estrutura composta basicamente por austenita, que é capaz de deformar-se e suportar tensões, além de acomodar em sua matriz relativa quantidade de hidrogênio. São ligas equivalentes aos aços com 9% de níquel quanto à expansão térmica, evitando a fadiga térmica durante a aplicação de ciclos térmicos [2, 3].

Os procedimentos de soldagem indicados para o material são: soldagem manual com eletrodo revestido, com eletrodos correspondentes à classificação ENiCrFe-2 da AWS Especificação A5.11; soldagem com proteção gasosa (MIG/MAG e TIG) usando metais de adição à base de níquel, arame corresponde à classificação ERNiCrFe-6 da Especificação AWS A5.14 e ERNicroMo-3; e soldagem por arco submerso [2].

2.3.4 Processo de soldagem por atrito linear com mistura

A soldagem por atrito linear com mistura (FSW) se trata de uma soldagem em estado sólido, na qual uma ferramenta rotatória provoca atrito entre as partes a serem soldadas. A ferramenta se apoia sobre a superfície a ser soldada gerando pressão e contato firme, além de possuir um pino inserido entre as superfícies.

A união entre mistura mecânica e aquecimento na soldagem por atrito provém intensa deformação plástica, que sem a necessidade de fusão dos materiais, promove a junção entre as peças.

A representação esquemática de uma soldagem por atrito linear com mistura em chapas pode ser observada na Figura 4 [11].

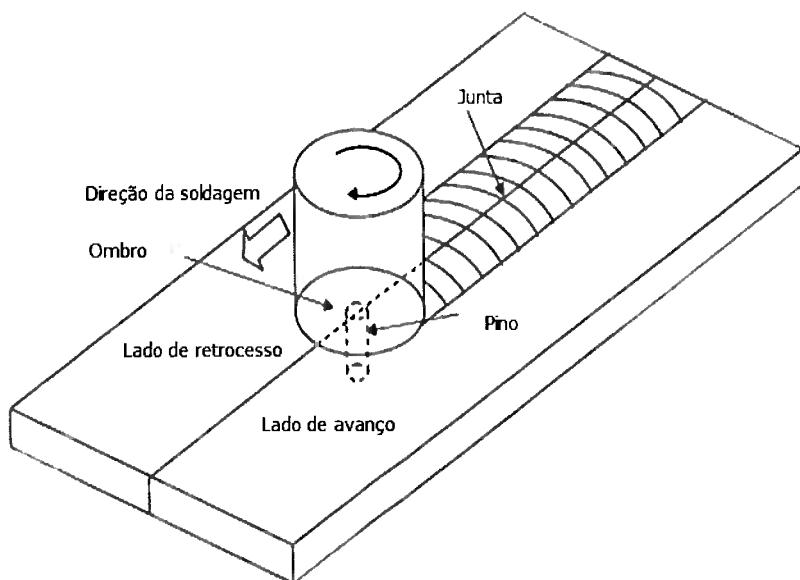


Figura 4 Representação esquemática da soldagem por atrito linear com mistura [11]

Neste tipo de soldagem há grande deformação plástica e transferência desta deformação plástica na direção de soldagem pela grande pressão da ferramenta com o material soldado. [11]

A placa na qual o sentido de rotação da ferramenta e a direção de soldagem coincidem é chamada de lado de avanço, a outra, cuja direção de soldagem é contrária ao sentido de rotação é chamada de lado de retrocesso, a representação esquemática de tal divisão fica clara na Figura 4. Essa diferença entre os lados pode gerar defeitos e inconsistência de propriedades na junta. [11]

Soldagem por atrito linear com mistura é uma técnica muito empregada para materiais de baixa soldabilidade, como alumínio, sua aplicabilidade devido às vantagens que oferece está em crescimento. [11]

2.4 Efeito de ciclos térmicos a temperaturas acima de Ac_3 e entre Ac_1 e Ac_3

Sabendo-se que os ciclos térmicos de soldagem alteram a microestrutura do material e visando analisa-los de forma isolada foi elaborado um estudo de ciclos térmicos de soldagem aplicados na forma de simulação física a amostras de aço ASTM A553 Tipo I. [12]

Para estudar os efeitos dos ciclos térmicos foram analisados: tamanho de grão, fração volumétrica de austenita retida e dureza. A quantidade de austenita retida está relacionada a tenacidade ao entalhe em temperaturas criogênicas [5, 12].

O resultado deste trabalho evidenciou que a aplicação de ciclos térmicos de temperaturas superiores a Ac_3 , 724°C, promove aumento dos grãos e uma redução da quantidade de austenita retida. O aumento do tamanho dos grão é evidenciado comparando-se a Figura 5 e a Figura 6, sendo que a Figura 6 sofreu ciclo térmico de 1250°C, superior à Ac_3 e a amostra vista na Figura 5 corresponde ao metal de base sem nenhuma interferência térmica.[12]

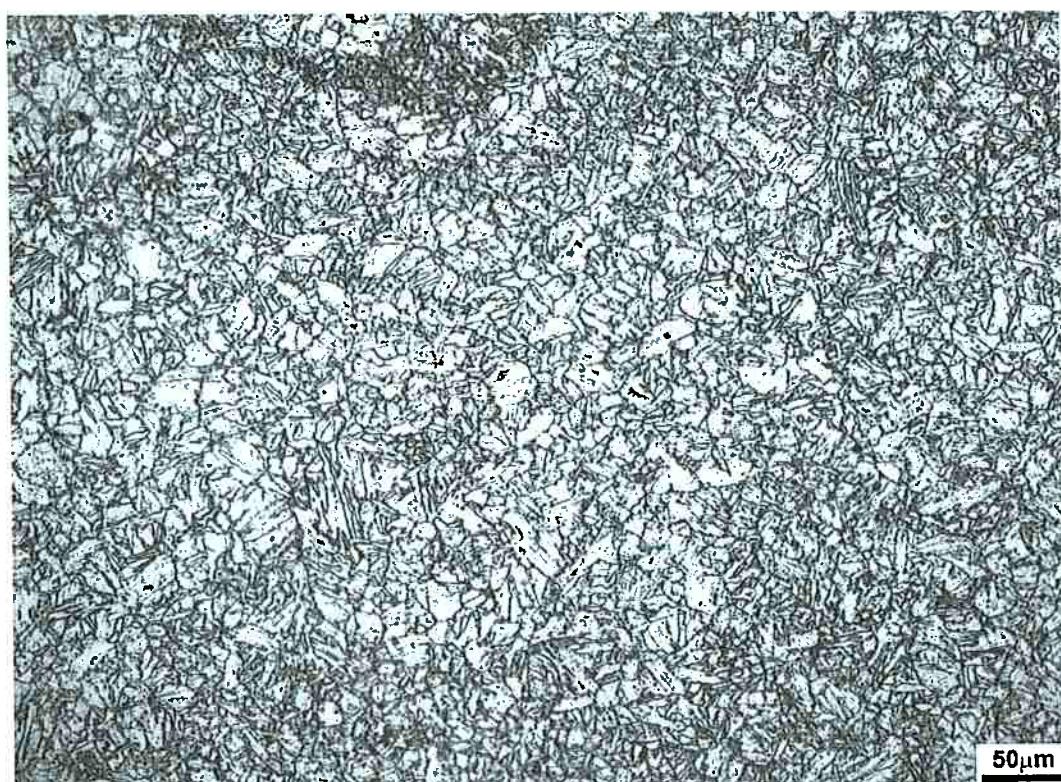


Figura 5 Micrografia com 200x de aumento realizada em microscópio óptico com ataque ácido com Nital 2%, em amostra de aço ASTM A553 sem tratamento térmico [12]



Figura 6 Microscopia com 200x de aumento realizada em microscópio óptico com ataque ácido com Nital 2%, em amostra de aço ASTM A553 que sofreu ciclo térmico de 1250°C. [12]



Figura 7 Microscopia com 200x de aumento realizada em microscópio óptico com ataque ácido com Nital 2%, em amostra de aço ASTM A553 que sofreu ciclo térmico de 1250°C seguido de ciclo térmico de 685°C. [12]

A redução da quantidade de austenita retida pode ser observada comparando-se a Figura 8, metal de base sem efeito térmico, e a Figura 9, sob efeito de ciclo térmico de 1250°C, estas micrografias foram obtidas através do tratamento das amostras com o reagente Klemm I, que evidencia a austenita retida na coloração branca [12, 13].

Aplicando-se um segundo ciclo térmico de temperatura entre Ac_1 e Ac_3 , de 685°C, tem-se a redução do tamanho dos grãos, como pode ser observado comparando-se a Figura 6, ciclo térmico de 1250°C, com a Figura 7, ciclo térmico de 1250°C seguido de ciclo térmico de 685°C, além de aumento da precipitação de austenita retida, evidenciado comparando-se a Figura 9 com a Figura 10, realizadas através de tratamento com o reagente Klemm I. [12]

De forma a evidenciar a presença de austenita retida nas amostras tratadas com o reagente Klemm I foram inseridas setas de cor vermelha apontando para a fase.

É possível notar a presença de austenita retida nos contornos de grão no caso da amostra sob ciclo térmico entre Ac_1 e Ac_3 , Figura 10, em comparação com a ausência deste segundo ciclo térmico, Figura 9, no qual a fase é mais observada dentro do pacote de martensita. [12]

A amostra que sofreu um segundo ciclo térmico de 685°C apresentou quantidade de austenita retida identificada superior a amostra referência, 55% maior percentagem em área que o identificado na amostra que sofreu ciclo térmico de 1250°C apenas. Concluiu-se que se tratava da autenita revertida, formada a partir da martensita presente no material [12].

A aplicação do ciclo térmico de 1250°C reduziu a quantidade de austenita retida no material, em comparação com o metal de base, em 42% [12].

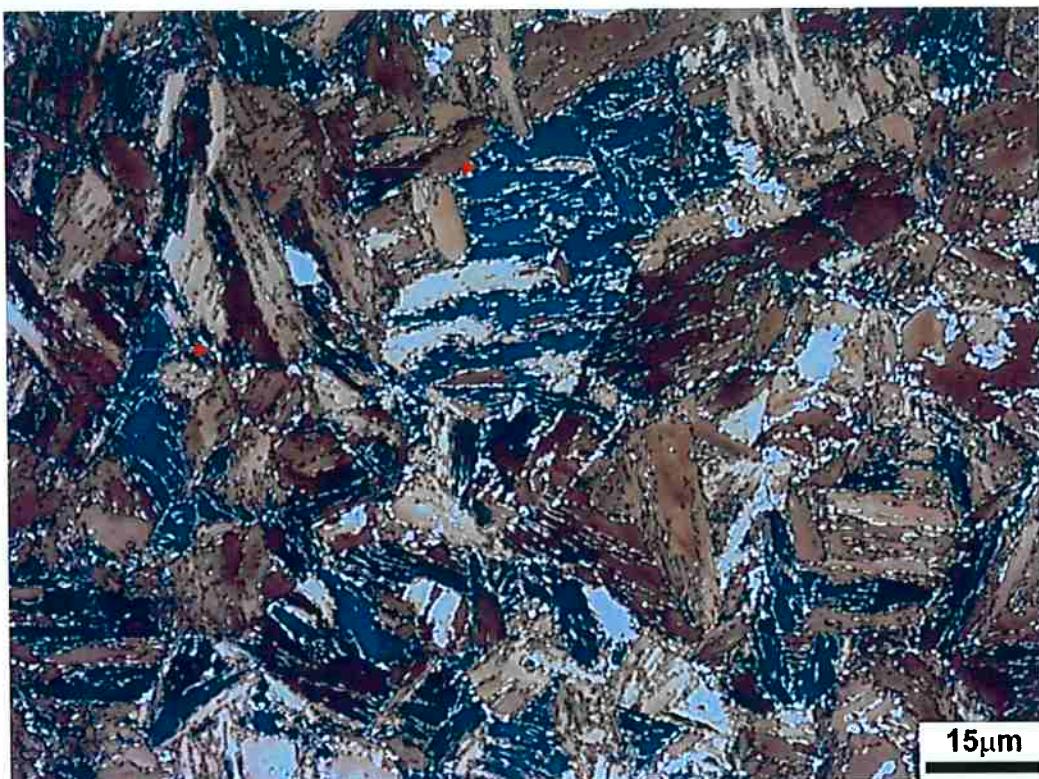


Figura 8 Micrografia de amostra de aço ASTM A553 sem efeito de temperatura, em microscópio óptico, com aumento de 1000x, e tratamento com reagente Klemm, a fase austenita retida está evidenciada por setas vermelhas [12]



Figura 9 Micrografia de amostra de aço ASTM A553 sob efeito de ciclo térmico de 1250°C, em microscópio óptico, com aumento de 1000x, e tratamento com reagente Klemm, a fase austenita retida está evidenciada por setas vermelhas [12]

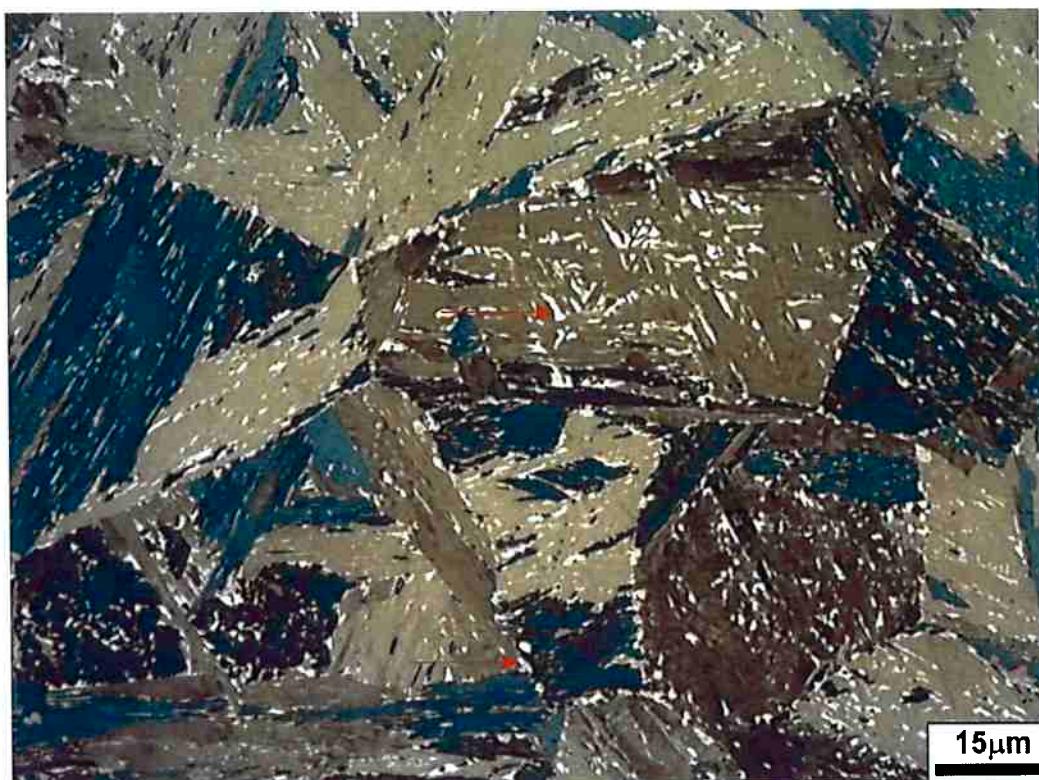


Figura 10 Micrografia de amostra de aço ASTM A553 sob efeito de ciclo térmico de 1250°C, seguido de ciclo térmico a 685°C, em microscópio óptico, com aumento de 1000x, e tratamento com reagente Klemm, a fase austenita retida está evidenciada por setas vermelhas [12]

Em relação ao estudo da evolução da dureza com a aplicação dos ciclos térmicos no material, a aplicação de um ciclo térmico de 1250°C aumentou em 43% a dureza em relação ao metal de base. A aplicação de um segundo ciclo térmico com 685°C reduziu em 5% a dureza, em relação a amostra que sofreu apenas o ciclo térmico de 1250°C. [12].

3 Objetivo

O Objetivo deste trabalho é analisar a influência de tratamentos térmicos em uma junta soldada por atrito linear com mistura do aço ASTM A553 Tipo I com 9% de níquel.

4 Materiais e Métodos

4.1 Metal de base

Para a realização deste trabalho foi utilizada uma chapa com 11,5 mm de espessura, 300,0 mm de largura e 500,0 mm de comprimento, doada pela empresa Praxair Inc. White Martins®. O material recebido foi, anteriormente, tratado termicamente via tratamento QLT.

Como é possível verificar na Tabela 4, a temperatura máxima atingida pelo tratamento térmico de têmpera “Q” foi de 800°C, com tempo de patamar de 10 minutos e resfriado em água; o tratamento de têmpera subcrítica “L” atingiu temperatura máxima de 660°C, com tempo de patamar de 10 minutos e resfriamento a água; e o tratamento térmico de revestimento “T” atingiu temperatura máxima de 580°C, com tempo de patamar de 38 minutos e resfriamento ao ar.

Os tratamentos térmicos foram realizados pelo fabricante, que realizou também as análises químicas cujos resultados estão identificados na Tabela 5, assim como os resultados da análise química inicial e os valores tabelados pela norma para a composição química do material, sendo que, apesar de a análise apresentar valores diferentes dos provenientes da certificação, o material está de acordo com a norma e os ensaios puderam prosseguir.

Tabela 4 Parâmetros do tratamento térmico executado na chapa de aço ASTM Tipo I utilizada no trabalho

Tipo de tratamento térmico	Temperatura máxima (°C)	Tempo de patamar (min)	Meio de resfriamento
Têmpera “Q”	800	10	Água
Têmpera subcrítica “L”	660	10	Água
Revestimento “T”	580	38	Ao ar

Tabela 5 Resultado da análise química realizada em laboratório, resultado da análise química de fábrica, certificado da chapa, e composição química indicada na norma ASTM A553 tipo I

Analise Química (%)			
Elemento Químico	Resultado da Analise	Certificado da Chapa	Norma ASTM A553 Tipo I
C	0,080	0,0490	0,13 (max)
Mn	0,728	0,7300	0,90 (max)
Si	0,351	0,3300	0,15-0,40
P	0,006	0,0020	0,015 (max)
S	0,003	0,0010	0,015 (max)
Cr	0,016	0,0160	-
Ni	9,398	8,7200	8,5 - 9,5
Mo	0,002	0,0030	-
Al	0,034	0,0310	-
Cu	0,015	0,0170	-
Ti	0,001	0,0020	-
V	0,004	0,0030	-
Nb	0,004	0,0020	-
O*	0,002	-	-
N*	0,0033	0,0040	-
B	-	0,0003	-

Nota: Temperatura ambiente de 23°C; Umidade ambiente de 30% (espectrometria Optica);

*Umidade ambiente de 38% (espectrometria gasosa).

De forma a identificar os pontos de interesse foi realizada dilatometria, na qual chegou-se aos valores de Ac_1 , 590°C, e Ac_3 , 723°C, utilizados para analisar os efeitos dos ciclos térmicos aplicados às amostras, os resultados da dilatometria estão identificados na Tabela 6.

Tabela 6 Principais temperaturas de transformação identificadas por dilatometria

Ponto de Interesse	Temperatura (°C)
Ac_3	723
Ac_1	590
Ms	394
Mt	166

Nota: Taxa de aquecimento e resfriamento de 20°C

4.2 Soldagem por atrito linear com mistura

A soldagem por atrito linear com mistura foi realizada utilizando duas chapas com dimensões de 11,5 mm de espessura, 120,0 mm de largura e 250,0 mm de comprimento. O chanfro utilizado foi reto sem abertura.

De forma a melhorar sua plasticidade, as chapas tiveram ambas superfícies usinadas até a espessura de 11,0 mm. A soldagem foi executada com dois cordões, um em cada lado do chanfro com os mesmos parâmetros de soldagem. A amostra foi soldada em um equipamento exclusivo para soldagem por atrito linear com mistura da marca Esab® e modelo Legio 5®.

A soldagem utilizou uma ferramenta de compósito de nitreto de boro cúbico policristalino (PCBN, em inglês). O ombro da ferramenta era convexo com diâmetro de 25,0 mm e comprimento do pino de 5,7 mm.

Os parâmetros utilizados foram: rotação de 400 RPM; $31,4 \pm 0,5$ kN de força em Z; 60 mm/min de velocidade de soldagem; 6,0 mm de controle de posição da ferramenta; resfriamento do anvil (cobre junta) com água na temperatura de 10 °C e vazão de 46 l/min; a ferramenta foi protegida com 100 % Ar e vazão de 20 l/mm; e os cordões de solda foram executados paralelos a direção de laminação.

4.3 Tratamentos térmicos

Os ciclos térmicos realizados foram determinados com base na iniciação científica descrita na seção 2 Revisão bibliográfica, 2.4 Efeito de ciclos térmicos a temperaturas acima de Ac_3 e entre Ac_1 e Ac_3 , de modo a garantir uma melhor análise do efeito da temperatura foi adicionada uma amostra com ciclo térmico de 685°C, sem o ciclo de 1250°C anterior utilizado no trabalho referência [12].

Uma junta anteriormente soldada por atrito linear com mistura com dois passes foi cortada em quatro fatias de aproximadamente 1,0 cm, denominadas CP NT, CP1, CP2 e CP3, em seguida foram realizados os tratamentos térmicos, com aplicação dos ciclos térmicos por 600 minutos, a especificação dos tratamentos térmicos realizados está evidenciada na Tabela 7.

Tabela 7 Representação dos ciclos térmicos a serem realizados nas amostras de juntas soldadas por atrito linear com mistura.

CP	1º Ciclo térmico		2º Ciclo térmico	
	Temperatura (°C)	Tempo (min)	Temperatura (°C)	Tempo (min)
CP NT	-	-	-	-
CP1	1250	600	-	-
CP 2	685	600	-	-
CP 3	1250	600	685	600

Nota: Todas as amostras tiveram o tempo de encharque definido em 27,5 min.

4.4 Preparação das amostras

Para análise, as bordas das amostras tratadas foram cortadas de modo a evitar o efeito de borda do tratamento e desta forma minimizar imprecisões de análise, em seguida, as amostras cortadas foram embutidas em baquelite.

4.4.1 Determinação de zonas de análise

Para efeito de estudo separou-se a amostra em zonas, como indicado na Figura 11. Para determinação das zonas observou-se uma amostra atacada com Nital 2% na lupa, a partir das suposições de zonas observadas em macroscopia as zonas de estudo foram separadas.

Considerou-se como zona 1 a região central, e zona 2 a não afetada pela soldagem, no caso chamada de metal de base ao longo do trabalho. Desta forma, foi possível comparar tanto o efeito dos tratamentos térmicos no metal de base quanto na zona de mistura da soldagem.

Os estudos metalográficos realizados utilizaram como base as subáreas D e A, dentro das zonas 1 e 2, respectivamente. Para o estudo da dureza foram consideradas áreas dentro das regiões afetadas pelo calor e deformação da soldagem, localizadas dentro dos arcos rosa, primeiro cordão, e azul, segundo cordão, indicados na Figura 11.

A área D, no centro da zona 1, se trata possivelmente de uma zona de bandamento, estudada mais a fundo durante a metalografia.

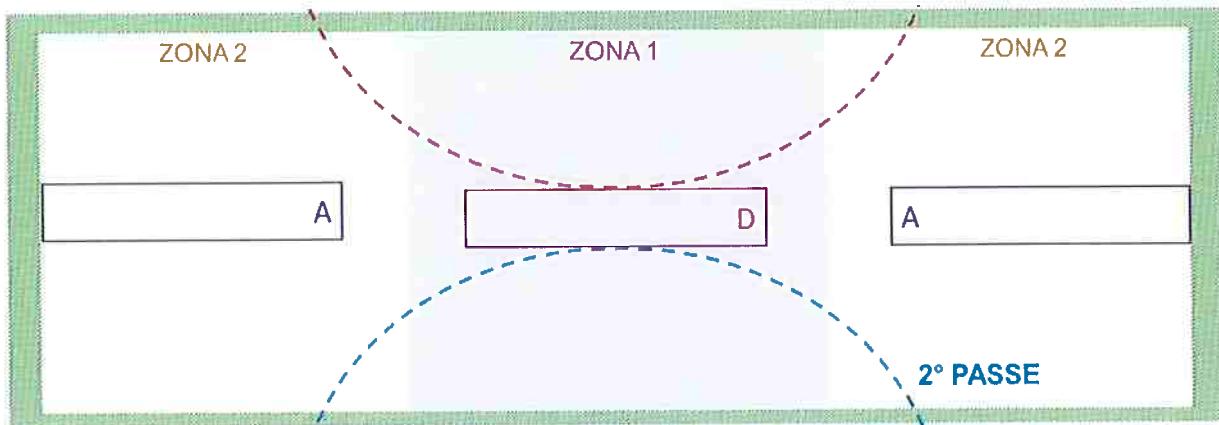


Figura 11 Determinação de zonas de estudo para os CPs analisados

A região da borda, em verde, foi segregada devido a oxidação sofrida durante o tratamento térmico.

4.5 Metalografia

Para analisar alteração no tamanho de grão e modificações microestruturais, além de efeito dos ciclos térmicos na da microestrutura, a amostras soldadas por atrito linear com mistura foram atacadas com Nital 2%, em seguida foram analisadas na lupa, para que as zonas descritas na Figura 11 fossem observadas, posteriormente foi utilizado o microscópio óptico para evidenciar a microestrutura das amostras.

4.6 Cálculo do tamanho de grão

Para determinação do tamanho de grãos foi utilizada a norma ASTM, método usual para determinação de tamanho de grão médio. De acordo com a norma, desenha-se um círculo sobre a região a ser analisada e contam-se as intersecções entre o perímetro do círculo e o contorno de grão. [14]

Para minimizar a imprecisão do teste foram colocados 4 círculos por micrografia e analisadas 2 micrografias por amostra, pode ser observado o método através da Figura 12, micrografia do CP 3, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos e em seguida a 685°C por 600 minutos, com os círculos inseridos.

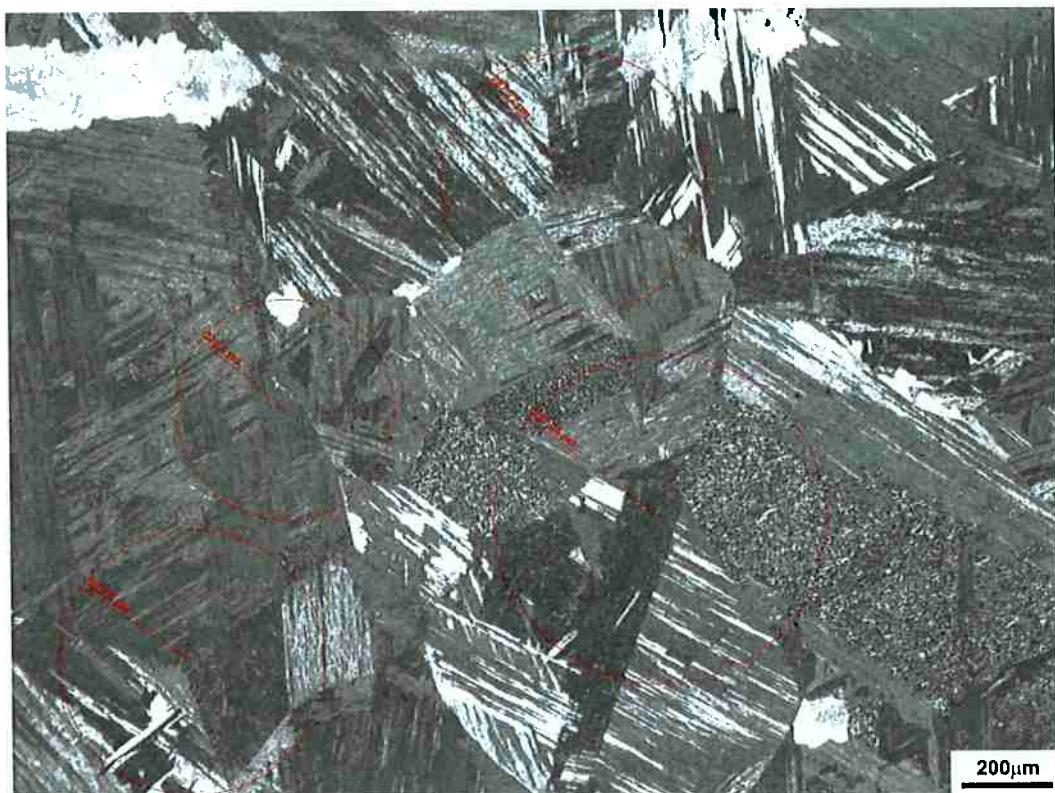


Figura 12 Micrografia do CP3, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos e em sequida a 685°C por 600 minutos, com aumento de 50 vezes, com a aplicação do método de medida de tamanho médio de grãos

4.7 Dureza

O ensaio de dureza Vickers HV 1, com 1 kgf de força foi realizado em microdurerômetro modelo DuraScan 70® da marca Emco-Test®, para cada CP, tratado termicamente ou não, foram realizados 21 pontos em cada amostra, nas regiões indicadas pela Figura 13, a localização dos pontos visa evidenciar o efeito dos tratamentos térmicos no metal de base, comparando-se os pontos localizados na zona 2, e na zona de mistura, tanto que sofreu efeito dos dois passes de soldagem quanto de apenas um. A separação da zona 2 em área A, com 6 pontos, e a zona 1 em áreas, B, C, D, E e F com 3 pontos cada, gerará dados suficientes para analisar a dureza das amostras soldadas de forma precisa.

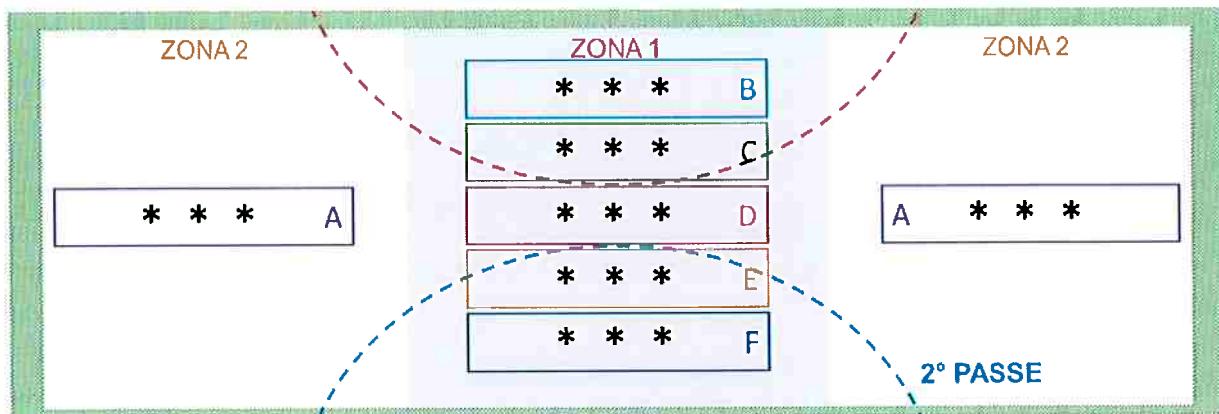


Figura 13 Determinação de pontos para realização de teste de dureza Vickers

5 Resultados e Discussões

5.1 Metalografia com Nital 2%

As amostras tratadas com Nital 2% foram observadas inicialmente na lupa, gerando macroscopia, para observação das zonas da amostra.

5.1.1 Macroscopia

Para analisar a microestrutura das amostras soldadas e verificar o efeito dos tratamentos térmicos nelas foi aplicado Nital 2% até aparecimento da microestrutura, em seguida foram observadas em lupa gerando macrografias que evidenciam as zonas determinadas na Figura 11. As macrográficas estão representadas na Figura 14, CP NT, Figura 15, CP1, Figura 16, CP2, e Figura 17, CP3.

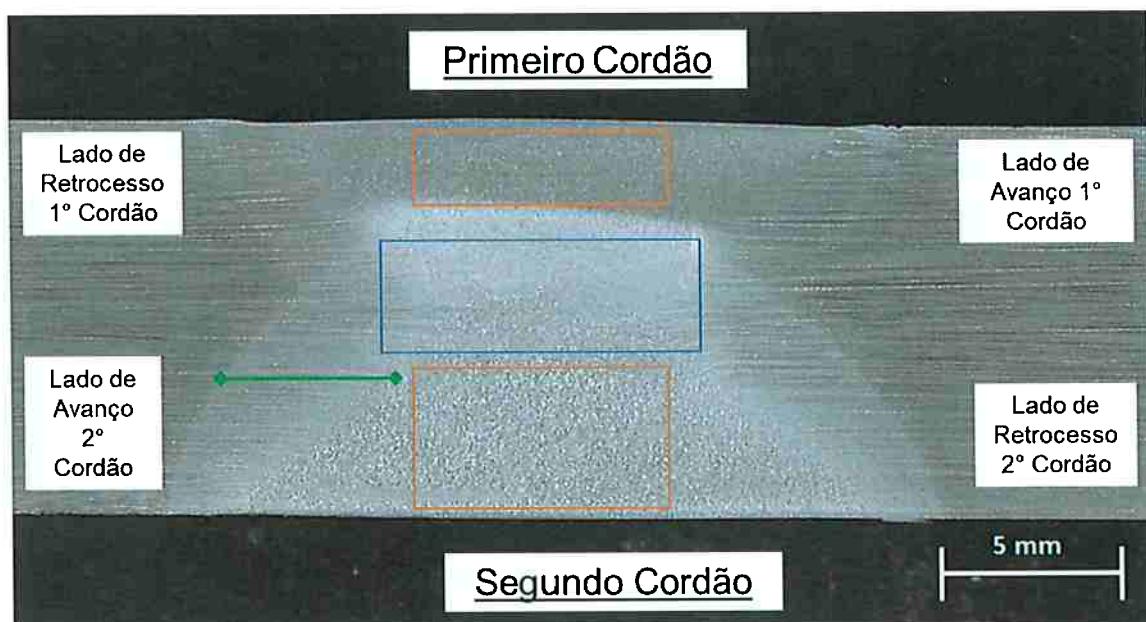


Figura 14 Macrografia do CP NT, amostra soldada não tratada termicamente

A Figura 14 demonstra a ZACD, demarcada pela linha verde, a zona entre cordões, quadrado azul, além dos lados de avanço e retrocesso dos dois cordões. É perceptível a diferença de morfologia superficial entre o metal de base e as zonas afetadas pela soldagem.

A zona de mistura, retângulos laranjas, apresenta grãos refinados, em relação às outras zonas da amostra. Os grãos se tornam reduzidos devido à recristalização dinâmica decorrente da soldagem.



Figura 15 Macrografia de CP 1, amostra soldada tratada termicamente a 1250°C

Na Figura 15 a região entre cordões, retângulo azul, apresenta similaridade com o metal de base, podendo se tratar de uma zona de bandeamento.

Não é possível observar os grãos de tamanho reduzido nas áreas inferior e superior da zona de mistura, apenas na região central. A redução da área de grãos refinados na amostra tratada demonstra o efeito do ciclo térmico de 1250°C.



Figura 16 Macrografia do CP 2, amostra soldada tratada termicamente a 685°C

No CP 2 as regiões observadas no CP NT são mantidas, indicando que não há alterações macroscópicas devido à um tratamento térmico de 685°C.



Figura 17 Macrografia do CP 3, amostra soldada tratada termicamente a 1250°C, seguida de tratamento a 685°C

A partir de observação macrografia já é possível observar que realizando tratamento térmico com temperatura superior a Ac_3 , 1250°C por 600 minutos, a zona afetada pelo calor (ZAC) e a zona afetada pelo calor e deformação (ZACD), fica indistinguível, Figura 15 e Figura 17, sendo que pode ser visivelmente identificada na amostra não tratada ou tratada a temperatura de 685°C por 600 minutos, Figura 14 e Figura 16, a região está identificada por setas grossas em todas as imagens.

É possível verificar o aumento do tamanho dos grãos na zona 2 de amostras tratadas termicamente a 1250°C, comparando a Figura 14 com a Figura 15, tal transformação será mais profundamente discutida na análise das microscopias ópticas.

5.1.2 Microscopia óptica

A análise microestrutural dos efeitos dos ciclos térmicos será realizada em duas regiões, como indicado nas macrografias Figura 18, Figura 21, Figura 24 e Figura 27, para cobertura do maior número de fatores que influenciam as alterações microestruturais, inicialmente será discutido o efeito na chamada área A, Figura 11, metal de base, em seguida será analisado o efeito da soldagem na microestrutura, em uma mesma amostra, comparando áreas A e D, por último será discutido o efeito do tratamento térmico na área D, zona afetada pela soldagem.

Para melhor compreensão das micrografias a separação de regiões analisada em todas as etapas do trabalho foi utilizada também nesta etapa, como apresentado

na Figura 18, para o CP NT, não tratados termicamente, de tal forma que as micrografias apresentadas na Figura 19 e na Figura 20 devem ser observadas tendo em mente sua localização.

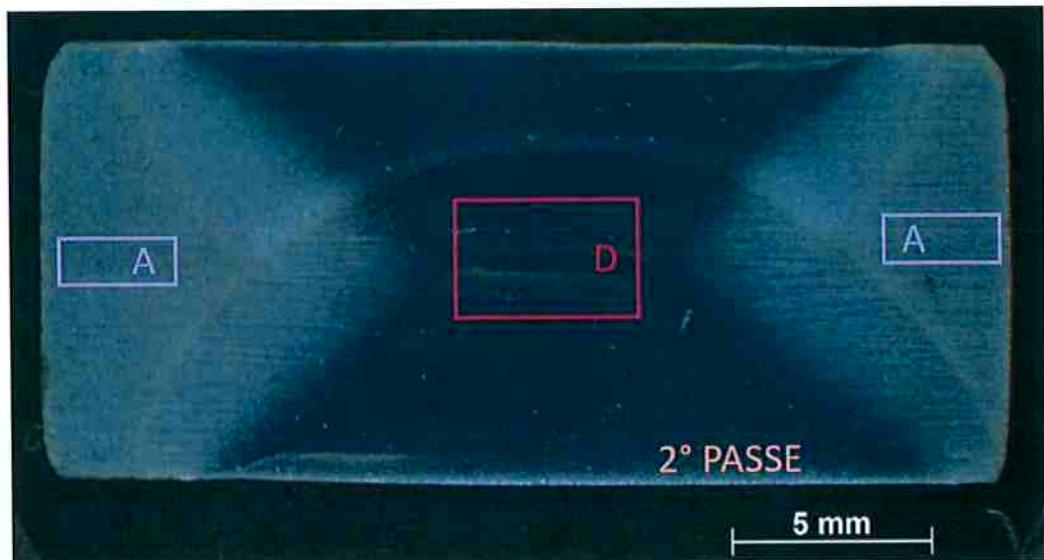


Figura 18 Macrografia do CP NT, não tratado termicamente, com indicação de zonas de estudo, sendo que A representa a zona não afetada pelo calor e deformação, e D compõe a zona de mistura. O lado do segundo passe de soldagem por atrito linear com mistura está indicado na imagem



Figura 19 Microscopia óptica do CP NT, não tratado termicamente, área A, metal de base, composta por martensita. Reagente:Nital 2%. Aumento de 500x

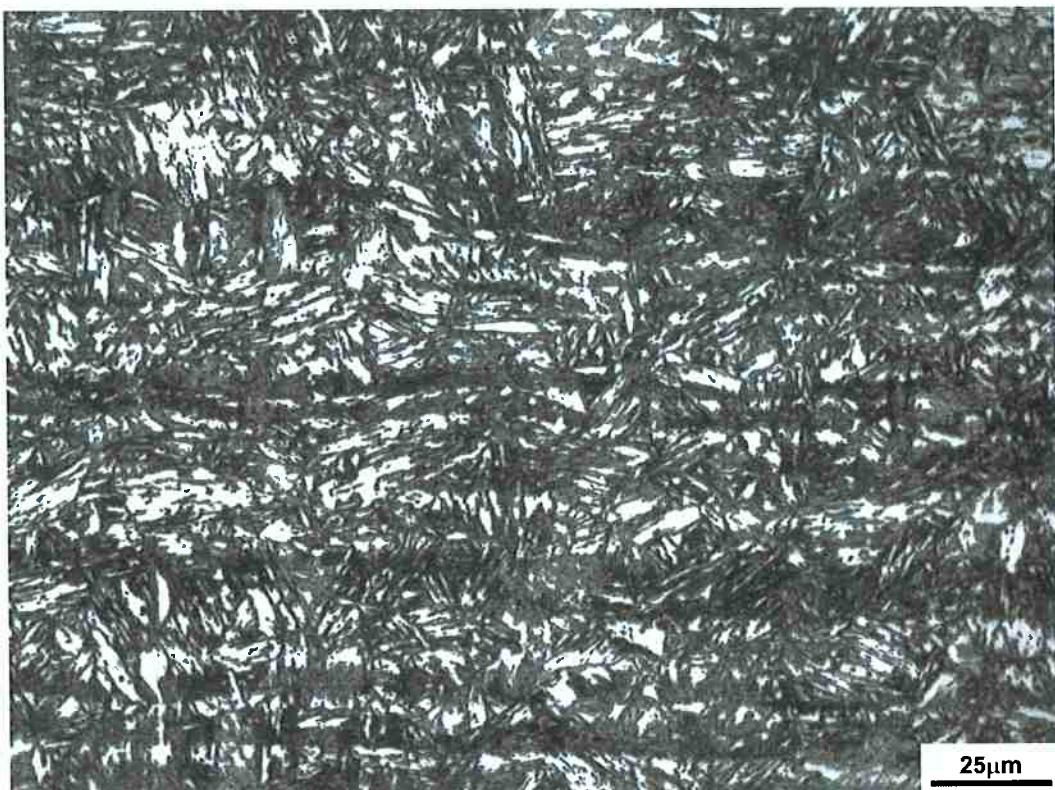


Figura 20 Microscopia óptica do CP NT, não tratado termicamente, área D (área central da zona de mistura). Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x

Analizando a Figura 19, correspondente ao CP NT, não tratado termicamente, é possível supor que as regiões mais claras correspondem a microestrutura bainítica, e que os pacotes, indicados pelas setas vermelhas, poderiam se tratar de regiões martensíticas.

A separação entre microestruturas na área D se trata de um bandeamento na região entre cordões, indicando que a região não se trata da ZACD.

Analizando a microestrutura em uma mesma amostra, não tratada termicamente, percebe-se que a zona afetada pelo calor e deformação, Figura 20, se difere do metal de base, Figura 19, principalmente no tamanho dos grãos, o que pode ser verificado também nas macrografias realizadas, sessão 5.1.1 Macroscopia, a soldagem por atrito linear com mistura gera um efeito mecânico devido a deformação plástica do material durante a soldagem.

A Figura 21 indica a separação de áreas para análise do CP1, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos, de tal forma que as micrografias apresentadas na Figura 22 e na Figura 23 devem ser observadas tendo em mente sua localização.

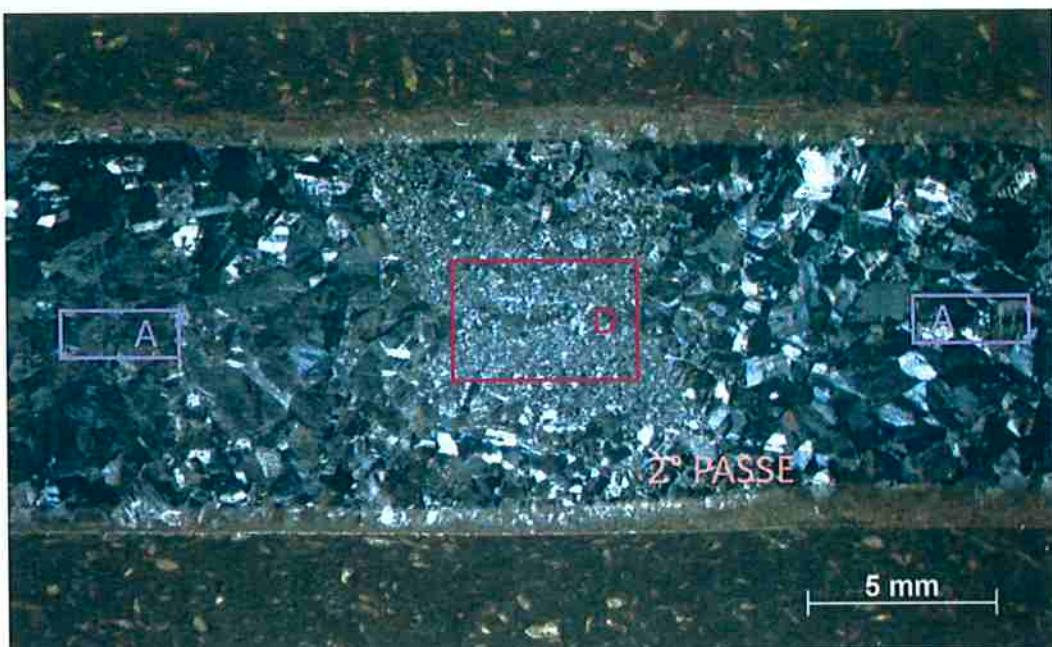


Figura 21 Macrografia do CP 1, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos, com indicação de zonas de estudo, sendo que A representa a zona não afetada termomecanicamente, e D compõe a zona de mistura. O lado do segundo passe de soldagem por atrito linear com mistura está indicado na imagem



Figura 22 Microscopia óptica do CP 1, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos, área A, metal de base. Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x

Comparando-se a Figura 19, CP NT, com a Figura 22, CP1, fica bem evidente o aumento do tamanho de grãos devido ao tratamento térmico a 1250°C, a comparação do tamanho dos grãos será retomada na seção 5.2 Tamanho de grão, com as medições realizadas de acordo com a norma ASTM.

No metal de base do CP 1 verifica-se a presença de martensita, que permanece mesmo com o tratamento acima da temperatura de austenitização. A presença de martensita na amostra se dá devido ao resfriamento em água pós tratamento térmico.



Figura 23 Microscopia óptica do CP 1, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos, área D (área central da zona de mistura). Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x

Na área D, zona de mistura, o aumento do tamanho dos grãos ocorre com o tratamento térmico acima da Ac_3 , fato evidenciado pela comparação entre Figura 20, CP NT, e Figura 23, CP1, da mesma forma que no metal de base.

Não é possível verificar o bandeamento observado no CP NT no CP 1, indicando que o tratamento a 1250°C promove a difusão no metal e uniformiza a microestrutura. A ausência de bandeamento é observada também no metal de base tratado.

A Figura 24 representa a separação de áreas de estudo do CP 2, tratado termicamente a 685°C por 600 minutos, da mesma forma das amostras anteriores, de tal forma que as micrografias apresentadas na Figura 25, e Figura 26 devem ser observadas tendo em mente sua localização.

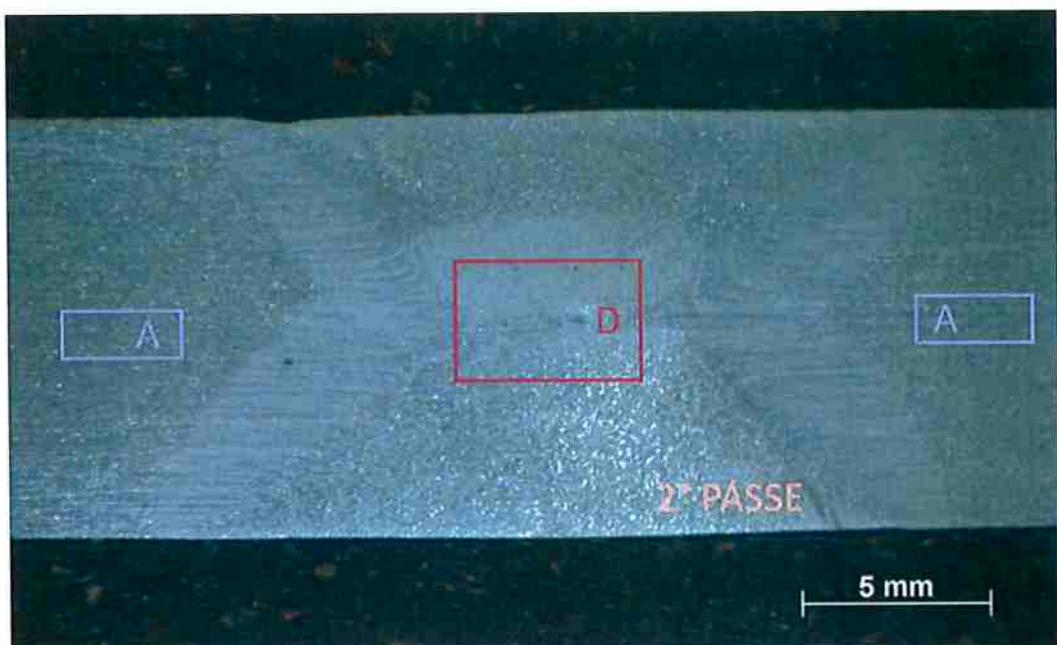


Figura 24 Macrografia do CP 2, tratado termicamente a 685°C por 600 minutos, com indicação de zonas de estudo, sendo que A representa o metal de base, e D compõe a zona de mistura. O lado do segundo passe de soldagem por atrito linear com mistura está indicado na imagem



Figura 25 Microscopia óptica do CP 2, tratado termicamente a 685°C por 600 minutos, área A, metal de base. Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x

É evidente na Figura 25 a manutenção do bandeamento, indicando que o tratamento de 685°C não é suficiente para promover a difusão no material, provavelmente devido à presença de níquel, que dificulta o processo.

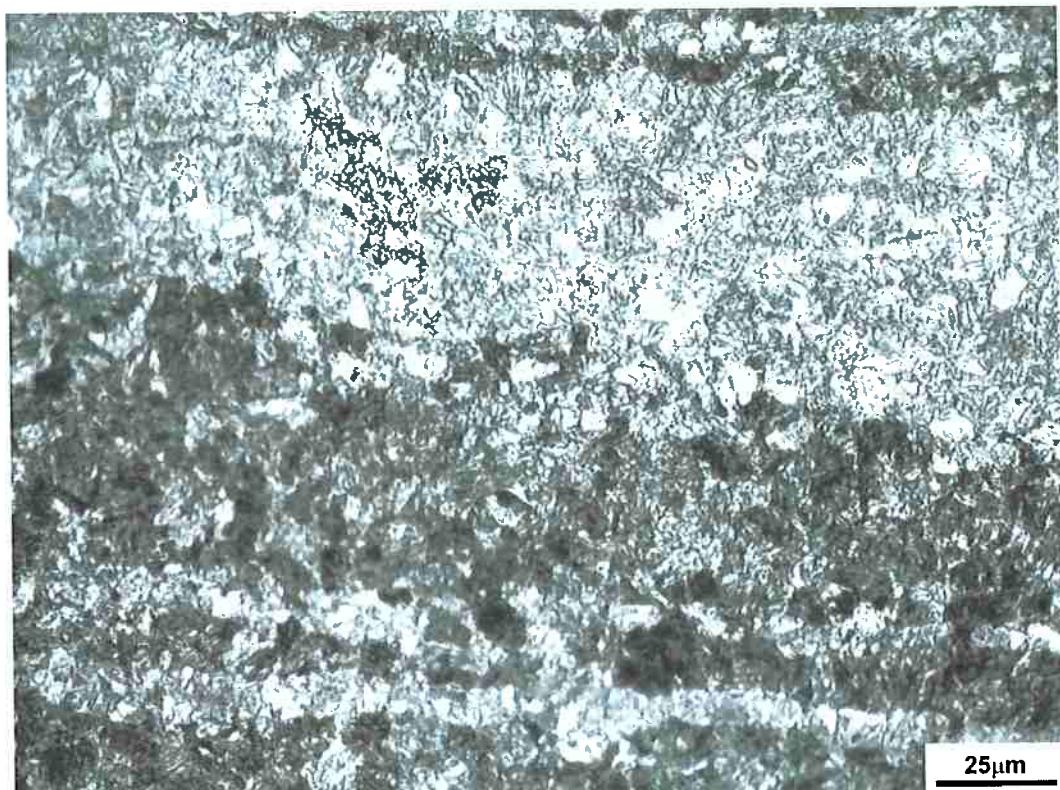


Figura 26 Microscopia óptica do CP 2, tratado termicamente a 685°C por 600 minutos, área D (área central da zona de mistura). Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x

A zona central da amostra, área D, no CP 2 permanece com a estrutura grosseira apresentada no CP NT, além do bandeamento, indicando mesmo processo da área A.

A Figura 27 indica a separação em áreas para o CP 3, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos e em seguida a 685°C por 600minutos, de tal forma que as micrografias apresentadas na Figura 28, e na Figura 29 devem ser observadas tendo em mente sua localização.

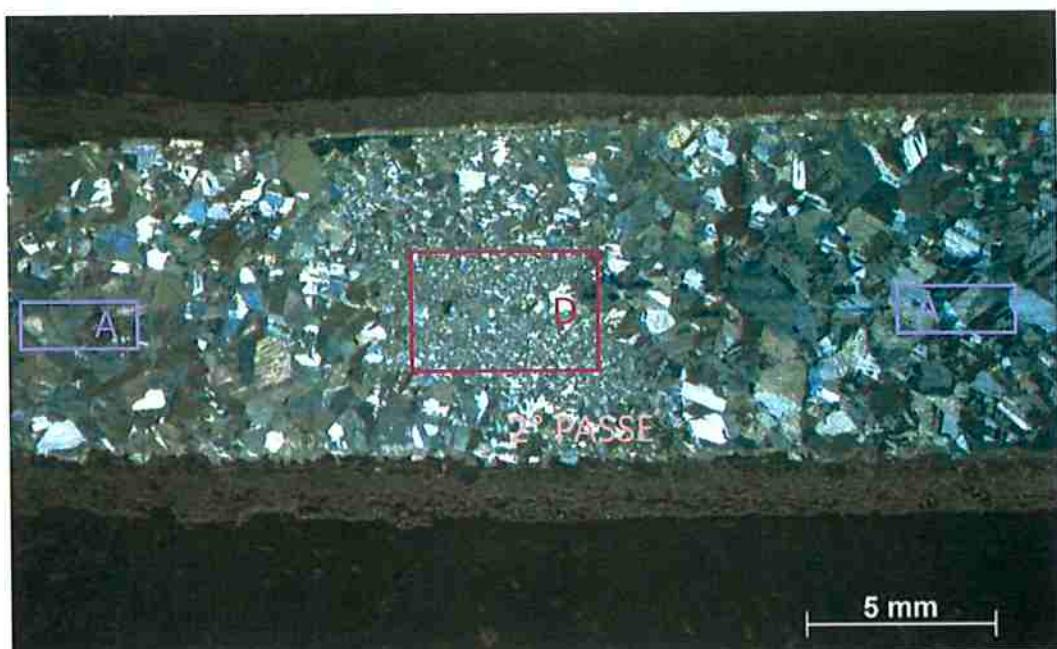


Figura 27 Macrografia do CP 3, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos seguido de tratamento a 685°C por 600 minutos, com indicação de zonas de estudo, sendo que A representa a zona não afetada termomecanicamente, e D compõe a zona de mistura. O lado do segundo passe de soldagem por atrito linear com mistura está indicado na imagem



Figura 28 Microscopia óptica do CP 3, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos seguido de tratamento a 685°C por 600 minutos, área A, metal de base. Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x

Para verificar o efeito da sobreposição de tratamentos térmicos observa-se a Figura 28, 1250°C, CP3, 1250°C seguido de 685°C, nesta análise percebe-se a redução do tamanho de grão, o que concorda com o estudo a priori, mas não com a aplicação do tratamento de 685°C em uma amostra não tratada anteriormente. Possivelmente esse efeito de um segundo tratamento funciona como um alívio de tensão do tratamento anterior, gerando efeitos diferentes.

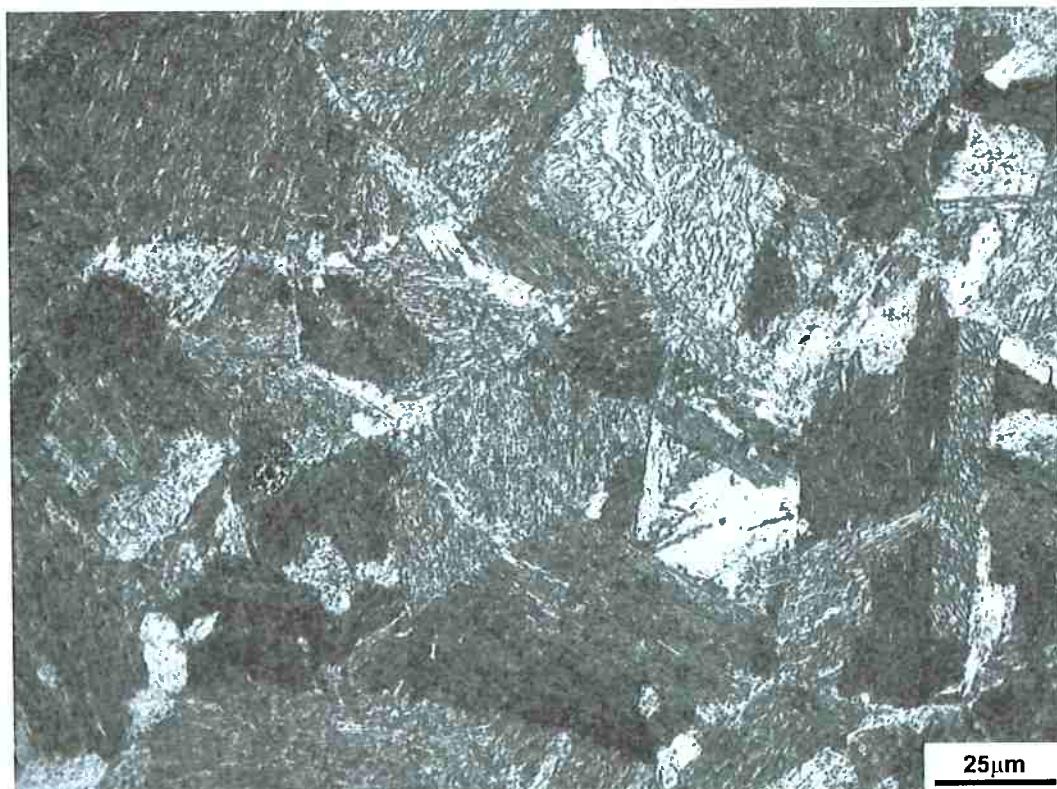


Figura 29 Microscopia óptica do CP 3, tratado termicamente a 1250°C por 600 minutos seguido de tratamento a 685°C por 600 minutos, área D (área central da zona de mistura). Reagente: Nital 2%. Aumento de 500x

A redução do tamanho de grão devido ao segundo ciclo térmico, 685°C em uma amostra já tratada a 1250°C, Figura 29, é verificada também para a área D.

Assim como para o CP 1, no CP 3 não é verificado o bandeamento presente no CP NT e no CP 2, demonstrando mesma justificativa do CP 1, o tratamento de 1250°C promove a difusão necessária para eliminar o efeito.

5.1.3 Determinação de zonas a serem analisadas

Ao analisar a borda das amostras, de Figura 15 a Figura 17, observou-se a região oxidada nas bordas das amostras.

A região oxidada microestrutura observada na Figura 30, na qual percebe-se que esta é agravada de fora para dentro da amostra, ou da esquerda para direita da figura. O observado para o CP3 pode ser estendido para os demais CPs tratados termicamente, CP1 e CP2.

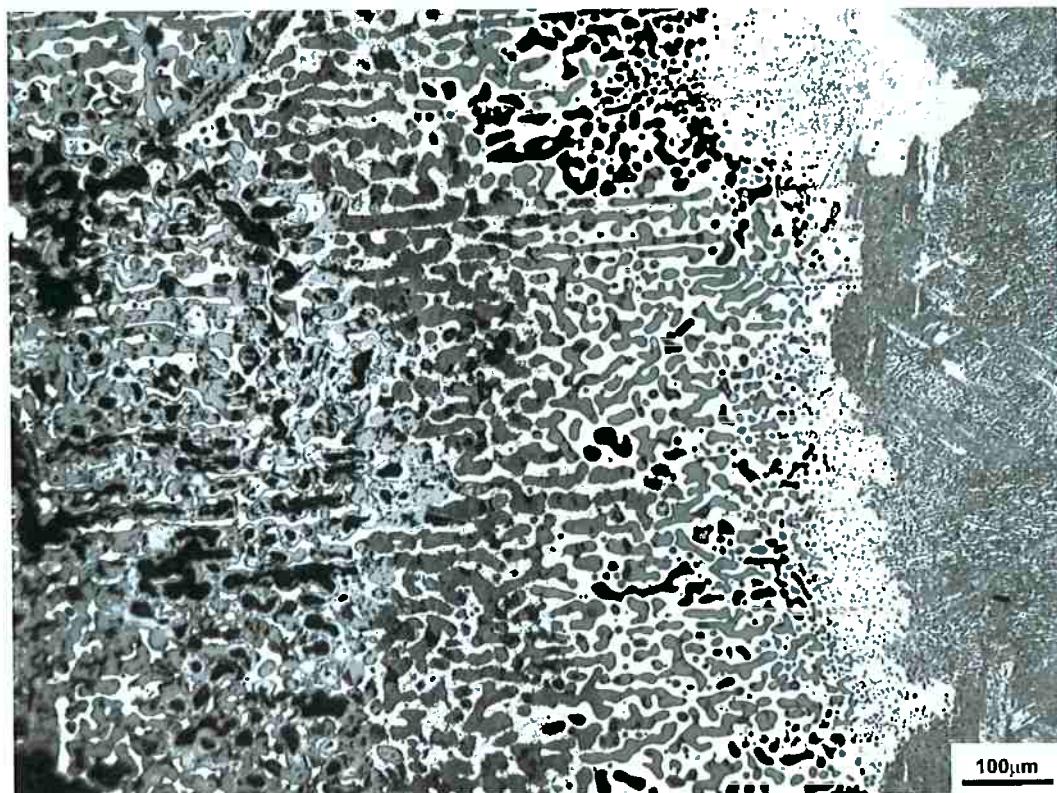


Figura 30 Microscopia óptica do CP3, tratada com reagente Nital 2%, na região da borda, sendo que da esquerda para direita da figura se trata da borda para o centro da amostra

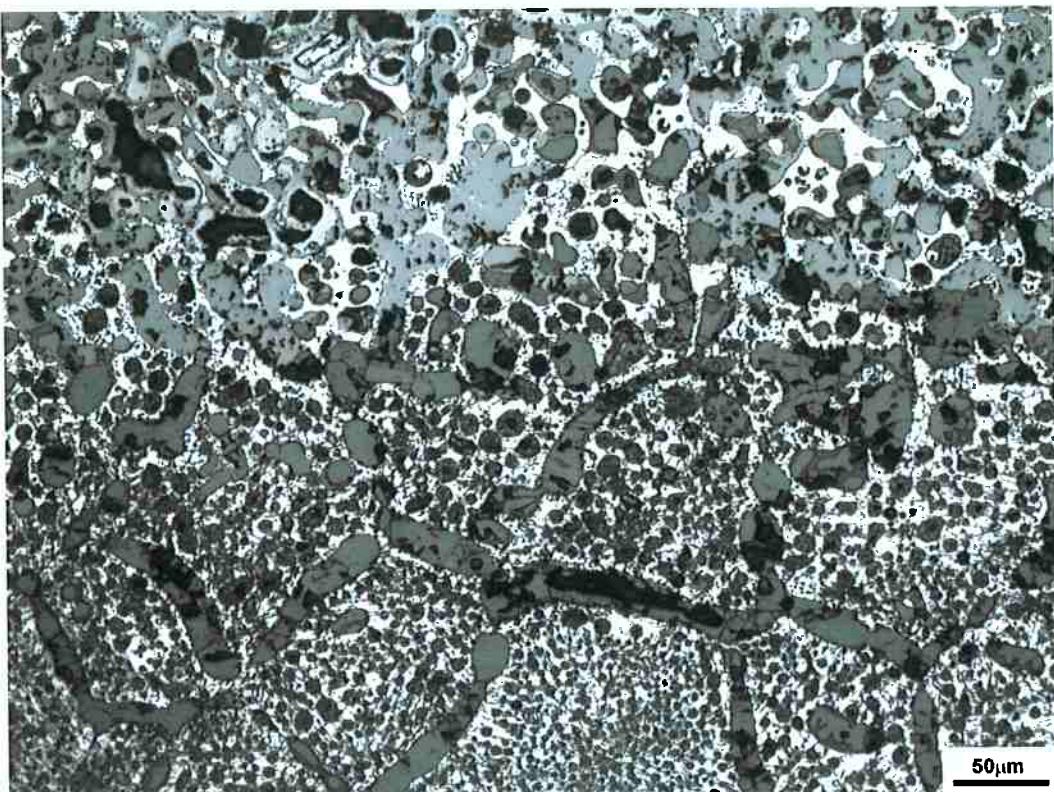


Figura 31 Microscopia do CP3, Nital 2% e aumento de 200x, evidenciando a alteração da microestrutura, predominante através dos contornos de grão

A região branca na Figura 31 se trata de ferrita, demonstrando a descarbonetização que ocorre durante a oxidação da amostra. A descarbonetização se dá devido à maior afinidade do ferro com o oxigênio, retirando o carbono da austenita e promovendo a transformação em ferrita.

Para efeito de análise, a zona que sofreu oxidação, região das bordas, será desconsiderada neste trabalho, sendo que esta microestrutura formada não interessa a este trabalho e interferiria de forma prejudicial nos resultados obtidos, prejudicando o andamento do estudo proposto.

5.2 Tamanho de grão

Os valores de média de tamanho de grão encontrados através do método ASTM estão descritos na Tabela 8, separados por área A e área D, de acordo com as análises anteriores.

Ao realizar as análises para as amostras CP NT e CP2 foi encontrada grande dificuldade em identificar os contornos de grão, mesmo utilizando aumento de 500 vezes, tal dificuldade é visível nas micrografias apresentadas acima, desta forma, os

dados apresentados para estes cps devem ser vistos com ressalvas, sendo que outro método, como o EBSD, seria mais indicado para a realização desta análise.

Tabela 8 Resultados dos cálculos de tamanho médio de grão de acordo com a norma ASTM [14]

	A	D
CP	TG (μm)	TG (μm)
CP NT	15,178	22,391
CP1	206,303	159,480
CP2	8,723	22,196
CP3	167,834	134,704

O aumento do tamanho de grão de D para A nas amostras CP NT, 48%, e CP2, 154%, não condiz com o esperado na análise das microscopias e macroscopias, em todas as imagens, aparentemente, os grãos possuíam tamanho reduzido na região afetada pelo calor e deformação. Como houve grande dificuldade em identificar os contornos de grão para estas amostras esse resultado será tido como imprecisão de método de estudo.

A não alteração entre as áreas A e D poderia ser encontrada devido ao estudo ter sido realizado na zona entre cordões, que apresenta estrutura mais grosseira que no restante da zona de mistura. O refinamento de grãos observado nas macroscopias seria observado na análise de tamanho de grãos caso as áreas estudadas fossem deslocadas do centro da amostra.

No caso das amostras tratadas termicamente a 1250°C por 600 minutos, CP 1 e CP 3, não houve dificuldade em identificar os contornos de grão e sua intersecção com o círculo utilizado para a análise. Os resultados de relação entre as áreas A e D indicam a redução do tamanho dos grãos, 23% para o CP1 e 20% para o CP3, o que era esperado com base nas macro e microscopias.

Analizando o efeito dos tratamentos térmicos no tamanho dos grãos percebe-se grande aumento com a aplicação de tratamento a 1250°C, CP1 apresenta 1259% de aumento em relação ao CP NT, para a área A, metal de base. Também se nota redução do tamanho de grão com a aplicação do tratamento térmico de 685°C, em todos os casos, redução de 43% do CP2 em relação ao CP NT e de 19% do CP3 em relação ao CP1, para o metal de base.

As alterações microestruturais foram menores na área D, zona de mistura, sendo que o aumento dos grãos do CP1 em relação ao CP NT foi de 612%, metade do aumento no metal de base, e a redução do CP2 em relação ao CP NT foi de 1%, quase insignificante. A redução do tamanho de grão entre o CP3 e o CP1 foi de 16% na zona de mistura, próxima ao valor encontrado na relação dos metais de base, mas ainda sim inferior, como os demais CPs.

5.3 Dureza

Como determinado na seção 5.1.3 Determinação de zonas a serem analisadas, acima, a zona da borda foi excluída da análise de dureza, que foi realizada nos pontos determinados, representados pela Figura 13.

Os resultados do teste de dureza realizado podem ser observados na Tabela 9, CP NT, Tabela 10, CP1, Tabela 11, CP2, e Tabela 12, CP3, assim como seus desvios padrão.

O mapeamento real dos pontos de dureza pode ser observado no Apêndice, localizado na página nº 60.

Tabela 9 Resultados do teste de dureza realizado no CP NT, segregado nas áreas determinadas na Figura 13, assim como as médias por área

CP NT			
Área	Dureza (HV)	Média (HV)	DesvPad
A	236		
	236		
	243		
	245		
	242		
	246		
Média =		241	4
B	266		
	268		
	263		
	Média =	266	2
C	373		
	376		
	373		
	Média =	374	2
D	349		
	356		
	355		
	Média =	353	4
E	357		
	348		
	357		
	Média =	354	5
F	348		
	353		
	345		
	Média =	347	4

Analizando a Tabela 9, correspondente ao CP não tratado termicamente é possível perceber que as áreas correspondentes ao centro da amostra, zona de mistura, C, D, E e F, possuem maior dureza que a área não afetada, A, esse comportamento se torna explícito ao observar o gráfico representativo dos resultados, Figura 32, no qual a linha pontilhada indica o valor padrão, metal de base.

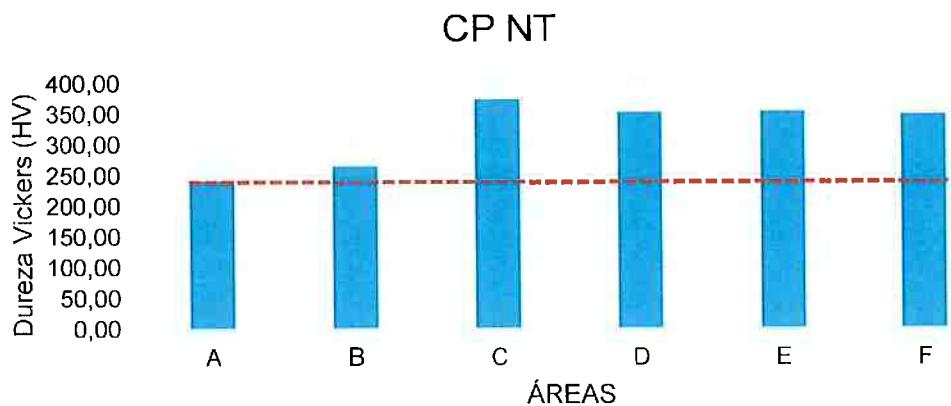


Figura 32 Gráfico representativo dos resultados de dureza vickers para o CP NT, não tratados termicamente. A linha pontilhada indica o valor referência, metal de base.

Os resultados do teste de dureza para o CP 1, tratamento térmico de 1250°C por 600 minutos; CP 2, tratamento térmico de 685°C por 600 minutos e do CP3, tratamento térmico de 1250°C por 600 minutos seguido de tratamento térmico de 685°C por 600 minutos, estão apresentados na Tabela 10, Tabela 11 e Tabela 12, respectivamente. Para melhor compreensão dos dados, assim como o realizado para o CP NT, os dados estão representados nos gráficos da Figura 33, Figura 34 e Figura 35.

Tabela 10 Resultados do teste de dureza realizado no CP1, segregado nas áreas determinadas na Figura 13, assim como as médias por área

CP1 - 1250°C/600min			
Área	Dureza (HV)	Média (HV)	DesvPad
A	288		
	283		
	283		
	295		
	283		
	280		
Média =		285	5
B	285		
	288		
	271		
Média =		281	9
C	289		
	293		
	280		
Média =		287	7
D	302		
	296		
	289		
Média =		296	7
E	290		
	305		
	297		
Média =		297	8
F	299		
	295		
	291		
Média =		295	4

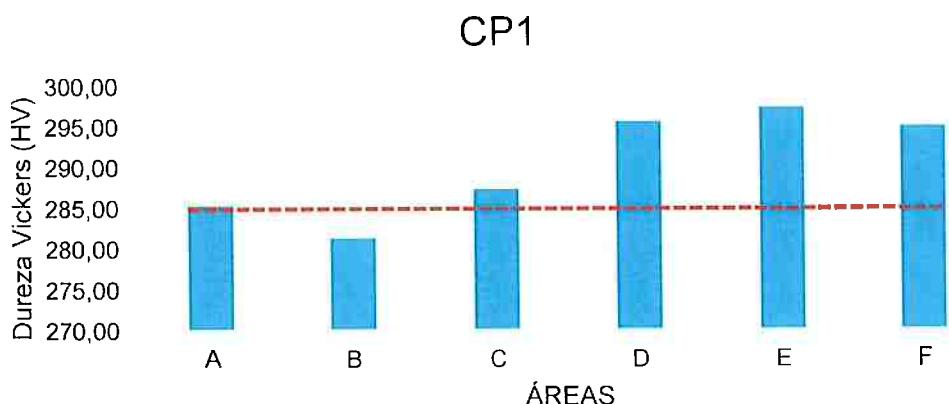


Figura 33 Gráfico representativo dos resultados de dureza vickers para o CP 1, tratamento térmico de 1250°C por 600 minutos. A linha pontilhada indica o valor referência, metal de base.

A princípio é possível verificar que a dureza na zona de mistura, áreas D, é superior que na área não afetada pela soldagem, área A, o que permanece com a aplicação do tratamento térmico de 1250°C. Assim como no CP NT, as áreas E e F, localizadas no segundo cordão, apresentam dureza superior às áreas B e C, localizadas no primeiro cordão.

Tabela 11 Resultados do teste de dureza realizado no CP2, segregado nas áreas determinadas na Figura 13, assim como as médias por área

CP2 - 685°C/600min			
Área	Dureza (HV)	Média (HV)	DesvPad
A	343		
	348		
	353		
	335		
	338		
	362		
Média =		347	10
B	338		
	373		
	338		
Média =		350	20
C	363		
	373		
	369		
Média =		368	5
D	333		
	352		
	356		
Média =		347	12
E	346		
	352		
	362		
Média =		353	8
F	347		
	341		
	354		
Média =		347	7

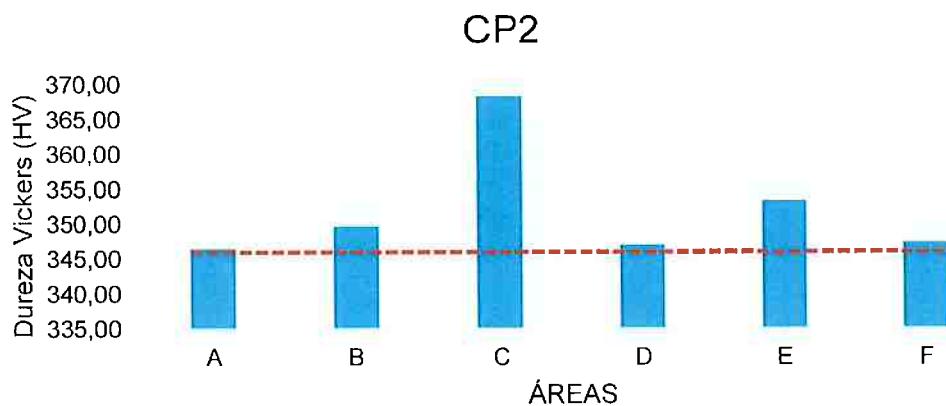


Figura 34 Gráfico representativo dos resultados de dureza vickers para o CP 2, tratamento térmico de 685°C por 600 minutos. A linha pontilhada indica o valor referência, metal de base.

Ao observar os resultados do CP2, tratado termicamente a 685°C por 600 minutos, percebe-se aumento da dureza no metal de base e na área B, provavelmente mais afastada da zona de mistura, no caso da zona de mistura, em relação ao CP NT, a alteração não é significativa. Os resultados de dureza ao longo das áreas parecem possuir menor variação, o que será discutido a fundo na Tabela 13.

Analizando o efeito de um ciclo térmico de 685°C, Tabela 13, CP NT e CP2, na área A, correspondente ao metal de base, confirma-se o discutido na seção 2.2.3 Efeitos dos tratamentos térmicos nas propriedades mecânicas, ou seja, aumento da dureza devido a aplicação de um ciclo térmico entre Ac_1 e Ac_3 .

O aumento encontrado na dureza está, possivelmente, relacionado à redução da quantidade de austenita retida, além da redução do tamanho dos grãos, como comprovado na Tabela 8 [12].

Tabela 12 Resultados do teste de dureza realizado no CP3, segregado nas áreas determinadas na Figura 13, assim como as médias por área

CP3 - 1250°C/600min + 685°C/600min			
Área	Dureza (HV)	Média (HV)	DesvPad
A	252		
	269		
	260		
	273		
	285		
	281		
Média =		270	12
B	253		
	261		
	252		
Média =		255	5
C	259		
	255		
	263		
Média =		259	4
D	290		
	265		
	255		
Média =		270	18
E	256		
	257		
	257		
Média =		257	1
F	244		
	249		
	254		
Média =		249	5

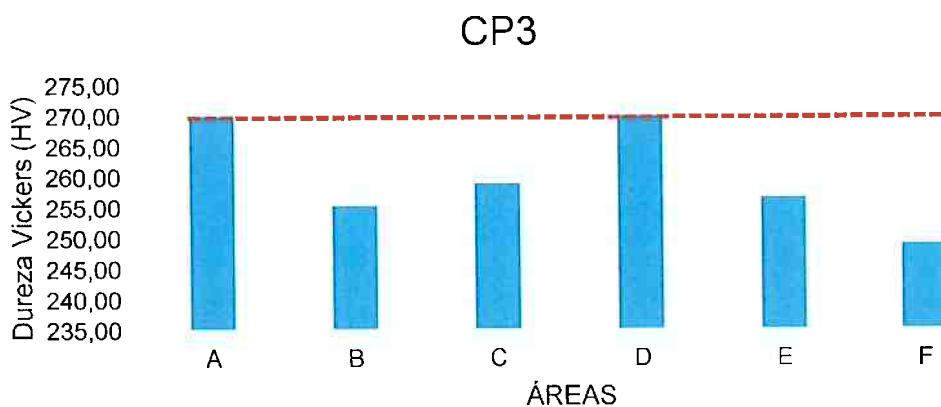


Figura 35 Gráfico representativo dos resultados de dureza vickers para o CP 3, tratamento térmico de 1250°C por 600 minutos seguido de tratamento térmico de 685°C por 600 minutos. A linha pontilhada indica o valor referência, metal de base.

Observado a Tabela 13 no quesito desvio padrão dos resultados de dureza ao longo das áreas determinadas é possível perceber uma redução do desvio entre a média das durezas de todas as áreas para as amostras tratadas termicamente, CP1, CP2, e CP3 em relação à amostra não tratada, CP NT, o que possivelmente indica que amostras tratadas termicamente apresentam valores de dureza com menor variação, mesmo ao longo de áreas afetadas pela soldagem.

A aplicação de tratamentos térmicos de 1250°C reduz a dureza em torno de 15% na zona afetada pelo calor e deformação e na zona de mistura, 16% para a área D, relacionando o CP NT com o CP1. Uma nova aplicação de tratamento térmico, a 685°C volta a reduzir a dureza ao longo da junta soldada, com uma redução de em torno de 5% na zona de mistura, área D, do CP3 em relação ao CP NT.

Tabela 13 Análise comparativa dos Resultados de dureza (HV) devido aos tratamentos térmicos realizados no CP1, CP2 e CP3

CP	TT	Área						Média	DV
		A	B	C	D	E	F		
NT	-	241,33	265,67	374,00	353,33	354,00	348,67	322,83	17,0%
1	1250	285,33	281,33	287,33	295,67	297,33	295,00	290,33	2,3%
2	685	346,50	349,67	368,33	347,00	353,33	347,33	352,03	2,4%
3	1250 + 685	270,00	255,33	259,00	270,00	256,67	249,00	260,00	3,2%

Para estudar de forma precisa a aplicação de um segundo tratamento a amostra analisou-se os resultados do CP3, 1250°C seguido de 685°C, com base no resultado obtidos para o CP1, 1250°C, Tabela 14.

Tabela 14 Análise comparativa dos resultados de dureza (HV1) devido aos tratamentos térmicos realizados no CP1 e CP3

	TT	Dureza (HV)						Média	CP3/CP1-1
		°C	A	B	C	D	E		
1	1250	285,33	281,33	287,33	295,67	297,33	295,00	290,33	
3	1250 + 685	270,00	255,33	259,00	270,00	256,67	249,00	260,00	-10,4%

O resultado encontrado através da comparação entre o CP1 e ao CP3 não condiz com o esperado, encontrado no trabalho de iniciação científica, indicando uma ligeira redução na dureza devido ao segundo tratamento térmico. [12]

A norma para a utilização do material indica que a dureza máxima deve ser de 250HV, o que torna a amostra não tratada, CP NT, inadequada para a utilização, assim como os tratados [4].

O tratamento térmico realizado no CP 3 seria indicado para permitir a utilização da soldagem por atrito linear com mistura, devido à proximidade com a norma e a redução da divergência entre as durezas encontradas em todas as zonas da amostra.

6 Conclusões

Com base nos materiais e métodos utilizados, pode-se concluir que:

1. Ciclos térmicos de temperaturas superiores à Ac_3 , no caso estudado à 1250°C, aumentam o tamanho dos grãos, 1259%, para o metal de base, e aumentam a dureza dos materiais, 18% para o metal de base
2. Ciclos térmicos de temperaturas entre Ac_1 e Ac_3 reduzem o tamanho dos grãos, em 43% para o metal de base, e aumentam a dureza do aço, 44% para o metal de base,
3. A composição de tratamentos térmicos, primeiro ciclo de 1250°C seguido de 685°C, promove redução da dureza, em 5% para o metal de base, e redução do tamanho de grão, em 19%, em relação a amostra tratada apenas com 1250°C.
4. A aplicação de tratamentos térmicos de 1250°C reduzem a dureza, em torno de 15%, nas áreas afetadas pelo calor e deformação e na zona de mistura.
5. A aplicação de um segundo ciclo térmico, de 685°C, em uma amostra já tratada termicamente a 1250°C, torna a reduzir a dureza, em torno de 5%, na zona de mistura e zona afetada pelo calor e deformação.
6. A aplicação de tratamentos térmicos de 1250°C e de 685°C promovem redução da variação de dureza ao longo da amostra, entre as zonas de mistura, afetada pelo calor e deformação e metal de base.
7. O tratamento térmico de 1250°C por 600 minutos seguido de tratamento a 685°C por 600 minutos torna a junta soldada mais próxima da norma para o material estudado, sendo indicada para permitir a utilização de soldagem por atrito linear com mistura para aços com 9% de níquel.

7 Proposta para trabalhos futuros

- Melhorias para o trabalho atual:
 - Uso de EBSD para determinação do tamanho de grão
 - Análise mais aprofunda das fases: MA e austenita retida, utilizando difração de raio X ou Klemm I
- Trabalhos futuros
 - Análise da soldagem por atrito linear com mistura
 - Impacto da deformação nas fases e propriedades
 - Estudo dos parâmetros de soldagem (energia) nos resultados
 - Estudo do bandeamento na região entre cordões de soldagem por atrito linear com mistura

8 Referências Bibliográficas

1. MOUNCE, W. S. **Nine per cent nickel – 28 years of reliable service in liquefied natural gas containment Part I The Application of Nine Per Cent Nickel Steel For Cryogenic Equipment**, 1989.
2. INCO. **Low Temperature Properties of Nickel Alloy Steels** The International Nickel Company, INC, , 1975.
3. AVERY, R. E.; PARSONS, D. Welding Stainless and 9% Nickel Steel Cryogenic Vessels. **Welding Journal**, 1995.
4. ASTM. **Standard Specification for Pressure Vessel Plates , Alloy Steel , Quenched and Tempered 8 and 9% Nickel**. [s.l: s.n].
5. YANG, Y. H. et al. Precipitation and stability of reversed austenite in 9Ni steel. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, v. 17, n. 5, p. 587–595, 2010.
6. KIM, J. I.; SYN, C. K.; MORRIS, J. W. Microstructural sources of toughness in QLT-Treated 5.5Ni cryogenic steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 14, n. January, p. 93–103, 1983.
7. TEMPERATURES, L. Standard Specification for Seamless and Welded Steel Pipe for Low-Temperature. p. 1–8, 2010.
8. THARBY, R. H.; HEATH, D. J.; FLANNERY, J. W. **Welding 9% Nickel Steel - A Review of the Current Practices**. [s.l: s.n].
9. SÉFÉRIAN, D. **The Metallurgy of Welding**. London: Chapman and Hall, 1962.
10. ADONYI, Y. Heat-Affected Zone Characterization by physical simulations. **Welding Journal**, n. October, p. 42–47, 2006.
11. NANDAN, R.; DEBROY, T.; BHADESHIA, H. K. D. H. Recent advances in friction-stir welding - Process, weldment structure and properties. **Progress in Materials Science**, v. 53, n. 6, p. 980–1023, 2008.
12. ABRANTES, L. B.; BRANDI, S. D.; SOEIRO, J. C. **Evolução da dureza em função dos ciclos térmicos de soldagem no aço com 9 % de níquel**. [s.l.] Universidade de São Paulo, 2016.
13. COLPAERT, H. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns**. 4^a ed. São Paulo: Blucher, 2008.
14. ASTM. ASTM E112-13: Standard test methods for determining average grain size. **ASTM International**, p. 1–28, 2013.

APÊNDICE

I. Pontos reais analisados

A representação real dos pontos de dureza pode ser observada na **CP NT**, **CP1**, **CP2**, e **CP3**.

Os desvios observados em relação ao padrão, Figura 13, se devem a geometria da amostra soldada, o que pode ser observado relacionando as macrografias com os gráficos gerados, de forma a garantir que os pontos estivessem nas zonas apropriadas, como exemplo pode-se comparar o caso do CP3, que possui deslocamento horizontal da área B, Figura 17 e **CP3**.

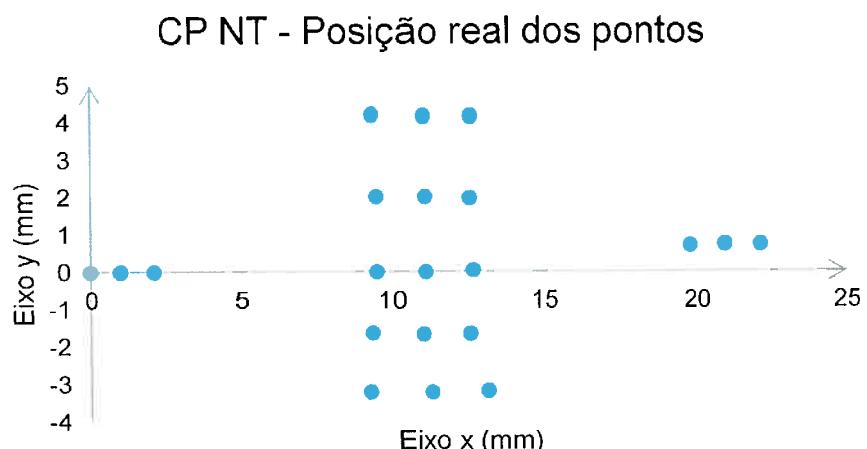


Figura 36 Gráfico representativo dos pontos de análise de dureza reais, gerados pelo micro-durômetro modelo DuraScan 70 da marca Emco-Test, para o CP NT

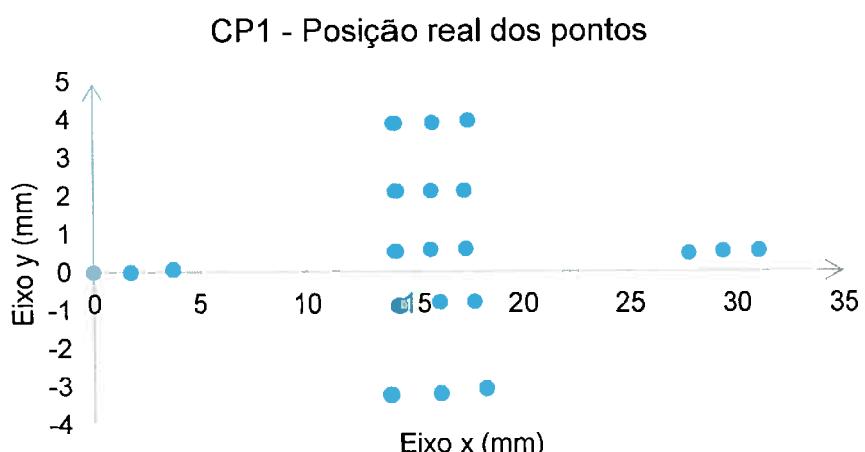


Figura 37 Gráfico representativo dos pontos de análise de dureza reais, gerados pelo micro-durômetro modelo DuraScan 70 da marca Emco-Test, para o CP1

CP2 - Posição real dos pontos

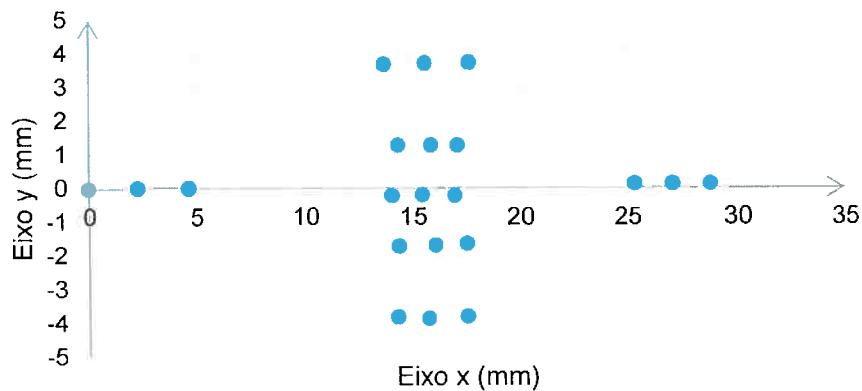


Figura 38 Gráfico representativo dos pontos de análise de dureza reais, gerados pelo micro-durômetro modelo DuraScan 70 da marca Emco-Test, para o CP2

CP3 - Posição real dos pontos

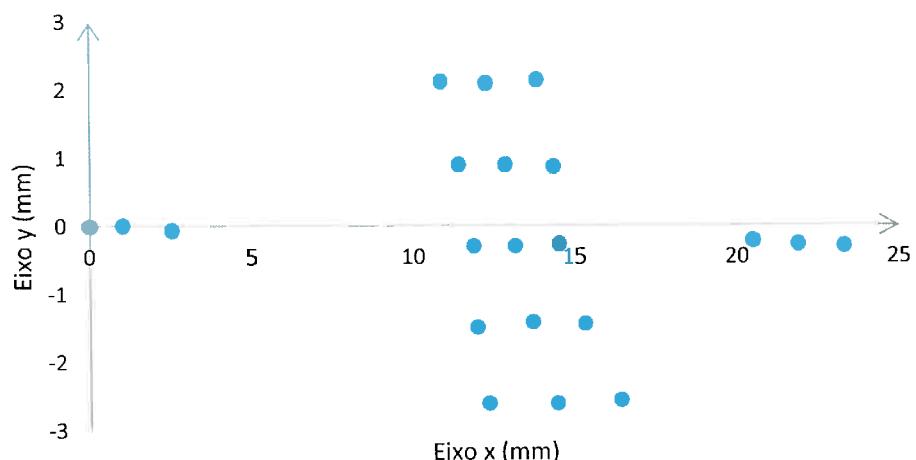


Figura 39 Gráfico representativo dos pontos de análise de dureza reais, gerados pelo micro-durômetro modelo DuraScan 70 da marca Emco-Test, para o CP3