

EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS DE NORMALIZAÇÃO E DE  
SOLUBILIZAÇÃO NA MICROESTRUTURA DE UMA JUNTA  
DISSIMILAR SOLDADA ENTRE O AÇO API 5L X-52 E INCONEL 625

**JEFFERSON PINTO SOARES**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE – UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ

AGOSTO - 2016

EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS DE NORMALIZAÇÃO E DE  
SOLUBILIZAÇÃO NA MICROESTRUTURA DE UMA JUNTA  
DISSIMILAR SOLDADA ENTRE O AÇO API 5L X-52 E INCONEL 625

**JEFFERSON PINTO SOARES**

"Dissertação de Mestrado submetida ao corpo docente do Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciências dos Materiais."

**Orientador: Prof. Ronaldo Pinheiro da Rocha Paranhos**

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ

AGOSTO - 2016

## FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do **CCT / UENF**

**156/2016**

Soares, Jefferson Pinto

Efeito dos tratamentos térmicos de normalização e de solubilização na microestrutura de uma junta dissimilar soldada entre o aço API 5L X-52 e Inconel 625 / Jefferson Pinto Soares. – Campos dos Goytacazes, 2016.

viii, 75 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2016.

Orientador: Ronaldo Pinheiro da Rocha Paranhos.

Área de concentração: Metalurgia física.

Bibliografia: f. 70-75.

1. REVESTIMENTO 2. INCONEL 625 3. NORMALIZAÇÃO 4. SOLUBILIZAÇÃO I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados II. Título

CDD 669.69

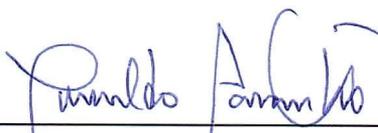
EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS DE NORMALIZAÇÃO E DE  
SOLUBILIZAÇÃO NA MICROESTRUTURA DE UMA JUNTA  
DISSIMILAR SOLDADA ENTRE O AÇO API 5L X-52 E INCONEL 625

**JEFFERSON PINTO SOARES**

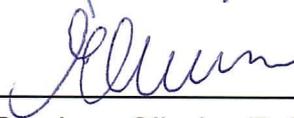
"Dissertação de Mestrado submetida ao corpo docente do Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciências dos Materiais."

Aprovado em 19 de Agosto de 2016

Comissão Examinadora:



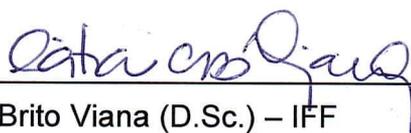
Prof. Ronaldo Pinheiro da Rocha Paranhos (Ph.D.) – UENF



Prof.<sup>a</sup> Elaine Cristina Pereira e Oliveira (D.Sc.) – UENF



Prof.<sup>a</sup> Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova (D.Sc.) – UENF



Prof.<sup>a</sup> Cátia Cristina Brito Viana (D.Sc.) – IFF

“Conheça todas as teorias, domine todas as técnicas, mas ao tocar uma alma humana seja apenas outra alma humana.”

Carl G. Jung

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Geraldo e Neuza, a minhas irmãs e sobrinhos e a toda minha família pelo amor, carinho, incentivo e total apoio para a realização desta etapa em minha formação profissional.

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente a Deus que está sempre presente em todas as minhas trajetórias, fazendo com que meus sonhos sejam realizados, através da oportunidade de concluir esta importante etapa de minha vida.

Aos meus pais Geraldo e Neuza, por todo o estímulo ao aprendizado ao longo de minha vida e pelo exemplo de vida de ambos. As minhas irmãs e sobrinhos, pelas demonstrações de carinho e incentivo. E a toda minha família por todo apoio que me foi dado.

A minha noiva Aline por todo amor, carinho e compreensão durante parte desta jornada em que estivemos juntos.

Ao professor Ronaldo Paranhos pela amizade, oportunidade e orientação recebida ao longo do desenvolvimento do presente trabalho.

A Petrobras pela liberação para a realização deste trabalho. Em especial ao gerente Lincoln Antunes Weinhardt Dalcomuni Ferreira que foi fundamental para o início desta conquista. A toda equipe do PCM/PIPCM e PCM/CM-N-NE que me apoiaram e me deram todo suporte profissional necessário para a conclusão deste projeto.

Aos professores do LAMAV/UENF responsáveis pela minha formação acadêmica.

Ao técnico Sílvio Gonçalves do Laboratório de Metalografia por toda ajuda na preparação das amostras e realização dos ensaios de dureza.

Aos meus amigos pela amizade e incentivo constante.

A todos aqueles que de alguma forma fizeram parte de mais uma etapa da minha vida e que ajudaram, diretamente ou indiretamente, na elaboração deste trabalho.

## SUMÁRIO

<b>ÍNDICE DE FIGURAS</b>	III
<b>ÍNDICE DE TABELAS</b>	VI
<b>RESUMO</b>	VII
<b>ABSTRACT</b>	VIII
<b>CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO</b>	1
1.1 Introdução	1
1.2 Objetivos	3
1.3 Justificativas	4
<b>CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	5
2.1 Revestimentos metálicos	5
2.1.1 Aplicação de revestimentos metálicos	5
2.1.1.1 Cladeamento	5
2.1.1.2 Imersão a quente	6
2.1.1.3 Aspersão térmica (Metalização)	7
2.1.1.4 Eletrodeposição	8
2.1.1.5 Cementação - Difusão	8
2.1.1.6 Redução química	9
2.1.1.7 Revestimento por soldagem	9
2.1.1.7.1 Revestimento por soldagem pelo processo TIG	11
2.2 Revestimento de Inconel 625 em aços alta resistência baixa liga (ARBL)	13
2.2.1 Aços alta resistência baixa liga (ARBL ou HSLA)	13
2.2.2 Superligas de níquel	14
2.2.2.1 Inconel 625	16
2.2.3 Soldagem de metais dissimilares: Inconel 625 sobre ARBL	17
2.2.3.1 Zona de interface	19
2.2.3.2 Zona Fundida	22
2.3 Tratamentos térmicos em juntas dissimilares	24
2.3.1 Tratamentos Térmicos pós soldagem (TTPS)	24
2.3.2 Tratamentos térmicos de alívio de tensões (TTAT)	26

2.3.3 Normalização	26
2.3.4 Solubilização	27
2.3.5 Técnica de amanteigamento com dupla camada	28
<b>CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>30</b>
3.1 Materiais utilizados	30
3.2 Análise metalográfica	32
3.2.1 Microscopia	32
3.2.1.1 Microscopia Ótica (MO)	33
3.2.1.2 Microscopia Confocal	33
3.2.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	33
3.3 Ensaio de dureza	34
<b>CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>35</b>
4.1 Condição como soldada	35
4.1.1 Metal de base	35
4.1.2 Interface MB/Revestimento	38
4.1.3 Revestimento	41
4.2 Material normalizado a 1100°C por 60 min	46
4.2.1 Metal de base	46
4.2.2 Interface MB/Revestimento	48
4.2.3 Revestimento	50
4.3 Material solubilizado à 1030°C por indução	55
4.3.1 Metal de base	55
4.3.2 Interface MB/Revestimento	56
4.3.3 Revestimento	60
4.4 Considerações Finais	63
<b>CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES</b>	<b>68</b>
<b>CAPÍTULO 6: SUGESTÕES</b>	<b>69</b>
<b>CAPÍTULO 7: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>70</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Ilustração do princípio de junção por co-laminação (Maydyanath, 1960).	6
Figura 2. Características da camada formada por aspersão térmica (Mariano <i>et al.</i> , 2007).	7
Figura 3. Comparação entre o cordão de solda desejado no processo convencional (a) e na soldagem de revestimento (b) (Gomes, 2010).	10
Figura 4. Soldagem TIG (Esquemática) (Marques, 2007).	11
Figura 5. Revestimento interno por soldagem TIG, <i>hot wire</i> com deslocamento automatizado (IODS, 2015).	12
Figura 6. Microestrutura de um aço API 5L X-65 (Tóbon <i>et al.</i> , 2014)	14
Figura 7. Classificação do níquel e suas ligas (Oliveira, 2011).	15
Figura 8. ZPD com espessura de 35 $\mu\text{m}$ (Cantarín, 2011).	19
Figura 9. Estruturas do tipo praia (Doody, 1992).	20
Figura 10. ZPD tipo baía (Esquerda) e tipo ilha (Direita) (Silva <i>et al.</i> , 2010).	21
Figura 11. Diagrama qualitativo mostrando a influência da taxa de resfriamento sobre a formação de ZPD (Omar, 1998).	22
Figura 12. Diagrama TTT da superliga Inconel 625 em altas temperaturas (Floreen, 1994).	23
Figura 13. Micrografia do constituinte eutético lamelar $\gamma$ /Laves numa liga Inconel 625 (Cieslak <i>et al.</i> , 1988).	24
Figura 14. Esquema proposto para execução da soldagem dissimilar em dutos revestidos (Kejelin <i>et al.</i> , 2005).	29
Figura 15. Arco retirado da seção transversal do tubo na condição como soldado.	31
Figura 16. Micrografia do MB, na condição como soldado. Microscopia Confocal. Reagente: Nital 2%.	36
Figura 17. Micrografia da ZTA na condição como soldado. Revestimento (Esquerda) ZGG (Indicada a direita). Microscopia Confocal. Reagente: Nital 2%	37
Figura 18. Micrografia apresentando, da direita para a esquerda, o MB, a ZPD e as 1ª e 2ª camadas de revestimento. Microscopia Confocal.	38
Figura 19. Estrutura de ilhas e baías na ZPD. Microscopia Confocal.	39
Figura 20. Análise por EDS dos elementos químicos presentes nos pontos 1 (a) e 2 (b) da ZPD.	40

Figura 21. Micrografia apresentando o metal de base, primeira e segunda camada de revestimento. Microscopia Confocal.	41
Figura 22. Microscopia da primeira camada de revestimento. Microscopia Confocal.	42
Figura 23. Micrografia obtida pelo MEV, com aumento de 3500X. Os pontos 1 e 2 indicam dois precipitados e o 3 a matriz de Inconel 625, onde foram feitas as análises por EDS.	43
Figura 24. Análise feita por EDS nos precipitados indicados pelos pontos 1 e 2 na figura 23. Precipitado 1 apresentado a esquerda (a) e precipitado 2 a direita (b).	44
Figura 25. Análise feita por EDS no ponto 3.	44
Figura 26. Micrografia da última camada de revestimento. Microscopia Confocal. Ataque eletrolítico com ácido oxálico.	45
Figura 27. Microestrutura do MB normalizado 1100°C por 60 minutos. MO: Olympus GX41. Aumento 100X.	47
Figura 28. Interface MB/Revestimento e microestrutura do revestimento normalizado a 1100°C por 60 minutos. Microscopia Confocal.	48
Figura 29. ZPD e microestrutura do revestimento normalizado a 1100°C por 60 minutos. MEV. Aumento: 1400X.	49
Figura 30. Análise feita por EDS na ZPD da amostra normalizada.	50
Figura 31. Precipitados formados nas camadas de revestimento após tratamento térmico. MEV. Aumento: 1400X.	51
Figura 32. Precipitados formados nas camadas de revestimento após tratamento térmico e pontos de análise por EDS. MEV. Aumento: 5400X.	52
Figura 33. Análise por EDS do ponto 1, que se encontra no revestimento.	53
Figura 34. Análise por EDS do ponto 2, que se encontra sob um precipitado.	54
Figura 35. Microestrutura do MB solubilizado a 1030°C por indução. MO: Olympus GX 41. Aumento 500X.	56
Figura 36. Interface MB/Revestimento e microestrutura do MB e revestimento solubilizado. MO: Olympus GX41. Aumento: 200X.	57
Figura 37. ZPD e microestrutura do MB (esquerda) e revestimento após TTPS de solubilização. MEV e pontos de análise por EDS. Aumento: 1400X.	58
Figura 38. Descontinuidade na forma de depressão na ZPD após solubilização. Microscopia Confocal em 3D.	58
Figura 39. Análise feita por EDS na ZPD, ponto 1.	59

Figura 40. Análise feita por EDS na ZPD, ponto 2.	60
Figura 41. Microestrutura predominante da primeira camada do revestimento de Inconel 625. Microscopia Confocal.	61
Figura 42. Microestrutura presente na quarta camada do revestimento de Inconel 625. Microscopia Confocal.	61
Figura 43. Precipitados presentes no revestimento após TTPS de solubilização. MEV. Aumento: 4800X.	62
Figura 44. Análise feita por EDS na ZPD, de um dos precipitados do revestimento.	63
Figura 45. Dureza do metal de base nas três condições estudadas.	64
Figura 46. Dureza da ZPD como soldado e tratada termicamente.	65
Figura 47. Dureza do revestimento como soldado e tratado termicamente.	67

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Composição química do INCONEL 625 (Special Metals, 2006).	17
Tabela 2. Composição química do tubo API 5L Gr X-52 (API 5L, 2014) e do eletrodo ER NiCrMo-3.	30
Tabela 3. Condições de tratamentos térmicos das amostras.	31
Tabela 4. Valores de dureza mínima, máxima e sua média do MB, ZGF e ZGG na condição como soldado.	38
Tabela 5. Valores de dureza da ZPD na condição como soldado.	40
Tabela 6. Valores de dureza mínima, máxima e sua média em cada camada do revestimento como soldado.	46
Tabela 7. Valores de dureza da ZPD após normalização.	50
Tabela 8. Valores de dureza mínima, máxima e sua média em cada camada do revestimento após normalização.	54
Tabela 9. Valores de dureza da ZPD após normalização.	60
Tabela 10. Valores de dureza mínima, máxima e sua média em cada camada do revestimento após solubilização.	63

## RESUMO

O propósito deste trabalho foi realizar o estudo das mudanças causadas na microestrutura de uma tubulação de aço API 5L X-52, revestida internamente por soldagem com Inconel 625, após a execução dos tratamentos térmicos de normalização a 1100°C por 60 minutos com posterior resfriamento ao ar, e de solubilização a 1030°C com aquecimento por indução eletromagnética por 30 segundos e resfriamento em água.

Para a avaliação das modificações geradas pelos tratamentos térmicos na tubulação revestida foram analisadas: a microestrutura das regiões estudadas, através de micrografias, utilizando microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV), a composição química resultante, com a técnica de análise por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e a dureza, aplicando o método Vickers.

Os resultados obtidos mostraram que, na condição como soldado, o metal de base (MB) teve na zona termicamente afetada (ZTA) a formação de zona de grãos grosseiros (ZGG) com dureza média de 234 HV e zona de grãos finos (ZGF) com dureza média de 188 HV. A zona parcialmente diluída (ZPD) se apresentou clara, livre de contornos de grãos, com alto teor de ferro e dureza média de 370 HV. No revestimento, a microestrutura é austenítica com formato dendrítico celular, colunar e equiaxial com formação de carbeto de Nb e indícios da presença da fase secundária de Laves. A dureza média de suas camadas é de 287 HV.

A normalização suprimiu a ZTA, refinou a microestrutura do MB, que obteve dureza de 174 HV; manteve a ZPD com morfologia original, mas reduziu sua dureza em cerca de 15%; desenvolveu no revestimento uma estrutura granular com indício da dissolução da fase secundária de Laves e redução, de 26% em média, de sua dureza. A solubilização também eliminou a ZTA do MB que apresentou dureza de 166 HV, conservou a morfologia e microestrutura da ZPD que teve sua dureza reduzida em cerca de 30%, preservou a microestrutura e precipitados do revestimento Inconel e promoveu a redução da dureza em cerca de 20%.

Os tratamentos térmicos de normalização e de solubilização foram considerados benéficos à microestrutura do revestimento e possibilitaram seu enquadramento na norma NACE MR0175/2003, que estabelece dureza máxima de 250HV.

Palavras chave: Revestimento, Inconel 625, Normalização, Solubilização.

## ABSTRACT

The purpose of this work was to study the changes caused in the microstructure of an API 5L X-52 steel pipe, internally clad by welding with Inconel 625, after the execution of two heat treatments: normalizing at 1100°C for 60 minutes with subsequent air cooling, and solubilization at 1030°C with heating by electromagnetic induction for 30 seconds and cooling in water.

For the evaluation of the heat treatment's modifications, on the clad pipe, were analyzed: the microstructure of the regions studied via micrographs, using optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM), the resulting chemical composition, with the analysis technique of energy dispersive spectroscopy (EDS) and hardness, using the Vickers method.

The results showed that, in the as welded condition, the base metal (BM) had in its heat affected zone (HAZ) the formation of the coarse grain zone (CGZ) with average hardness of 234 HV and fine grain zone (FGZ) with an average hardness of 188 HV. The partially diluted zone (PDZ) was presented clear, free of grain boundaries with high iron content and average hardness of 370 HV. The Inconel 625 clad microstructure is austenitic with dendritic, columnar and equiaxed, cell shape with carbides of Nb and indications of precipitation of secondary Laves phases. The average hardness of its layers is 287 HV.

Normalizing suppressed HAZ and refined the base metal microstructure, that reached hardness of 174 HV, maintained PDZ with original morphology, but reduced its hardness about 15%; developed in the cladding a granular structure with indicia of dissolution of the secondary phase Laves and a reduction of 26%, on average, of its hardness. Solubilization also eliminated HAZ of the BM which presents hardness of 166 HV, preserved the morphology and microstructure of the PDZ which had its hardness reduced approximately 30%, preserved microstructure and precipitates of the Inconel 625 clad and promoted the reduction of hardness by about 20%.

The normalizing and solubilization heat treatments were considered beneficial to the microstructure properties of the cladding and allowed its classification in NACE standard MR0175 / 2003 establishing maximum hardness of 250HV.

Keywords: Cladding, Inconel 625, Normalizing, Solution heat treatment.

## CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

### 1.1 Introdução

As recentes descobertas petrolíferas, onde as condições de exploração e prospecção de petróleo e gás natural são cada vez mais agressivas em razão da expansão das fronteiras de extração, vem exigindo um crescente avanço tecnológico na área. Os componentes utilizados para estas atividades empregam novos materiais e processos de fabricação mais complexos, em especial aqueles ligados a soldagem (Cantarín, 2011).

A soldagem de revestimento é um processo no qual uma liga é depositada na superfície de um metal de base, ou para colocá-la nas dimensões originais ou para obter alguma propriedade desejada tal como, resistência ao desgaste, impacto, corrosão e fadiga (Costa e Payão Filho, 1994). Neste contexto, a soldagem de revestimento com superligas à base de níquel tem sido uma alternativa interessante, pois confere aos equipamentos uma alta resistência à corrosão com um custo inferior, se comparado à fabricação de componentes ou tubulações maciças com superligas (Silva *et al.*, 2012).

A soldagem dissimilar de revestimento entre um aço C-Mn e uma liga metálica mais nobre, como as ligas de níquel, apresenta algumas limitações metalúrgicas devido à grande diferença de composição química entre ambos os materiais. A esta prática está associada a presença de zonas descontínuas próximas a linha de fusão, chamadas zonas parcialmente diluídas, que são frágeis, duras e responsáveis pela fragilização e perda de tenacidade da junta (Kejelin *et al.*, 2005).

As zonas parcialmente diluídas podem falhar quando submetidas a tensões decorrentes de sua utilização. Uma alternativa ao aumento de dureza na interface da solda é a realização de tratamentos térmicos pós-soldagem (TTPS). No entanto, alguns TTPS são longos e a possibilidade de formação de fases frágeis é real nesta situação. Portanto, levando-se em consideração os requisitos impostos no setor de exploração de petróleo devem ser avaliados o comportamento mecânico e microestrutural de amostras e submetidas ao ciclo de tratamento térmico (Cantarín, 2011).

Este projeto consiste na avaliação da microestrutura resultante de revestimento, obtido através de soldagem de Inconel 625 sobre aço API 5L X-52, em seu estado como soldado e após a realização de tratamento térmico de normalização e de solubilização.

## 1.2 Objetivos

Este trabalho tem por objetivo avaliar o efeito do tratamento térmico de normalização e de solubilização em tubos de aço API 5L X-52, revestidos com Inconel 625 pelo processo de TIG automatizado, tendo em vista sua influência na microestrutura.

Os objetivos específicos são:

- Caracterizar a microestrutura das diversas regiões dos revestimentos, nas condições de como soldada e após tratamento térmico de normalização e de solubilização, pelas técnicas de microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV), análise química por EDS e ensaio mecânico de dureza;
- Comparar a microestrutura e dureza das regiões do revestimento na condição como soldado com as amostras tratadas termicamente, normalizada e solubilizada.

### 1.3 Justificativas

Em projetos *offshore*, atualmente em destaque a exploração das reservas do pré-sal, é necessário o estudo da seleção de materiais devido à severidade dos meios em que os equipamentos são operados, tanto no aspecto das propriedades mecânicas quanto no aspecto da resistência à corrosão. As tubulações utilizadas na produção de óleo e gás em águas ultra profundas estão inseridas em ambiente hostil com a presença de altos índices de H<sub>2</sub>S, CO<sub>2</sub> e sólidos em suspensão. Atualmente o revestimento de tubulações de aço utilizando ligas de níquel ganha espaço principalmente por seu caráter econômico onde o material nobre é utilizado somente nas regiões de interesse.

Diante da crescente expansão da demanda por equipamentos revestidos com ligas de níquel e da dificuldade encontrada pelas empresas em conformar tubulações, principalmente na confecção de curvas, revestidas com Inconel 625 surge espaço para a identificação de novos procedimentos de soldagem e a aplicação de tratamentos térmicos pós-soldagem que habilitem processos, antes inviáveis metalurgicamente, a sua utilização industrial.

Destacam-se como justificativas específicas deste trabalho, os seguintes pontos:

- Do ponto de vista tecnológico-científico: o estudo de revestimentos internos de tubulações com ligas de níquel é recente e sua pesquisa pode solidificar e ampliar a utilização desta técnica estimulando seu desenvolvimento tecnológico.
- Do ponto de vista econômico: a consolidação de revestimentos de ligas de níquel gera grande economia para indústria petrolífera nacional já que aumenta a durabilidade em plantas de produção de petróleo e gás, diminui sua susceptibilidade a falhas causadas em ambientes corrosivos e aumenta a produtividade das técnicas de aplicação de revestimento, já que minimiza riscos de retrabalho ou falhas de aplicação.

## CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Revestimentos Metálicos

As primeiras estruturas de aço utilizadas em ambiente marítimo foram revestidas com materiais naturais, tais como alcatrão de carvão e asfalto, no século XIX. A partir daí o rápido desenvolvimento da indústria petrolífera, aliado à exigência permanente por melhorias na resistência à corrosão, tornou a utilização de revestimentos metálicos um dos maiores avanços no campo de revestimentos protetores do século XX (Gomes, 2003).

Os revestimentos metálicos constituem-se na interposição de uma película metálica, ou mesmo de uma chapa, entre o meio corrosivo e o metal que se quer proteger. Os mecanismos de proteção das películas metálicas geralmente são por barreira, podendo apresentar outros mecanismos, como passivação e proteção catódica. As películas metálicas protetoras, quando são de um metal mais nobre que o metal de base, torna-se necessário que elas sejam perfeitas, ou seja, isentas de poros e trincas e outras falhas. No caso de películas menos nobres, que o metal de base, estas películas podem ser imperfeitas, porque elas conferem proteção catódica à superfície do metal de base exposta ao meio (Dutra, 2006).

#### 2.1.1 Aplicação de Revestimentos Metálicos

As técnicas mais frequentemente usadas para aplicação de revestimentos metálicos são: Cladeamento, imersão a quente, aspensão térmica (metalização), eletrodeposição, cementação, deposição em fase gasosa e redução química (Gentil, 1996).

##### 2.1.1.1 Cladeamento

O cladeamento, em inglês *overlay* ou *cladding*, é a deposição de um material dissimilar na superfície de um material base chamado de substrato. Os dois materiais assim unidos têm suas propriedades mecânicas diferentes: módulo de elasticidade, ductilidade, tenacidade, entre outras. O material depositado tem o papel de revestimento e confere algumas características ao componente que não

seriam possíveis utilizando somente o material base. Dentre as aplicações mais comuns do cladeamento na indústria estão os recobrimentos para aumentar a dureza superficial das peças e aqueles para aumentar a resistência à corrosão dos componentes. A deposição desse recobrimento, conhecido pelo termo cladeamento, abrange uma ampla gama de processos, tais como co-laminação, explosão ou soldagem (ASM, 1993).

A figura 1 mostra um esquema de junção por co-laminação.

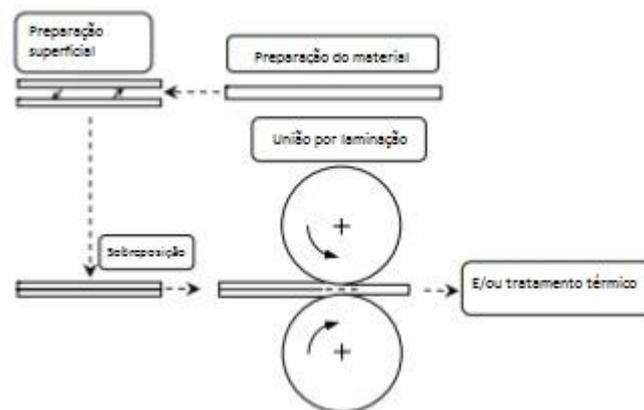


Figura 1. Ilustração do princípio de junção por co-laminação (Waydyanath, 1960).

### 2.1.1.2 Imersão a quente

A imersão a quente é o revestimento metálico que se obtém por imersão do material metálico em um banho do metal fundido. É um processo muito usado para revestimento do aço com estanho, com cobre, com alumínio e com zinco (Gentil, 2007).

É obtido por essa técnica, entre outros exemplos, as superfícies zincadas e as estanhadas. Entre os revestimentos utilizados para proteção do aço, os de zinco metálico são também um dos mais econômicos na prevenção contra corrosão. O processo de zincagem por imersão é também denominado de galvanização. A galvanização pode ser encontrada em quase que todo tipo de aplicação e indústria onde o aço é empregado (Batista, 2013).

### 2.1.1.3 Aspersão térmica (Metalização)

A metalização ou aspersão térmica consiste em uma técnica na qual o metal na forma de partículas é pulverizado sobre um substrato, previamente preparado, para que se forme um revestimento (Berndt e Berndt, 2003). Metalização é o nome dado à técnica de aspersão térmica quando o material aspergido é um metal.

Nesta técnica os materiais de deposição são fundidos ou aquecidos em uma fonte de calor gerada no bico de uma pistola apropriada por meio de combustão de gases, de arco elétrico ou por plasma. Imediatamente após a fusão, o material finamente atomizado é acelerado por gases sob pressão contra a superfície a ser revestida, atingindo-a no estado fundido ou semi-fundido. Ao se chocarem contra a superfície, as partículas achatam-se e aderem ao material base e na sequência sobre as partículas já existentes, originando-se assim uma camada de estrutura típica e diferente de qualquer outra forma metalúrgica, a camada formada por aspersão térmica é ilustrada na figura 2. Essas camadas são constituídas de pequenas partículas achatadas em direção paralela ao substrato, com estrutura típica lamelar contendo inclusões de óxidos, vazios e porosidade (Mariano *et al.*, 2007).

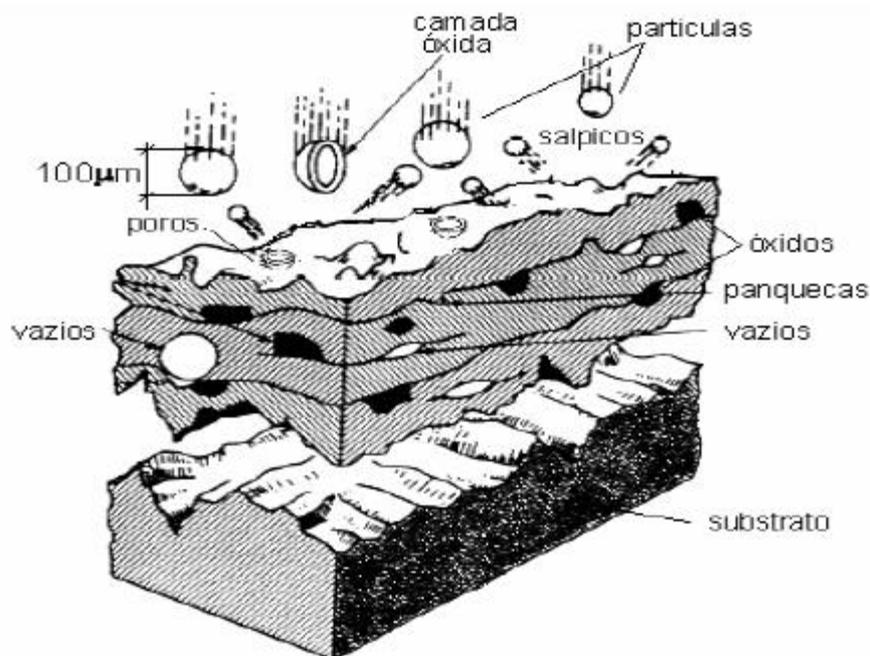


Figura 2. Características da camada formada por aspersão térmica (Mariano *et al.*, 2007).

A aspersão térmica é uma técnica muito versátil que pode ser aplicada no próprio local, onde o material a ser revestido se encontra. Além disso, ela permite uma aplicação rápida de material de alto desempenho desde pequenas espessuras até mais de 25 mm em regiões de uma variedade de tamanhos e geometrias (Berndt e Berndt, 2003). Segundo Gomes (2003), esta técnica é muito utilizada quando há tanto a necessidade de proteção à corrosão em água do mar quanto de redução de custos de manutenção.

#### **2.1.1.4 Eletrodeposição**

A eletrodeposição consiste na imersão do metal a proteger num banho eletrolítico contendo um sal do metal que se deseja depositar e na aplicação a este metal um potencial catódico de uma fonte de tensão contínua (Matlakhov, 2011). Utiliza-se geralmente a eletrodeposição para revestimento com ouro, prata, cobre, estanho, níquel, cádmio, cromo e zinco (Gentil, 2007).

A espessura da película e suas propriedades dependem da densidade de corrente aplicada, concentração de sais, temperatura do banho, presença de aditivos como abrillantadores e natureza do metal-base (catodo) (Gentil, 2007).

#### **2.1.1.5 Cementação - Difusão**

A aplicação de revestimentos metálicos através do processo de difusão, consiste na imersão do metal a proteger num banho sólido aquecido contendo o metal que se deseja depositar, substâncias inertes e ativadores do processo em pó (Matlakhov, 2011).

Os processos de cementação, bem como o de deposição em fase gasosa, são conhecidos também como processos de difusão (Gentil, 2007).

A deposição em fase gasosa consiste na decomposição térmica de vapor de um composto volátil do metal que se deseja depositar sobre a superfície do metal a proteger. Os revestimentos assim obtidos são finos, aderentes e livres de poros. Dependendo do metal base, do metal de revestimento, da composição da fase gasosa, da temperatura e da afinidade química entre os metais e os revestimentos podem ser constituídos do metal puro ou de um composto intermetálico (Matlakhov, 2011).

### 2.1.1.6 Redução Química

A técnica consiste na deposição de metais por meio de um processo de redução química. Por este processo é comum revestir-se com cobre e níquel. São os denominados cobre e níquel químico, muito utilizados em peças com formato delicado e cheio de reentrâncias (Dutra, 2006).

Como exemplo desse método tem-se a niquelação sem corrente elétrica, *electroless*, na qual se utiliza sal de níquel e, como redutor, solução de hipofosfito de sódio (Gentil, 2007). Ocorrendo a reação:



O metal é precipitado, formando uma película aderente à base metálica. É um método conveniente para revestir peças de formas complicadas e interior de tubos que sejam difíceis de serem revestidos por outros métodos (Gentil, 2007).

### 2.1.1.7 Revestimento por soldagem

Revestimentos aplicados por soldagem consistem na deposição de um material de adição sobre um metal de base (substrato) para dar à superfície algumas propriedades que não são intrínsecas ao metal base. Há vários tipos de revestimentos aplicados por soldagem: *hardfacing* (revestimento duro), *buildup* (reconstrução), *weld cladding* (cladeamento por soldagem) e *buttering* (amanteigamento) (ASM, 1993).

O processo de revestimento com metal duro (“*hardfacing*”) tem como principal finalidade a deposição de uma camada com o intuito de aumentar a resistência ao desgaste, abrasão, impacto, erosão e cavitação. No processo *weld cladding* uma camada relativamente espessa de metal é depositada em um aço carbono ou baixa liga com a finalidade de proporcionar uma superfície resistente à corrosão. A soldagem de revestimento para recuperação dimensional (“*buildup*”) contempla a adição de um metal à superfície do metal de base, a um defeito ou uma camada de solda previamente depositada para restaurar as dimensões do equipamento. Finalmente, o amanteigamento ou “*buttering*” também envolve a adição de uma ou mais camadas de solda à junta ou superfície a ser soldada e sua principal diferença

em relação ao anterior é que este processo sempre é utilizado para satisfazer alguma consideração metalúrgica (Davis, 1993).

A principal diferença entre a soldagem convencional e a soldagem de revestimento está na geometria do cordão de solda. Este tipo de soldagem, deseja-se o perfil geométrico com grandes larguras de cordão de solda, altos reforços e baixas penetrações e baixas diluições, diferente da soldagem convencional (de união), na qual se almeja alta penetração para melhor resistência da junta soldada (Gomes, 2010). A comparação entre ambos os processos, (a) soldagem convencional (de união) e (b) de revestimento, está ilustrada na figura 3.

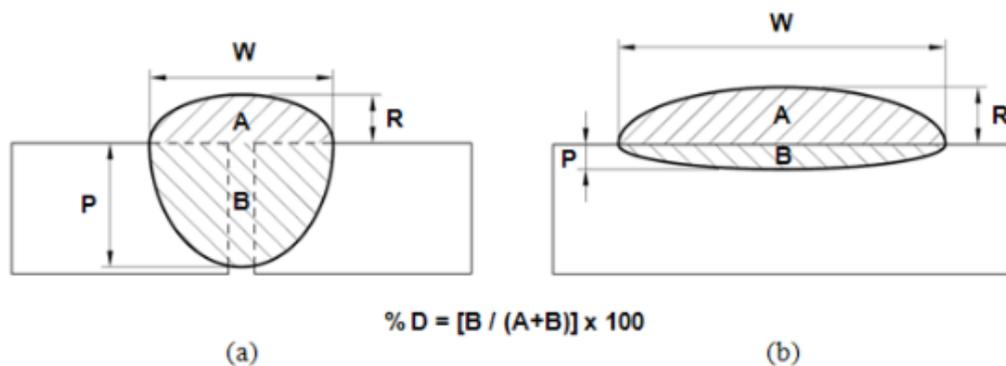


Figura 3. Comparação entre o cordão de solda desejado no processo convencional (a) e na soldagem de revestimento (b) (Gomes, 2010).

A diluição é um fator importante nas soldagens dissimilares de revestimento porque a composição do metal de solda será intermediária entre as composições do metal de base e metal de adição (Izar, 2015).

Uma das formas de se determinar a diluição é através da relação entre as áreas observadas na seção transversal de uma deposição por soldagem, como pode ser observado na figura 3. O cálculo é realizado pela relação entre a parcela do metal de base fundida e o metal de solda total, ou seja, ela pode ser definida como a alteração no metal de adição provocada pela mistura com o metal de base (Kejelin, 2012).

### 2.1.1.7.1 Revestimento por soldagem pelo processo TIG

A soldagem a arco com eletrodo de tungstênio e proteção gasosa (*Gas Tungsten Arc Welding – GTAW*) é um processo no qual a união de peças metálicas é produzida pelo aquecimento e fusão destas através de um arco elétrico estabelecido entre um eletrodo de tungstênio, não consumível, e peças a unir. A proteção da poça de fusão e do arco contra a contaminação pela atmosfera é feita por uma nuvem de gás inerte ou mistura de gases inertes. A soldagem pode ou não ser feita com metal de adição e, quando usada, é feita diretamente na poça de fusão. O procedimento é também conhecido por TIG (*Tungsten Inert Gas*) (Marques, 2007).

A representação esquemática do processo de soldagem TIG é apresentado na figura 4.

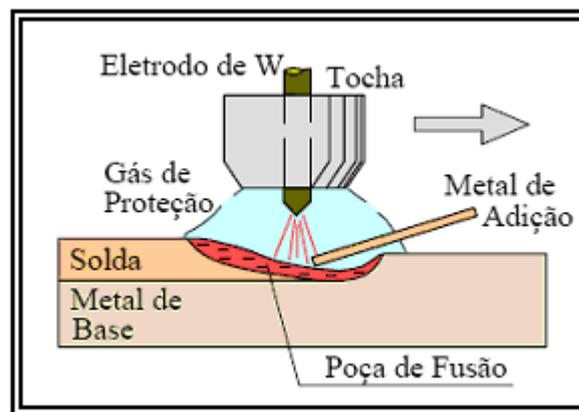


Figura 4. Soldagem TIG (Esquemática) (Marques, 2007).

O processo TIG em consequência de o eletrodo não ser consumível possui taxa de deposição considerada baixa, situando-se no intervalo de 0,1 a 1,5 kg/h. Portanto, em razão da menor taxa de deposição, em relação aos outros processos a arco, alternativas vem sendo desenvolvidas, para elevar a deposição de material e consequentemente aumentar a produtividade (Cantarin, 2011).

Uma variante do processo TIG, bastante empregada em nível industrial para soldagem de revestimento com ganho em produtividade, é a técnica TIG automático com alimentação de arame preaquecido, ou simplesmente *hot wire* (Kejelin, 2012).

Uma vez que o arame é pré-aquecido, podendo chegar a uma temperatura de até 300°C, ele necessita de menor energia do arco para atingir a temperatura de fusão. Isto lhe proporciona uma melhor taxa de deposição com maiores velocidades de soldagem (Delgado, 2000).

Os dispositivos de mecanização de soldagem, são caracterizados pelos movimentos que executam, podendo ser: A) dispositivos movimentadores de peças, que fixam e posicionam as peças a serem soldadas com as juntas dispostas nas condições ideais e permitem ajuste do movimento das peças em velocidades variadas em compatibilidade com os parâmetros requeridos; e B) mecanismos posicionadores de tocha, que em associação com os dispositivos movimentadores completam o conjunto que permite executar a soldagem com segurança (Marques, 2007).

O aumento na taxa de deposição através da utilização destas técnicas, torna o processo TIG competitivo para soldas e revestimentos e com melhor produtividade (Meyer, 1993).

A figura 5 mostra as aplicações práticas da técnica TIG *hot wire* em operações de soldagem de revestimento interno de tubos com comando deslocamento automatizado.

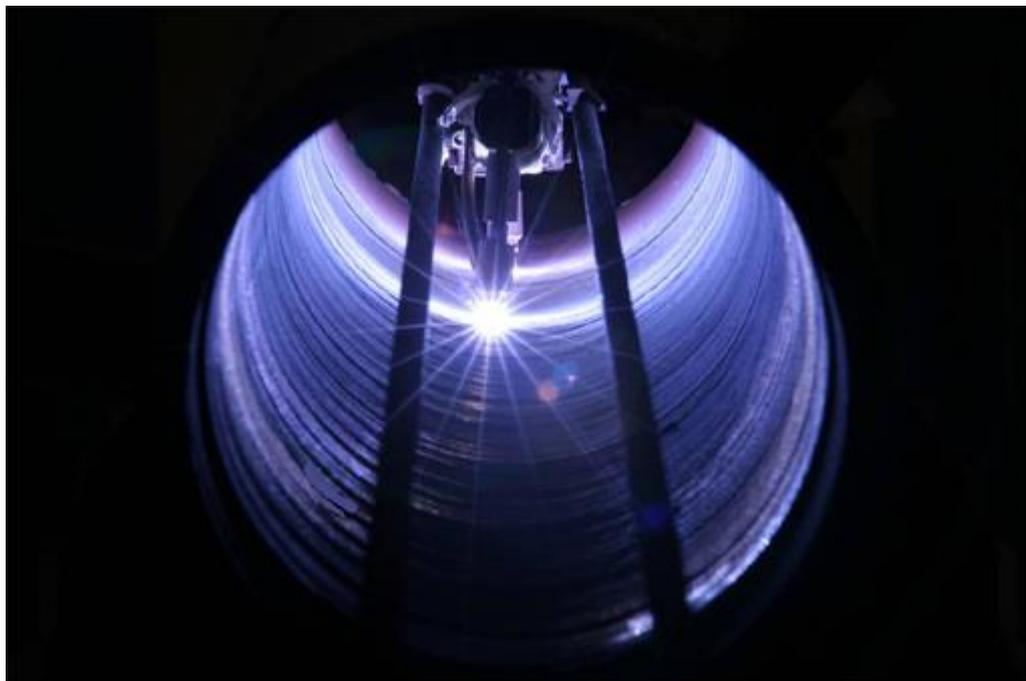


Figura 5. Revestimento interno por soldagem TIG, *hot wire* com deslocamento automatizado (IODS, 2015).

## 2.2 Revestimento de Inconel 625 em aços alta resistência baixa liga (ARBL)

### 2.2.1 Aços alta resistência baixa liga (ARBL ou HSLA)

Os Aços Alta Resistência Baixa Liga (ARBL) ou *High-Strength Low-Alloy* (HSLA), são materiais estruturais que apresentam boa soldabilidade, elevada resistência mecânica e excelente tenacidade. Estes são amplamente empregados nos setores naval, offshore e de tubos. Geralmente, são microligados com Ti, Nb e/ou V, que se combinam com C e N para formar carbeto e nitreto ou um complexo destes precipitados, os carbonitretos. Os requisitos de propriedades mecânicas destes aços podem ser alcançados através do refino de grão e do endurecimento por precipitação, que são obtidos pela combinação da adição de elementos microligantes e do processamento termomecânico (Lage e Araújo, 2010).

A grande vantagem destes tipos de aços comparados aos aços carbono convencionais é que devido à elevada resistência mecânica presente nos mesmos, menores espessuras internas podem ser utilizados em tubulações, reduzindo assim os custos e o peso no transporte e montagem (Junior, Rocha e Brandi, 2013).

Aços ARBL são utilizados principalmente na condição como laminado ou normalizados. O processo de laminação é essencial para o desenvolvimento das propriedades mecânicas finais. Práticas especiais de laminação têm sido desenvolvidas, como por exemplo, a laminação controlada, que por vezes é aplicada com um resfriamento em água na própria linha de operação, entre os passes de laminação. O uso destas práticas é conhecido como processo termomecânico controlado (designado *Thermo-Mechanical Controlled Process*, *TMCP*, pelas especificações da API), o qual utiliza água para acelerar o resfriamento entre passes de laminação (Kejelin, 2006).

A API (*American Petroleum Institute* – Instituto Americano do Petróleo) especifica a fabricação de tubos para dutos através da norma API 5L. Esta norma especifica os tubos pelo limite de escoamento, seguido pela letra A, B ou X, sendo que o X é utilizado para aços de alta resistência, como no caso do aço API 5L X-80, cujo valor é da ordem de 80 ksi (552 MPa). Os graus existentes desta especificação são: A25, A, B, X-42, X-46, X-52, X-56, X-60, X-65, X-70 e X-80. Para tubos API 5L, a partir do grau X-42, são utilizados os aços ARBL (Junior, Rocha e Brandi, 2013).

Na figura 6 é apresentada a microestrutura típica de um aço API X-65 onde se observa a presença da fase perlítica (escura) numa matriz ferrítica (clara) (Tobón *et al.*, 2014).

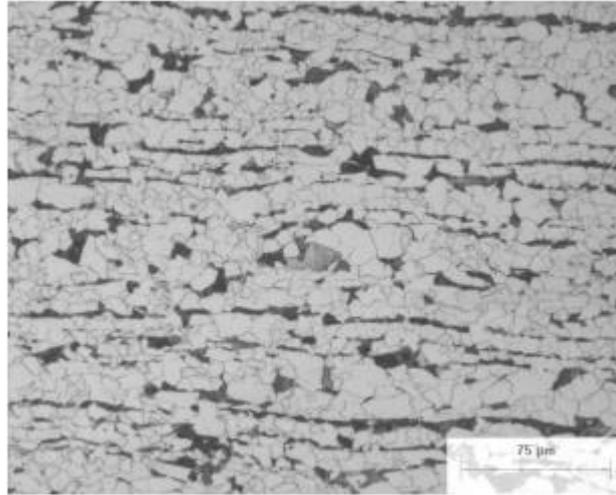


Figura 6. Microestrutura de um aço API 5L X-65 (Tobón *et al.*, 2014).

### 2.2.2 Superligas de níquel

As Superligas constituem uma classe especial de materiais de engenharia, as quais são classificadas em três grandes grupos: superligas a base de níquel, superligas a base de cobalto e superligas a base de ferro. Esta classificação considera o elemento químico majoritário presente na liga. Sims (1987) propôs uma definição de superligas, com razoável aceitação da comunidade científica e tecnológica, como sendo “Ligas desenvolvidas para aplicações em serviço à alta temperatura, geralmente baseadas em elementos químicos do grupo VIIIA, na qual tensionamentos mecânicos relativamente severos são encontrados, e no qual alta estabilidade superficial é frequentemente requerida” (Silva, 2010).

As superligas à base de níquel são das mais importantes classes de materiais de engenharia, uma vez que podem ser usadas em uma ampla gama de condições de serviço. Estas ligas são selecionadas para ambientes de serviço onde se requer características como; a resistência a corrosão à altas temperaturas e ductilidade. Estas ligas oferecem algumas propriedades ao material na condição de soldado que nenhuma outra liga pode oferecer, tal como a capacidade de formar solução sólida com diversos elementos de liga, mantendo resistência e ductilidade em

temperaturas criogênicas e também em temperaturas próximas a temperatura sólida. As ligas de níquel podem ser utilizadas, tanto em temperaturas criogênicas, quanto a temperaturas próximas de 1200°C (Oliveira, 2011).

Estas ligas possuem uma matriz gama ( $\gamma$ ) com estrutura cúbica de face centrada (CFC), e são classificadas em quatro grupos, com base no mecanismo de aumento de resistência ou em sua composição química conforme visualizado na figura 7 (Silva, 2010).

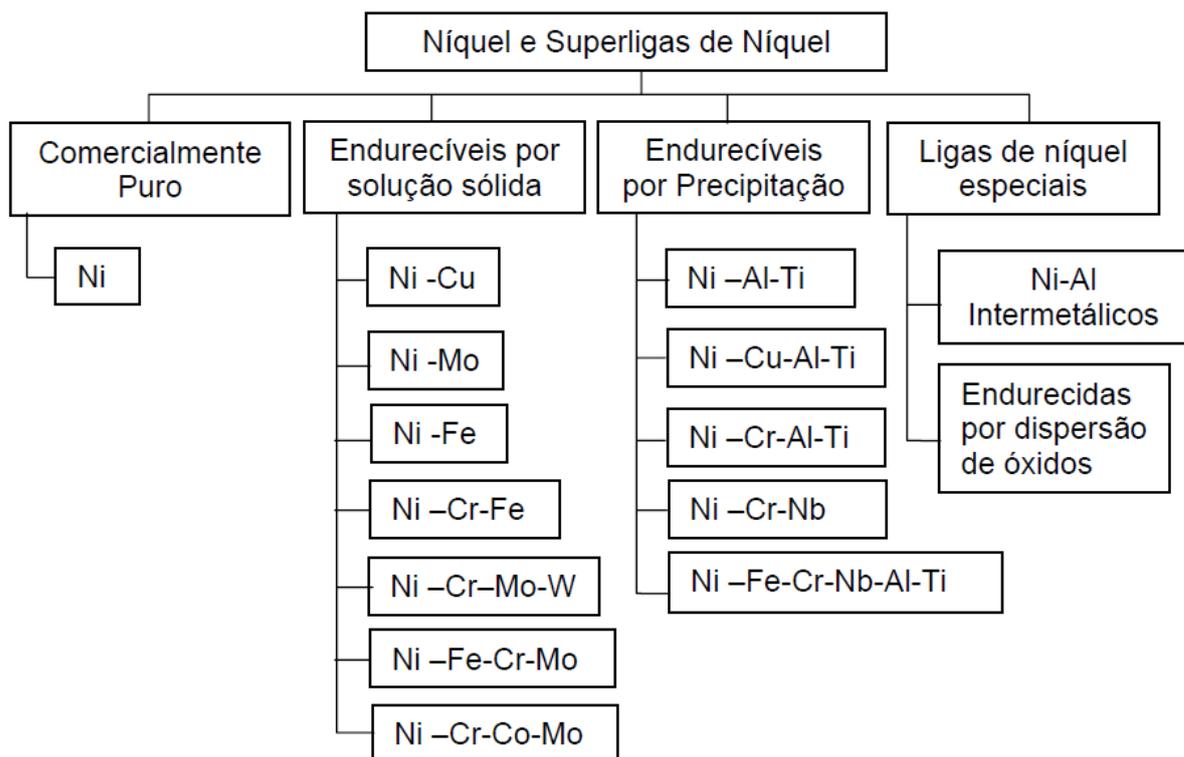


Figura 7. Classificação do níquel e suas ligas (Oliveira, 2011).

- Ligas endurecidas por solução sólida - adições de alumínio, cobalto, cobre, cromo, ferro, molibdênio, titânio, tungstênio e vanádio contribuem para o aumento de resistência da matriz através de solução sólida. Todas as ligas de níquel são endurecidas por solução sólida. Adições de alumínio, cromo, cobalto, cobre, ferro, molibdênio, titânio, tungstênio e vanádio contribuem para endurecimento da solução sólida. Molibdênio e tungstênio aumentam a resistência em elevadas temperaturas. Essas ligas geralmente não apresentam maiores problemas de soldabilidade, porém dependendo da liga e forma de resfriamento, pode-se levar à precipitação de compostos nos

contornos de grão e na matriz, que em alguns casos são prejudiciais (Neto, 2010).

- Ligas endurecidas por precipitação - As ligas de níquel endurecidas por precipitação contêm adições de titânio, alumínio e nióbio, que formam com o níquel precipitados que conferem à liga algumas propriedades mecânicas, de extremo interesse na indústria, tais como, resistência à fluência e resistência ao desgaste, após um tratamento térmico adequado. Na maioria das condições, esses precipitados são coerentes com a matriz austenítica, aumentando substancialmente as propriedades mecânicas da liga. Os precipitados mais comuns são chamados gama linha, [ $\gamma'$ - Ni<sub>3</sub>Al, Ni<sub>3</sub>Ti e Ni<sub>3</sub> (Ti, Al)] e gama principal ou duas linhas ( $\gamma''$  - Ni<sub>3</sub>Nb) (Oliveira, 2011).
- Ligas endurecidas por precipitação de óxidos - O mecanismo de aumento de resistência devido a dispersão de óxido é semelhante ao observado para a precipitação de fase  $\gamma'$ . Na verdade, estas ligas na sua grande maioria apresentam uma microestrutura formada por uma matriz com precipitados de fase  $\gamma'$  combinada com partículas muito finas de óxido dispersas tanto na matriz  $\gamma$  quanto na fase  $\gamma'$ . Esta dispersão causa uma melhoria nas propriedades de resistência à fluência em altas temperaturas. Em geral são utilizados como agentes “endurecedores” partículas de óxido de ítrio (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e óxido de titânio (Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (Silva, 2010).

### 2.2.2.1 Inconel 625

O desenvolvimento do Inconel 625 foi iniciado em 1950 com a finalidade de suprir a demanda de materiais de alta resistência para uso em plantas de energia e concluído com a venda comercial da liga em 1963 (Kou, 2003 e Wang, 1993).

A superliga de níquel, Inconel 625 é muito utilizada na indústria petroquímica, química, aeroespacial, aeronáutica e marinha. A liga 625 tem adições de 9% de molibdênio e 4% de nióbio que aumentam sua resistência em altas e à temperatura ambiente, assim como resistência à corrosão (Neto, 2010).

A escolha desta liga é baseada na boa resistência em elevadas temperaturas e à corrosão devido à exposição prolongada em ambientes agressivos, como também na combinação do limite de escoamento, limite de resistência à tração, tensão de fluência, excelente fabricabilidade e soldabilidade. Embora a liga fosse

inicialmente projetada para ser usada em condição de endurecida por solução sólida, observou-se que fases de precipitados intermetálicos e carbonetos ocorrem na liga sujeita a tratamento de envelhecimento na faixa de 823 a 1023K (Neto, 2010).

Além do teor mínimo de níquel em 58%, o INCONEL 625 contém de 20 a 23% de cromo, possuindo propriedades de resistência a altas temperaturas e excelente resistência a oxidação e corrosão em ambientes severamente agressivos. Estas propriedades são derivadas das adições de molibdênio (8-10%), nióbio (3,15-4,15%) e ferro (até 5%) (Mathew *et al.*, 2007). A tabela 1 mostra a composição química do INCONEL 625.

Tabela 1: Composição química do INCONEL 625 (Special Metals, 2006).

		Elementos												
	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb +Ta	C	Mn	Si	P	S	Al	Ti	Co	
Min.	58,0	20,0	-	8,0	3,15	-	-	-	-	-	-	-	-	
Máx.	-	23,0	5,0	10,0	4,15	0,10	0,5	0,5	0,015	0,015	0,40	0,40	1.0	

### 2.2.3 Soldagem de metais dissimilares: Inconel 625 sobre ARBL

As ligas de níquel são amplamente utilizadas como revestimentos em aços carbono, aços baixa liga ou outros materiais de base e ferro fundido (ASM, 1994).

Quando um revestimento de INCONEL 625 é depositado por soldagem em um aço carbono podem surgir, na interface e em áreas próximas, regiões com grande alteração microestrutural e elevado gradiente químico. Nestas regiões podem ocorrer alterações de propriedades mecânicas provocando o aumento da dureza e a queda da tenacidade devido à presença da fase martensítica, aumento da corrosão sob tensão devido à presença de partículas de segunda fase, fragilização por hidrogênio e redução na resistência a corrosão geral (Catarin, 2011).

Durante os processos de revestimentos do INCONEL 625 em aço carbono devem ser observados principalmente a diluição, os problemas metalúrgicos, a linha de fusão e as zonas parcialmente diluídas assim como a fragilização pelo Hidrogênio (Ribeiro, 2014).

Alguns autores sugerem que soldas de revestimento sejam fabricadas visando a maximização do reforço. Todavia, esta conduta, que resulta numa excessiva quantidade de material depositado, se deve ao tradicional emprego de processos de soldagem que impõem altos níveis de diluição, necessitando de mais de uma camada para garantir que a composição química do revestimento tenha mínima contaminação por ferro proveniente do metal de base (Kejelin, 2012). Quanto menor a diluição de ferro do substrato menor a probabilidade de formação de microestruturas frágeis e susceptíveis à corrosão (Wainer, 1992).

Gittos & Gooch (1996) estudaram a resistência à corrosão por pites de revestimentos de uma liga de Ni depositadas sobre aço C-Mn pelos processos eletrodo revestido, MIG/MAG e TIG com adição de arame quente variando os parâmetros para obter vários níveis de diluição. Os autores verificaram que a resistência à corrosão por pites foi reduzida com o aumento da diluição. Os resultados conduziram a uma recomendação geral de que o teor de ferro na solda deve estar abaixo de 5% para garantir uma ótima performance.

Normas Internacionais para construção de equipamentos voltados para o setor petróleo e gás especificam os teores máximos de ferro em revestimentos depositados por solda. Segundo a norma ISO 10423 (2003), os teores de ferro podem ser enquadrados em duas categorias: FE 5, para teores de ferro (% em massa) igual ou inferiores a 5%; FE 10, para revestimentos que apresentam teores de ferro igual ou inferior a 10% e superior à 5%. Estas considerações são referentes a revestimentos com a liga Inconel 625, medidos a 3 mm da superfície original do metal de base (Silva, 2010).

Quanto à espessura, a Norma Petrobras N1707 que regulamenta o projeto e a construção de equipamentos com revestimento metálico interno de aços inoxidáveis, níquel e ligas de níquel, tanto para chapas cladeadas quanto para tiras soldadas (*lining*) e deposição de soldas (*weld overlay*), recomenda uma espessura mínima de 3 mm para revestimentos depositados por soldagem. A norma exige ainda que a deposição seja realizada em mais de uma camada para evitar a contaminação por ferro (Silva, 2010).

### 2.2.3.1 Zona de interface

O principal problema metalúrgico encontrado em soldas de metais dissimilares austeníticos/ferríticos é inerente à formação de pequenas zonas descontínuas, duras e frágeis ao longo da interface definida pela linha de fusão (Ribeiro, 2014).

Estas regiões, de dimensões da ordem de dezenas de micrometros, possuem composições químicas diferentes entre si, intermediárias entre a do metal de solda e a do metal de base, as quais não podem ser estimadas por cálculos de diluição. A composição química pode ser conhecida somente por técnicas de microanálise. Os valores de dureza destas zonas situam-se muitas vezes acima dos 400 HV, ou seja, na faixa de dureza característica das microestruturas martensíticas (acima de 340 HV) (Kejelin, 2006).

Esta zona de transição tem recebido diversos nomes na literatura (Silva *et al*, 2012) sendo no presente trabalho referida como zona parcialmente diluída (ZPD). A ZPD visualizada por microscopia ótica utilizando-se reagentes convencionais, como nital e picral 2%, aparece como uma região clara (Silva *et al*, 2012).

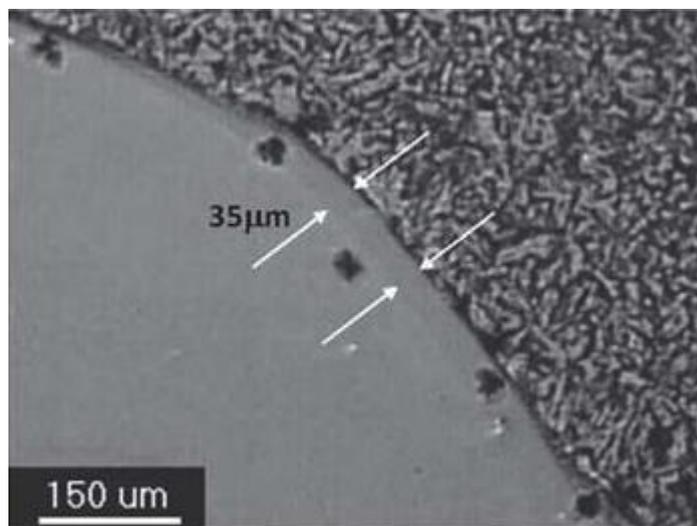


Figura 8. ZPD com espessura de 35  $\mu\text{m}$  (Cantarim, 2011).

Para explicar a existência das ZPDs, Baeslack and Savage propuseram que os movimentos convectivos na poça de fusão não são intensos o bastante para misturar uma estreita camada fundida estagnada de metal de base (região que denominaram zona fundida não misturada), mas são responsáveis por enriquecer

esta região com elementos de liga, de modo que pode aumentar localmente a sua temperabilidade (Kou, 2003).

Doody (1992) classificou as ZPD's como:

1. Estruturas de praias – Faixas finas e estreitas ao longo da linha de fusão (Doody, 1992). As estruturas tipo praias são descontínuas, abrangendo por vezes partes internas ou externas da linha de fusão. Suas dimensões típicas ficam entre 10-60  $\mu\text{m}$  de espessura e 500-1000  $\mu\text{m}$  de comprimento. Alguma evidência de sensível descarbonetação nos grãos adjacentes da ZAC do metal de base é ocasionalmente observada. A dureza de uma estrutura do tipo Praia pode variar e pode se tornar muito difícil a sua medição devido a espessura muito fina. A largura de uma zona parcialmente diluída pode ser comparada ao indentador Vickers, correspondente à microdureza de 400 HV (0,5 kg), ou seja, com uma diagonal da ordem de 50  $\mu\text{m}$ . Praias são as típicas zonas de transição descritas na literatura, conforme mostra a figura 9 (Kejelin, 2006).

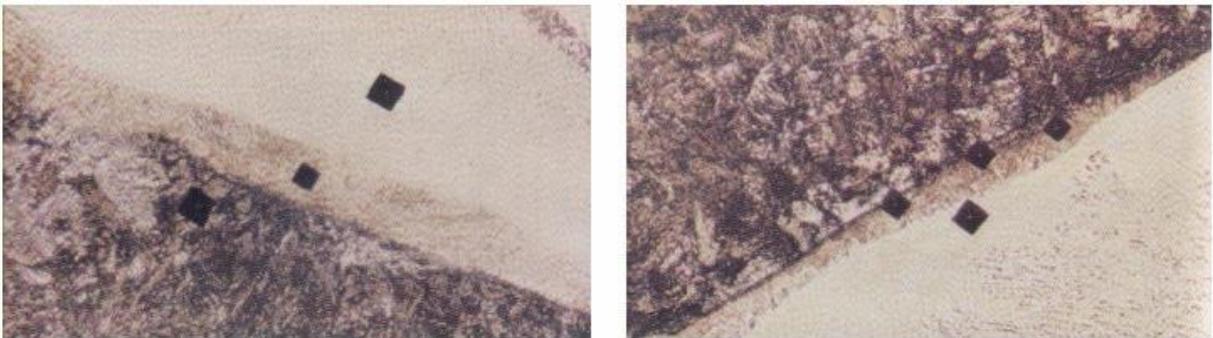


Figura 9. Estruturas do tipo praia (Doody, 1992).

2. Estruturas de baías – Áreas parcialmente circundadas pelo metal de base (Doody, 1992). As estruturas do tipo baías (Figura 10) tendem a ser ligeiramente mais largas que as do tipo praias. As baías geralmente são acompanhadas de praias estendendo-se para um ou ambos os lados. Embora os valores de dureza possam também variar, são comumente observados maiores valores de dureza nas baías em relação as praias, devido também ao seu maior tamanho que facilita as medições de microdureza (Kejelin, 1996).

3. Estruturas de ilhas – Regiões inteiramente envolvidas pelo metal de solda, desprendidas, grandes e abauladas. Estruturas do tipo ilhas são muito maiores e menos comuns que os outros dois tipos de estruturas, e ocorrem principalmente nos passes de raiz. Especula-se que as ilhas (figura 10) sejam formadas nos passes de raiz pelo fato de ocorrerem variações mais pronunciadas na poça de fusão e nas características do arco, propiciando um movimento hidrodinâmico mais turbulento. A manipulação do arco durante o passe de raiz promove uma situação mais instável quando comparada aos passes de preenchimento (Kejelin, 2006).

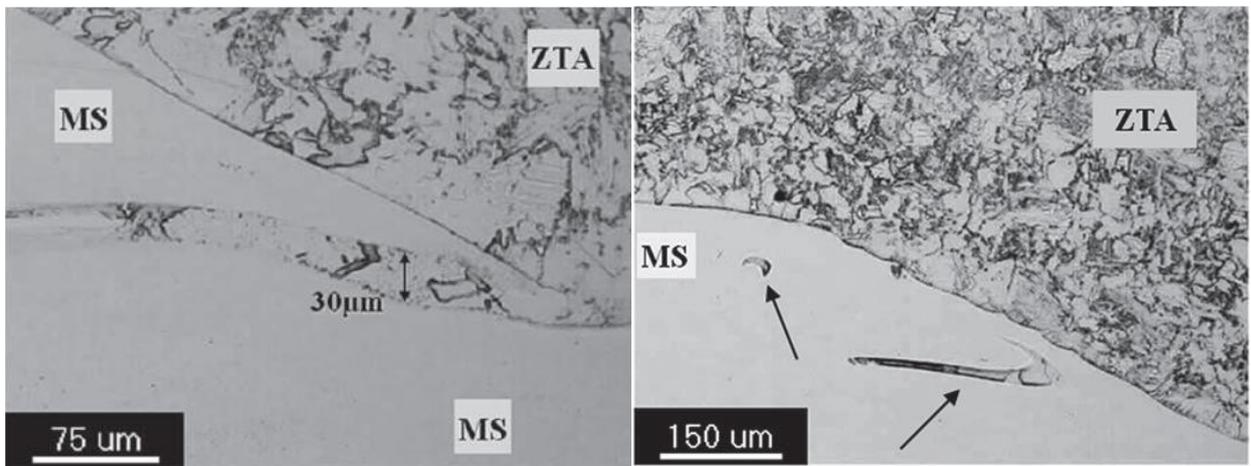


Figura 10. ZPD tipo baía (Esquerda) e tipo ilha (Direita) (Silva *et al*, 2010).

Soldas de revestimento envolvendo metais de base com espessuras inferiores a 4,8 mm apresentaram a menor quantidade de ZPD's formadas quando comparadas com revestimento por soldagem em metais de base mais espessos, para os mesmos parâmetros de soldagem. Similarmente, um aumento da velocidade de resfriamento, além da especificada, irá promover um aumento na formação de ZPD devido à formação de uma estrutura martensítica, conforme mostra a figura 11 (Omar, 1998).

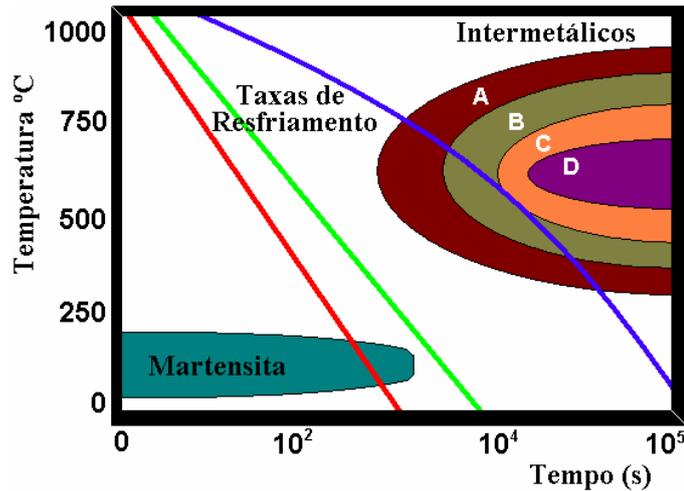


Figura 11: Diagrama qualitativo proposto por Omar (1998) mostrando a influência da taxa de resfriamento sobre a formação de ZPD.

### 2.2.3.2 Zona Fundida

Na soldagem de materiais dissimilares a nucleação está ligada diretamente ao super-resfriamento, para início do processo de solidificação a partir da linha de fusão. A natureza e as características estão ligadas diretamente pela diferença de composição química, estrutura cristalográfica e parâmetros de rede entre os materiais (Cantarin, 2011).

A precipitação das fases na liga Inconel 625 em altas temperaturas pode ser prevista pelo diagrama TTT (Tempo-Temperatura-Transformação) representado na figura 12.

No trabalho de Mankins et al., (1990) sobre o Ni e suas ligas discute-se a microestrutura que consiste de uma matriz austenítica (fase  $\gamma$ ) e algumas outras fases. As mais comuns são os carbeto (MC,  $M_{23}C_6$ ,  $M_6C$ ) e a fase  $\gamma'$ , endurecível por precipitação ( $Ni_3(Al,Ti)$ ), encontradas em superligas de base Ni e Fe-Ni. Em ligas contendo Nb ou Ta, o endurecimento primário se dá pela fase  $\gamma''$ . Outras fases indesejáveis podem ser observadas devido à variação na composição, processamento ou exposição à alta temperatura. Incluídas neste grupo estão as fases delta ( $\delta$ ), fase sigma ( $\sigma$ ), fase Laves, fase eta ( $\eta$ ), nitretos e boretos.

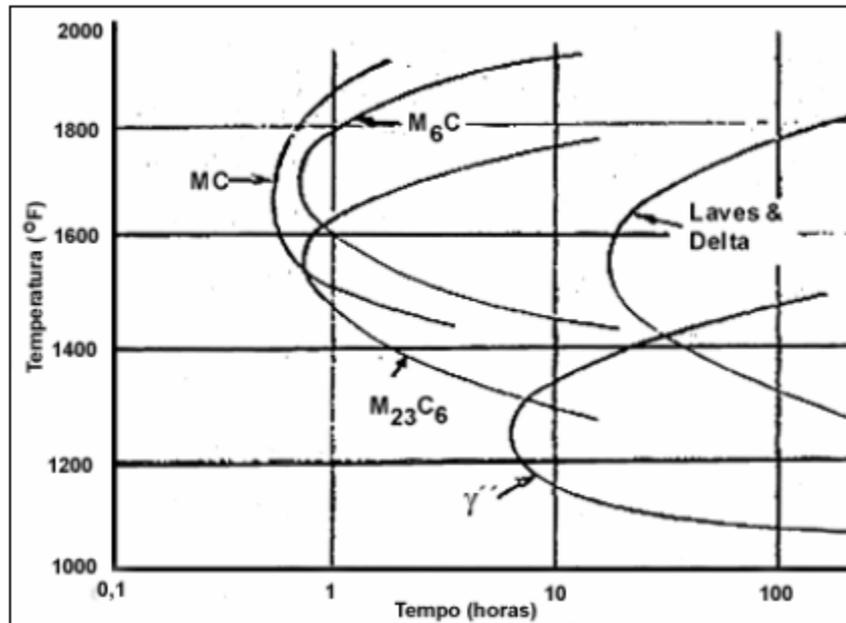


Figura 12. Diagrama TTT da superliga Inconel 625 em altas temperaturas (Floreen, 1994).

As partículas de  $M_{23}C_6$  influenciam fortemente as propriedades das ligas de Ni. A resistência à ruptura é aumentada pela presença de partículas discretas. Eventualmente, entretanto, falhas poderiam se iniciar tanto pela fratura da partícula como pela decoesão da interface carbetto/matriz. Em algumas ligas, estrutura celular de  $M_{23}C_6$  tem sido notada. Esta estrutura poderia causar falha prematura, mas pode ser evitado por um processamento apropriado e/ou tratamento térmico (Stollof, 1990).

No estudo do processo de solidificação realizado por Dupont (1996) na soldagem de um *overlay* da liga 625 sob aço Cr-Mo de 2,25Cr e 1Mo, conclui-se que o comportamento do *overlay* entre a liga 625 e aço Cr-Mo foi similar ao da liga 718. A austenita é a primeira fase a solidificar e, do líquido remanescente, surge a fase Laves na forma de eutético com a fase austenita.

A fase Laves tem estrutura cristalina hexagonal e fórmula  $(Fe,Cr,Mn,Si)_2(Mo,Ti,Nb)$ , sendo que os mais comuns são  $Fe_2Ti$ ,  $Fe_2Nb$  e  $Fe_2Mo$ . São observados como partículas grosseiras que geralmente precipitam-se intergranularmente, porém precipitação intragranular também pode ocorrer. Na liga Inconel 718, adições de Nb e Si promovem a precipitação desta fase. Uma quantidade excessiva da fase Laves pode prejudicar a ductilidade em baixa temperatura (Voort, 2004).

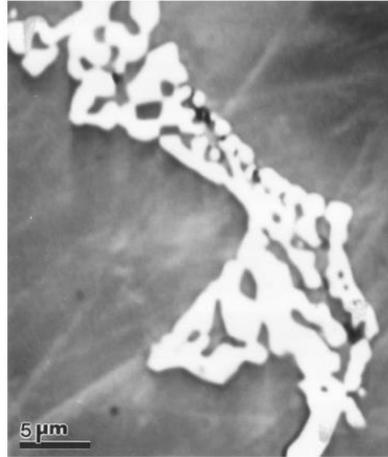


Figura 13. Micrografia do constituinte eutético lamelar  $\gamma$ /Laves numa liga Inconel 625 (Cieslak *et al.* 1988).

### 2.3 Tratamentos térmicos em juntas dissimilares

Os estudos mostraram que grandes tensões térmicas podem ocorrer na junta dissimilar devido à diferença de expansão térmica durante as variações de temperatura. As tensões residuais também são causadas por transformações metalúrgicas, incluindo migração de carbono e precipitação de carbonetos nos contornos de grão. As variações de microestrutura são dependentes do teor de carbono, da taxa de resfriamento e da segregação de elementos de liga (Neto, 2010).

Após a soldagem, as tensões residuais podem ser aliviadas por métodos térmicos ou mecânicos, entre os quais temos: martelamento, encruamento, vibração, recozimento para alívio de tensões, recozimento a alta temperatura e alívio de tensões a baixas temperaturas (Marques, 2007).

#### 2.3.1 Tratamentos térmicos pós soldagem (TTPS)

O tratamento térmico pós-soldagem de juntas revestidas deve ser evitado sempre que possível. Entretanto, tratamentos térmicos como recozimento, alívio de tensões e revenido são por vezes inevitáveis, ou até mesmo obrigatórios. Estes tratamentos devem ser adaptados conforme as exigências do aço baixa liga que compõe a junta. Em juntas dissimilares ferrítico - austenítica, os TTPS podem levar a ocorrência dos seguintes fenômenos (Kejelin, 2006):

- Enriquecimento em carbono no metal de solda austenítico devido à difusão de carbono proveniente do aço baixa liga;
- Consequente redução da quantidade de carbono na ZAC do aço baixa liga junto a linha de fusão;
- Formação de estrutura grosseira (crescimento de grão ferrítico) na ZAC do aço baixa liga, devido ao processo de recristalização;
- Formação de contornos de grão tipo II no metal de solda;
- Fragilização do metal de solda austenítico devido à precipitação de novas fases (sigma, chi etc.).

Estes fenômenos são resultados da exposição em elevadas temperaturas, não sendo observados na condição como soldado. A migração do carbono causa perda de resistência no lado ferrítico da junta, além de perda em tenacidade devido ao crescimento dos grãos. Por outro lado, pode resultar em aumento da dureza do metal de solda na faixa enriquecida em carbono, a qual pode conter muitos constituintes, mas carbonetos são predominantes (Folkhard, 1988).

Encontrou-se ainda no trabalho de Omar (1998) que a realização de tratamentos térmicos pós-soldagem provoca alguns efeitos prejudiciais, tais como: redução no teor de carbono (migração), crescimento dos grãos ferríticos e amolecimento excessivo da microestrutura da ZTA no API 5L X60.

A utilização de TTPS no intuito de reduzir os níveis de dureza em juntas dissimilares soldadas, avaliada em trabalhos recentes, apresentou-se problemática, uma vez que a manutenção em altas temperaturas (superiores a 500°C) proporcionavam a fragilização das soldas devido à precipitação de fases intermetálicas, crescimento de grãos e difusão de C através da interface da linha de fusão (Kejelin *et al*, 2005).

Em alguns casos o TTPS é necessário para o restabelecimento das propriedades mecânicas mínimas, exigidas por normas de fabricação, do metal de base. As propriedades do metal de base podem ser deterioradas pelo calor advindo da soldagem ou por processos de conformação.

No trabalho de Ribeiro (2014) o curvamento a quente, feito por indução na tubulação revestida, realizado a 1000°C exigiu a realização de tempera a 960°C por 1 hora e revenimento a 600°C por 1,5 horas. Somente após a realização de tempera e revenido as propriedades do metal de base (API 5L X65) foram retomadas.

### 2.3.2 Tratamentos térmicos de alívio de tensões (TTAT)

O método mais comum e mais efetivo entre todos os utilizados para aliviar as tensões residuais é o tratamento térmico de alívio de tensões (TTAT) que como o próprio nome já sugere, consiste na operação de aquecimento da peça de trabalho após a operação de soldagem. Esse tratamento leva a junta soldada a uma condição mais durável, pois a ductilidade é aumentada, embora a resistência mecânica diminua ligeiramente (Vieira, 2006).

Para a realização do TTAT, a peça soldada deve ser aquecida a uma temperatura inferior a temperatura crítica de transformação do material, ou seja, antes que ocorra alguma mudança de fase. Depois de atingida essa temperatura, a peça é mantida aquecida durante um determinado tempo de patamar ou de encharque. Segue-se então o resfriamento uniforme e controlado da peça, geralmente a uma taxa pequena, não superior a 150°C/h (Codognotto & Junior, 2011).

Os principais objetivos do TTAT são: Redução das tensões residuais, amolecimento das regiões duras, aumento da ductilidade no metal de solda e na ZTA, redução da sensibilidade a falha da corrosão sob tensão (Cantarin, 2011). Outra linha de pesquisa bastante explorada, aborda a execução de TTAT em juntas dissimilares soldadas visando reduzir os níveis de dureza (Kejelin *et al*, 2005).

### 2.3.3 Normalização

A normalização nos aços (metal base) tem por objetivo refinar e homogeneizar a estrutura do aço, conferindo-lhe melhores propriedades que as obtidas no recozimento. O resfriamento, após austenitização, é geralmente, ao ar (Chiaverini, 2008).

Já no Inconel 625, a normalização é usada para homogeneizar a sua estrutura fundida (Normalização ou recozimento) e aliviar tensões seja na fundição ou na soldagem (De Antônio *et al*, 1991).

Processos subsequentes a fundição, como a aplicação de revestimento protetor, soldagem ou brasagem, podem impor a realização de tratamentos térmicos adicionais. A temperatura particular de tratamento representa o compromisso entre a

sua efetividade e danos que podem ser causados a sua estrutura ou até a estabilidade dimensional da estrutura (De Antônio *et al*, 1991).

A normalização do Inconel 625 geralmente é realizada com seu aquecimento, próximo a 1190°C por uma hora, seguido de resfriamento ao ar (De Antônio *et al*, 1991).

Em revestimentos de Inconel 625, por soldagem, sobre aços o a normalização é utilizada para preservar as propriedades da zona termicamente afetada (ZTA) dos aços ferríticos (Cortial *et al*, 1994).

Nos estudos de Xing *et al* (2014) se verificou que durante a solidificação do Inconel 625, após revestimento por soldagem, algumas fases secundárias precipitam nos grãos e contornos de grão. Seus resultados mostram que estas fases estão dispersas principalmente as fases  $\gamma'$ , carbonetos MC (M denota Nb e Ti) e a fase de laves com formato irregular. O recozimento, por 30 minutos e a temperatura de 1150° C, causou a dissolução da maioria dos precipitados pré-existentes no estudo de Shankar *et al* (2001).

### **2.3.4 Solubilização**

O tratamento térmico de solubilização é o tratamento térmico mais frequentemente especificado para aços inoxidáveis austeníticos. O principal objetivo deste tratamento, como o nome indica, tanto para os aços quanto para as superligas de níquel, é dissolver as fases precipitadas durante o processamento termomecânico do material (Totten, G. E., 2006).

A solubilização trata especificamente de pôr em solução sólida a maior parcela possível de elementos que estejam formando outras fases no material, ou seja, solubilizar segundas fases que apresentem efeitos deletérios na resistência mecânica e na resistência a corrosão e/ou homogeneizar a microestrutura prévia da liga para posterior envelhecimento (De Antônio *et al*, 1991).

Para aplicações na indústria de petróleo e gás a liga Inconel 718 é desenvolvida com uma pequena modificação na composição química e nos tratamentos térmicos. Para esta aplicação, o objetivo é atingir uma combinação de alta resistência à corrosão e resistência mecânica (Behrens, R. e Agarwal, D. C. 2005).

Segundo norma API (UNS 07718), a sequência de tratamentos térmicos adequados é a solubilização na faixa de temperaturas entre 1021°C e 1052°C, por no mínimo uma hora e no máximo duas horas, com resfriamento ao ar, óleo ou água até a temperatura ambiente, seguido de envelhecimento na faixa entre 774°C e 802°C de seis a oito horas, com resfriamento ao ar, óleo ou água até a temperatura ambiente (Valle, L. C. M., 2010).

### **2.3.5 Técnica de Amanteigamento com dupla camada**

Uma metodologia proposta para redução dos níveis de dureza na ZAC sem o uso de TTPS se faz a partir da utilização da técnica da dupla camada (Niño, 2001).

A técnica da dupla camada foi desenvolvida para evitar trincas de reaquecimento na ZTA que ocorriam na aplicação de algumas técnicas de TTPS. Por isso é utilizado o método controlado de deposição, onde a relação entre os aportes térmicos da primeira para a segunda camada de solda deve ser criteriosamente definida para promover o refino e a redução da dureza da ZTA-GG (zona termicamente afetada de grãos grosseiros) do metal de base (Henke *et al*, 2001).

Esse método controlado é conhecido como teste de Higuchi, onde após a deposição, na seção transversal do cordão, levanta-se o perfil de microdureza da ZTA. Através desse perfil, identificam-se as regiões temperadas (duras) e revenidas (macias), bem como suas extensões para as diversas energias de soldagem utilizadas (Andrade, 2011). Num estudo recente, observou-se que o amanteigamento do aço X-60 com metal de adição similar E 9018 D1, antes da execução da soldagem dissimilar, é uma alternativa benéfica no sentido de reduzir a fragilização de interfaces  $\alpha - \gamma$ , pois obtém-se um substrato de menor teor de carbono permitindo maior diluição, de modo que, quando eventualmente formadas, as ZPDs possuíam níveis de dureza bastante inferiores quando comparadas à soldagem dissimilar diretamente sobre o X-60. Desta forma, recomenda-se, quando possível, a execução de soldas dissimilares  $\alpha - \gamma$  através do procedimento esquematizado na figura 14 a seguir (Kejelin *et al*, 2005):

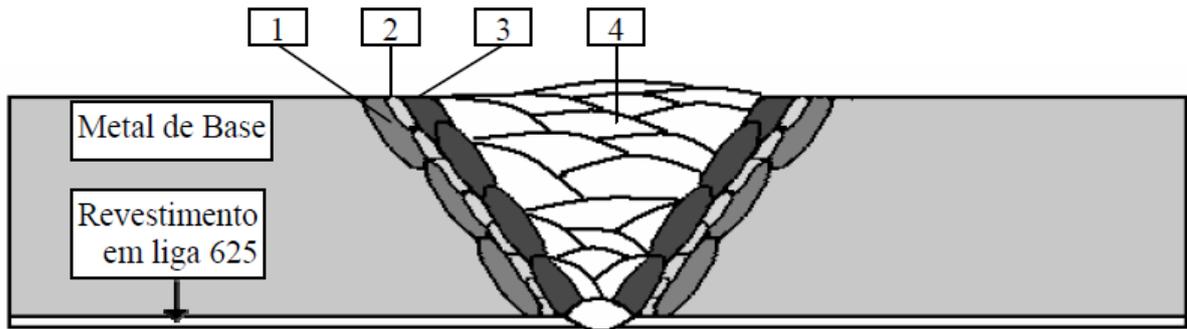


Figura 14. Esquema proposto para execução da soldagem dissimilar em dutos revestidos (Kejelin *et al*, 2005).

- 1) Amanteigamento com material similar ao de base;
- 2) Primeira camada de solda dissimilar com a mínima corrente de soldagem possível;
- 3) Segunda camada de liga de níquel com alta energia de soldagem;
- 4) Soldagem de preenchimento da junta (Máxima produtividade).

## CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS

### 3.1 Materiais utilizados

Os materiais utilizados para o desenvolvimento do presente trabalho foram obtidos a partir da realização de soldagem de revestimento de uma liga Inconel 625 em tubos de aço API 5L Gr X-52 realizado pela empresa PROTUBO CLADTEC. A PROTUBO realizou tratamentos térmicos de normalização e de solubilização nas juntas revestidas, os tratamentos térmicos foram feitos pela empresa devido as dificuldades encontradas no dobramento de tubulações revestidas para a fabricação de curvas, durante o processo de conformação trincas surgiam no revestimento.

A tabela 2 apresenta a composição química do tubo e do eletrodo utilizado para revestimento. O tubo, de espessura de 12,7 mm e diâmetro externo de 219,1 mm, foi revestido pelo processo TIG automatizado com a variante *hot wire* utilizando eletrodo ER NiCrMo-3 de 1,2 mm de diâmetro. O revestimento feito foi de espessura de 7,7 mm.

Tabela 2: Composição química do tubo API 5L Gr X-52 (API 5L, 2014) e do eletrodo ER NiCrMo-3.

Elementos químicos (Porcentagem por peso (%))							
	C	Mn	P	S	Si	Al	Nb+Ti+V
Tubo	0,206	1,27	0,025 (máx)	0,015 (máx)	0,294	0,03	0,1 máximo

	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Nb	Fe
Eletrodo ER NiCrMo-3	0,04	0,50	0,60	22,0	9,0	61,6	3,30	3,0

Foram depositadas quatro camadas de revestimento e os parâmetros de soldagem usados foram: corrente de soldagem variando na faixa 170 - 262 A, tensão de soldagem mantida na faixa de 11,4 - 12,8 V, polaridade direta, velocidade de avanço de 340 mm por minuto, energia de soldagem variando de 440 a 480

J/mm, na posição plana. Foi realizado pré-aquecimento na peça a temperatura superior a 62°C e temperatura de interpasse inferior a 180°C.

A tabela 3 apresenta as três condições estudadas neste trabalho: amostra na condição como soldada, normalizada e solubilizada. A amostra que sofreu tratamento térmico de normalização foi aquecida em forno, já a amostra solubilizada foi aquecida por meio de processo de indução eletromagnética.

Tabela 3. Condições de tratamentos térmicos das amostras.

Tratamento térmico Utilizado	Temperatura de Aquecimento	Tempo de Encharque	Meio de Resfriamento
N/A	Condição como soldada		
Normalização	1100°C	60 min	Ar
Solubilização	1030°C	30 s	Água

A Protubo forneceu para estudo 3 seções de tubulações revestidas, das quais 3 arcos foram retirados, conforme demonstrado na figura 15, uma referente a cada situação estudada (Tabela 3). As amostras utilizadas para este trabalho foram retiradas transversalmente ao cordão de solda.



Figura 15. Arco retirado da seção transversal do tubo na condição como soldado.

## 3.2 Análise Metalográfica

Para análise da microestrutura do material as amostras foram preparadas metalograficamente seguindo as seguintes etapas.

Corte no aparelho de policorte refrigerado de modelo AROCOR.80 da AROTEC com disco de corte AA3 disponível no laboratório de metalografia localizado no LAMAV/UENF.

Após o corte as amostras foram lixadas, seguindo a sequência granulométrica, com lixas de granulometria de 100, 220, 320, 400, 600 e 1200 mesh. As amostras foram lixadas utilizando a politriz semiautomática Struers existente no LAMAV/UENF. A direção de lixamento foi rotacionada em 90° a cada troca de lixa para que a obtenção de uma melhor qualidade superficial das amostras.

O polimento foi realizado com pasta de alumina de 1 e 0,3 µm. O aparelho utilizado foi a politriz Struers semiautomática para o primeiro polimento, seguindo de polimento manual bastante fluidificado com água destilada para melhor acabamento superficial da amostra.

O ataque químico, para a revelação da microestrutura dos materiais, foi realizado em duas etapas e com duas soluções diferentes devido à presença de dois materiais dissimilares nas amostras analisadas. O ataque diferenciado visa obter melhor revelação de todas as regiões presentes.

As soluções utilizadas foram: Nital 2% (2% de ácido nítrico, diluído em etanol) para ataque químico e eletrolítico do metal de base e ZTA. E ácido oxálico 10% (10% de H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> diluído em água destilada) para ataque eletrolítico da ZPD e camadas de revestimento. Foram utilizados como parâmetros de ataque voltagem de 2 V, corrente de 0,18 A e tempo de 10 s.

### 3.2.1 Microscopia

A microscopia ótica e confocal foi realizada para avaliar: o metal de base e suas respectivas alterações estruturais após o revestimento e tratamentos térmicos pós-soldagem, a zona de interface, o revestimento e sua variação microestrutural após os tratamentos térmicos

### **3.2.1.1 Microscopia Ótica (MO)**

Foi realizada análise microestrutural via microscopia ótica no microscópio Neophot 32 e Olympus GX41. Foi utilizada a técnica de observação por campo claro com diferentes aumentos.

### **3.2.1.2 Microscopia Confocal**

A microscopia confocal é uma técnica utilizada para aumentar o contraste da imagem microscópica e construir imagens tridimensionais através da utilização de um orifício de abertura, *pinhole*, que permite uma grande definição de imagem em amostras mais espessas que o plano focal.

A análise microestrutural via microscopia confocal foi realizada no LAMAV utilizando o microscópio Confocal Olympus 3D *Measuring Laser Microscope* OLS4000.

### **3.2.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

A microscopia eletrônica de varredura é utilizada comumente devido à sua capacidade de reproduzir imagens de alta resolução e de fazer microanálise química de fases específicas.

O MEV foi utilizado com objetivo de se observar a microestrutura do metal de base, metal de adição e interface entre ambos. Buscando principalmente fases e regiões onde a resolução obtida na microscopia ótica não tenha sido suficiente obtendo, portanto, micrografias de alta resolução com aumentos maiores do que os obtidos pela MO.

A técnica complementar para a identificação de fases foi a microanálise química por energia dispersiva (EDS – *Energy Disperse x-ray Spectroscopy*). Foram feitas análises quantitativas pontuais que permitem identificar, em conjunto com as imagens geradas no MEV, a composição química das fases e precipitados existentes nas amostras estudadas.

O equipamento utilizado no MEV foi o Shimadzu SSX-550 localizado no LAMAV/UENF.

### 3.3 Ensaio de dureza

Ensaio de dureza foram realizados no metal de base, metal de adição e interface do metal de base com o revestimento, nos 3 estados metalúrgicos apresentados na tabela 3. O microdurômetro utilizado foi da marca Shimadzu disponível no LAMAV/UENF. O objetivo foi avaliar as alterações de dureza nas regiões da junta, assim como verificar a influência dos tratamentos térmicos na dureza de cada região estudada.

Foram feitas 7 (sete) impressões em cada região: metal de base (MB), zona termicamente afetada (ZTA), contemplando a zona de grãos grosseiros (ZGG) e a zona de grãos finos (ZGF), ZPD e nas camadas de revestimento. As cargas utilizadas foram de 10 g e 300 g, dependendo da região, com tempo de aplicação de carga de aproximadamente 10 segundos. Na região da ZPD, a carga utilizada foi de 10 g devido à sua pequena extensão, cargas maiores extrapolariam o limite desta região. No metal de base e no revestimento foi utilizada carga de 300 g.

No metal de base, as medições foram realizadas de forma aleatória, com o espaçamento mínimo equivalente à 3 (três) vezes a medida da diagonal da impressão, para não haver influência do encruamento provocado de uma impressão na outra. Na ZTA, ZPD e em cada camada do revestimento, as impressões foram feitas no centro da região, paralelamente à linha de fusão, em linha reta com o espaçamento mínimo necessário entre cada uma. O objetivo foi de se obter a média de dureza de cada região, assim como de cada camada de solda.

## **CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO**

A seguir são apresentados e discutidos os resultados obtidos a partir do proposto no procedimento experimental, visto no capítulo anterior.

### **4.1 Condição como soldada**

A secção transversal do tubo de aço API 5L X-52 revestido internamente com Inconel 625 pelo processo TIG automatizado na condição como soldada apresenta as seguintes regiões: Região do Metal de Base, e sua ZTA, ZPD e as Camadas de Revestimento. Estas regiões foram caracterizadas e estudadas e os resultados estão apresentados a seguir.

#### **4.1.1 Metal de Base**

A figura 16 apresenta o Metal de Base, da amostra na condição como soldada. Este apresenta microestrutura típica para aços API 5L X-52, com grãos de ferrita (regiões mais claras) e grãos de perlita (região mais escura), em menor quantidade. Foi observado que houve um refinamento de grãos nesta região, com predominância de ferrita poligonal.

A ferrita poligonal tem como característica baixa densidade de discordâncias e ausências de subestruturas, sendo facilmente identificada na microscopia ótica (Ribeiro, 2014).

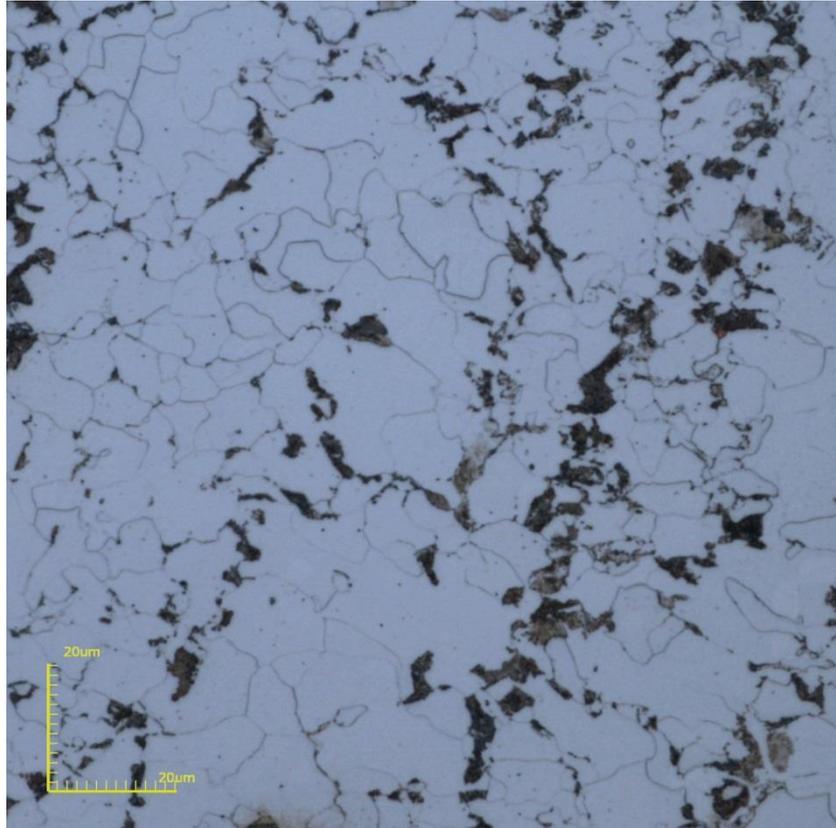


Figura 16. Micrografia do MB, na condição como soldado. Microscopia Confocal. Reagente: Nital 2%.

A estrutura da ZTA pode ser observada na figura 17 abaixo. A ZTA é composta da zona de grãos grosseiros (ZGG) e zona de grãos finos (ZGF). A ZGG apresenta como microconstituente predominante em sua microestrutura a ferrita com segunda fase alinhada FS (A), já a ZGF possui em sua microestrutura a ferrita poligonal intragranular PF (I).

Segundo Marques *et al.* (2011), as características da ZTA dependem do tipo metal de base e do processo de soldagem, pois os efeitos do ciclo térmico de soldagem podem ser os mais variados dependendo do tipo do metal. No entanto, em aços carbono e aços baixa liga a ZTA, geralmente, apresenta algumas regiões características como: Zona de Grãos Grosseiros, Zona de Grãos Finos e região intercrítica.

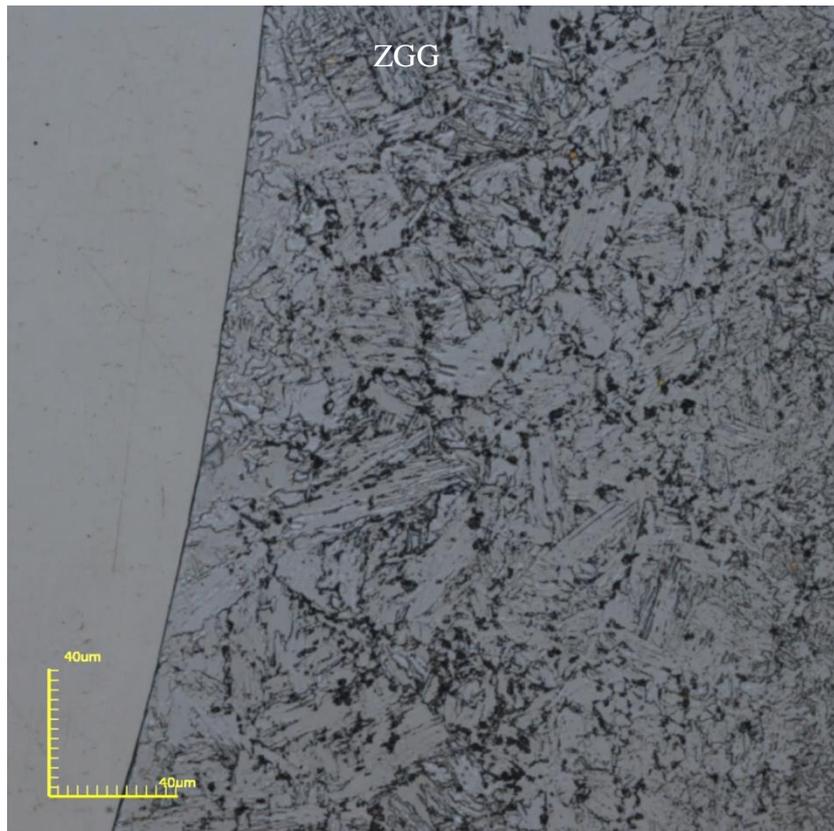


Figura 17. Micrografia da ZTA na condição como soldado. Revestimento (Esquerda) ZGG (Indicada a direita). Microscopia Confocal. Reagente: Nital 2%.

Ensaio de dureza Vickers (HV), com carga de 300 g, foram realizados no MB e na ZTA. Como mostrado na tabela 4 os valores médios de dureza calculados foram de 154 HV no MB, 234 HV na ZGG e de 188 HV na ZGF.

Pode-se perceber que a dureza da ZGG e ZGF é superior à do MB. Pinto (2011), também encontrou aumento de dureza na zona de grãos finos da ZTA do aço API 5L X65 soldado e atribuiu ao refinamento de grão, dissolução de carbonetos e a formação de microconstituente M-A (martensita-austenita).

O aumento da dureza na ZTA, mais pronunciada na ZGG ocorre devido a presença, principalmente da ferrita com segunda fase alinhada. A presença de ferrita de contorno de grão e ferrita com segunda fase alinhada, apresenta como desvantagem a redução da tenacidade do metal de solda, já que estes constituintes promovem caminhos fáceis para a propagação de trinca (Kou, 2003).

Os resultados de dureza apresentados, abaixo de 350 HV, e complementando as micrografias apresentadas nas figuras 16 e 17 indicam a não formação de constituintes frágeis na ZTA. Valores de dureza, nos aços carbono, acima de 350

HV são indícios da formação de constituintes frágeis como martensita, bainita e constituintes A-M, segundo Modenesi (2004).

Tabela 4. Valores de dureza mínima, máxima e sua média do MB, ZGF e ZGG na condição como soldado.

	<b>MB</b>	<b>ZGF</b>	<b>ZGG</b>
<b>Máx.</b>	160	208	238
<b>Mín.</b>	148	172	232
<b>Média</b>	154	188	234

#### 4.1.2 Interface MB/Revestimento

A figura 18 mostra, em sequência da direita para a esquerda, o MB, a região de interface (ZPD) e a primeira e segunda camada de revestimento. Situada entre o MB e o revestimento, encontra-se a ZPD, que pode ser observada por microscopia ótica facilmente, se apresenta como a região mais clara entre o revestimento, à esquerda, e o metal de base à direita.

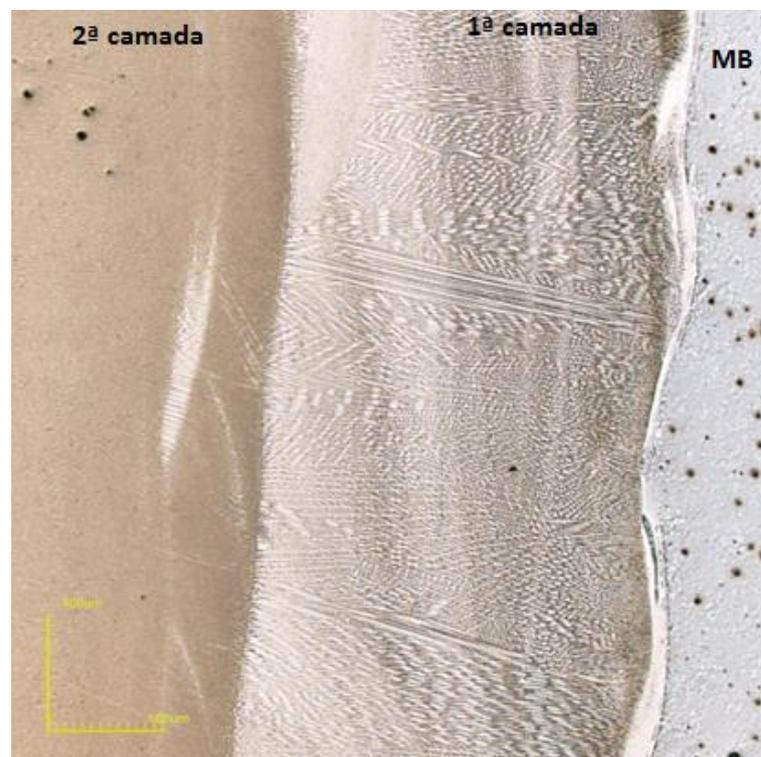


Figura 18. Micrografia apresentando, da direita para a esquerda, o MB, a ZPD e as 1ª e 2ª camadas de revestimento. Microscopia Confocal.

A ZPD apresentou em algumas regiões, conforme pode ser visto na figura 19, estruturas na forma de ilhas e baías.

Quando o metal de base líquido é impulsionado para dentro da poça de fusão, através da convecção que age nesta poça, ocorre a formação da ZPD. A convecção gerada pelo arco elétrico é capaz de empurrar o metal de adição líquido para dentro da camada do metal de base líquido gerando inclusões e, conseqüentemente, formando regiões de orientações aleatórias. Este movimento hidrodinâmico explica a ampla variação na espessura das ZPD's (Silva et al., 2010).

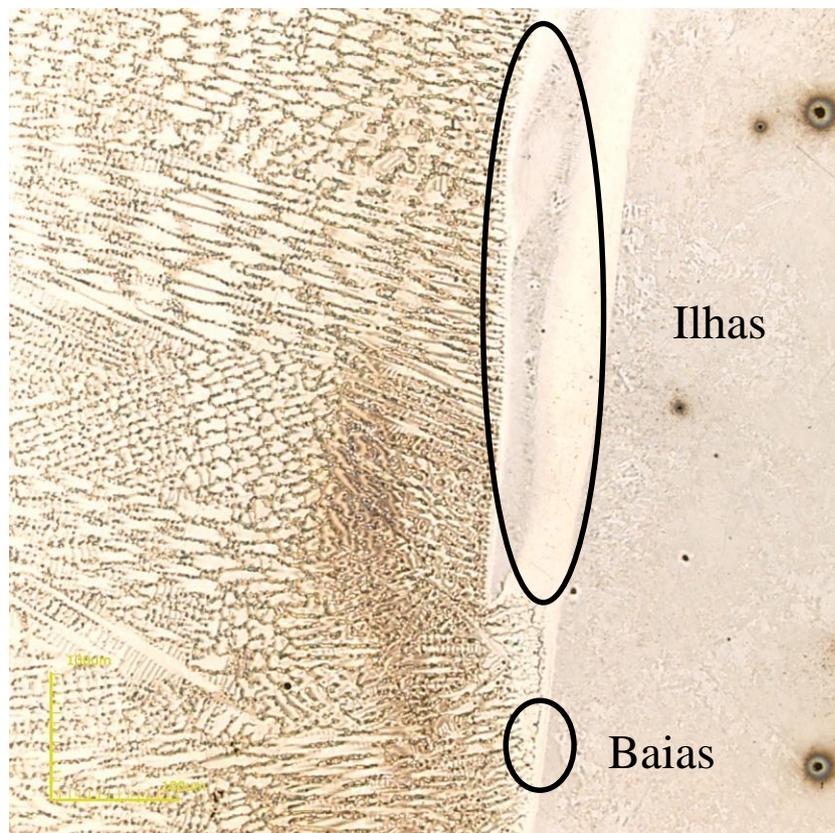


Figura 19. Estruturas de ilhas e baías na ZPD. Microscopia Confocal.

A ZPD foi dividida em duas regiões distintas para sua caracterização química. A região mais próxima à linha de fusão com o metal de base, foi identificada como região 1, já a região mais afastada da linha de fusão com o aço, nomeada como região 2. Foram feitas análises por EDS, com resultados apresentados na figura 20, para a caracterização química de cada região descrita acima (1 e 2).

O ponto 1, figura 20 (a) apresentou picos de maior intensidade de ferro e com menor intensidade de níquel e cromo. Esta composição química, rica em ferro, pode

levar a desestabilização da austenita e ao aumento da temperabilidade do material, favorecendo a formação de microestrutura martensítica.

Silva et al., (2012) relatam que os aspectos composicionais desta zona são complexos e resultam da incorporação de quantidades muito pequenas de elementos de liga a qual não é suficiente para estabilizar a estrutura austenítica mas suficiente para elevar a temperabilidade do material, favorecendo a formação de microestrutura martensítica.

A figura 20 (b) apresenta o resultado da análise por EDS do ponto 2, região da ZPD mais afastada do metal de base. Esta região apresenta picos mais pronunciados de Cr e Ni e picos menores de Mo e Nb. A presença destes elementos químicos é compatível com a composição química do Inconel 625, apresentada na tabela 2.

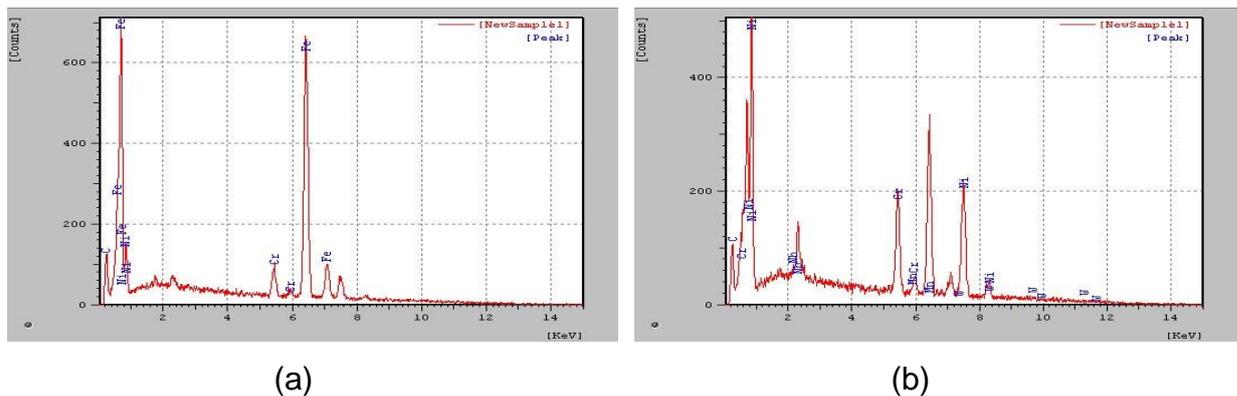


Figura 20. Análise por EDS dos elementos químicos presentes nos pontos 1 (a) e 2 (b) da ZPD.

Foram realizadas 10 impressões, com o penetrador padronizado para o ensaio de dureza Vickers, na região da ZPD com carga de 10 g, os valores de dureza calculados são demonstrados na tabela 5. A ZPD apresentou uma média de dureza de 428 HV com valor mínimo de 303 HV e valor máximo de 505 HV. O valor médio de dureza encontrado está na faixa de dureza da estrutura martensítica, de acordo com a literatura (Kejelin, 2005).

Tabela 5. Valores de dureza da ZPD na condição como soldado.

Dureza da ZPD - Como Soldado									
303	441	428	505	475	417	466	503	294	448

Os altos valores de dureza encontrados na ZPD associados aos aspectos composicionais desta região encontrados nos ensaios de EDS e relatados por Silva et al (2012) indicam a presença da microestrutura martensítica, apesar de sua visualização não ter sido possível através de microscopia ótica.

#### 4.1.3 Revestimento

A figura 21 representa a primeira e segunda camada de Inconel 625. Nas camadas de revestimento a fase predominante é austenítica com formato dendrítico, característica do Inconel 625 em sua estrutura bruta de soldagem.

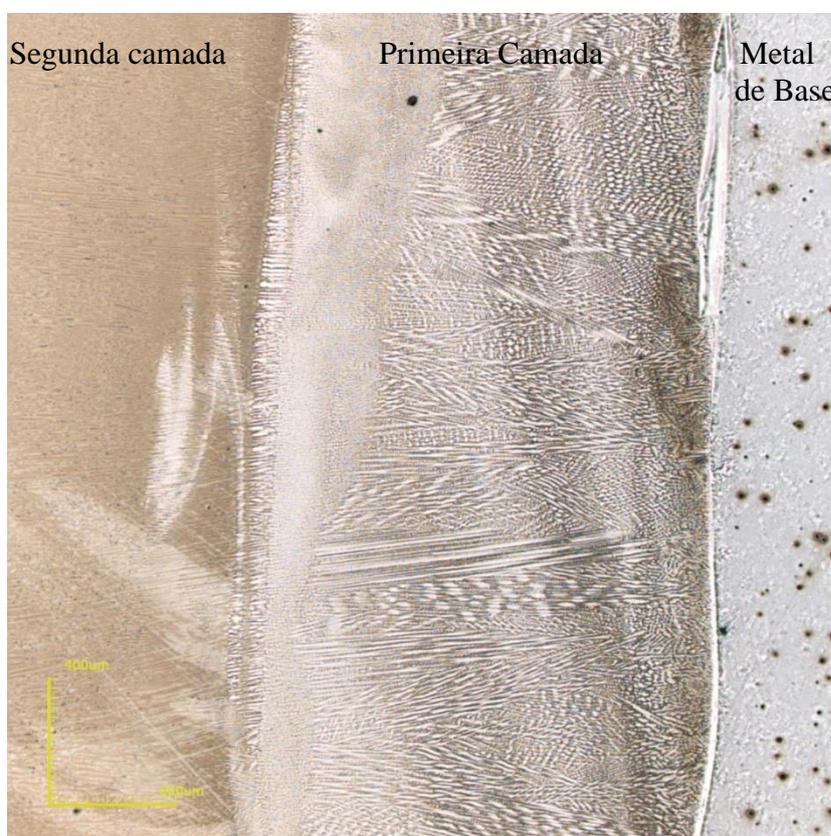


Figura 21: Micrografia apresentando o metal de base, primeira e segunda camada de revestimento. Microscopia Confocal.

Na figura 22, observam-se melhor as dendritas formadas durante a solidificação, na primeira camada de revestimento. Nela, pode-se observar a presença de estrutura dendrítica-colunar e dendrítica-celular. As dendritas apresentam-se com cor mais clara enquanto que as regiões interdendríticas aparecem mais escurecidas.

Na região interdendrítica do revestimento, pode-se observar a presença de precipitados que são formados devido ao acúmulo de elementos químicos com menor solubilidade no níquel.

A estrutura dendrítica-colunar e dendrítica-celular se apresenta em todas as camadas do revestimento, Izar (2015) relatou a mesma distribuição morfológica de fases, em seu trabalho.



Figura 22: Micrografia da primeira camada de revestimento. Microscopia Confocal.

A figura 23 mostra a segunda camada do revestimento sob um aumento de 3500 vezes. Observa-se com maiores detalhes nesta imagem a morfologia irregular dos precipitados formados após a solidificação do Inconel 625.

A composição química de três pontos diferentes foi verificada através de análise pontual por EDS. Os pontos 1 e 2, presentes na figura 23, foram escolhidos para análise química dos precipitados formados na estrutura do revestimento, já o ponto 3 se refere a análise química da matriz de Inconel.



Figura 23: Micrografia obtida pelo MEV, com aumento de 3500X. Os pontos 1 e 2 indicam dois precipitados e o 3 a matriz de Inconel 625, onde foram feitas as análises por EDS.

A figura 24 apresenta os picos, que indicam a presença dos componentes químicos presentes nos precipitados indicados pelos pontos 1 e 2 na figura 23. O resultado por EDS do precipitado indicado pelo ponto 1 se encontra a esquerda (a) e o do precipitado indicado pelo ponto 2 a direita (b).

Os resultados da análise por EDS dos dois precipitados são bem semelhantes e os seguintes elementos químicos, em ordem decrescente de intensidade dos picos, foram identificados: Nb, Ni, Cr, Fe e Si. A grande concentração de Nb se deve à rejeição sofrida por este elemento durante a solidificação do Inconel 625 (DuPont, 1996).

A composição química dos precipitados indica a presença da fase de Laves como precipitado interdendrítico. A presença de Si promove a formação da fase Laves segundo Cieslak (1998) o que, aliado as altas concentrações de Nb, reforçam a possível presença desta fase.

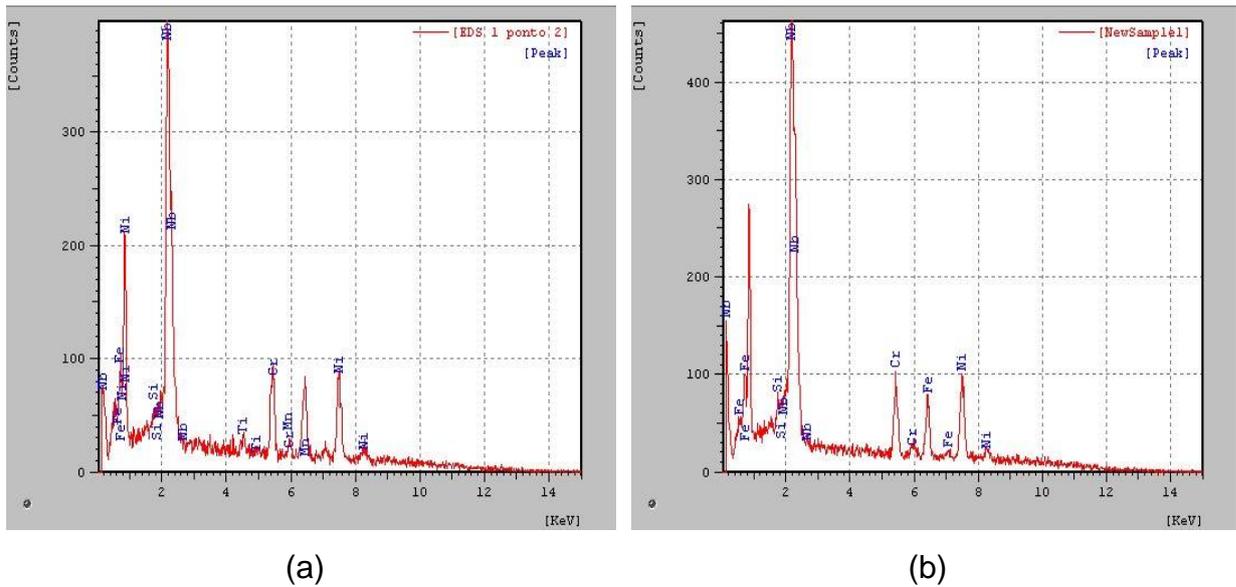


Figura 24: Análise feita por EDS nos precipitados indicados pelos pontos 1 e 2 na figura 23. Precipitado 1 apresentado a esquerda (a) e precipitado 2 a direita (b).

Os resultados da análise EDS do ponto 3, da matriz na figura 23, estão apresentados na figura 25, abaixo. A composição química pontual apresentada é similar ao do Inconel 625, com picos de Ni, Cr e Nb, comprovando se tratar da matriz austenítica. Picos de Fe, presentes na região analisada, ocorrem devido a difusão deste elemento do MB para o revestimento com a realização do procedimento de soldagem de revestimento.

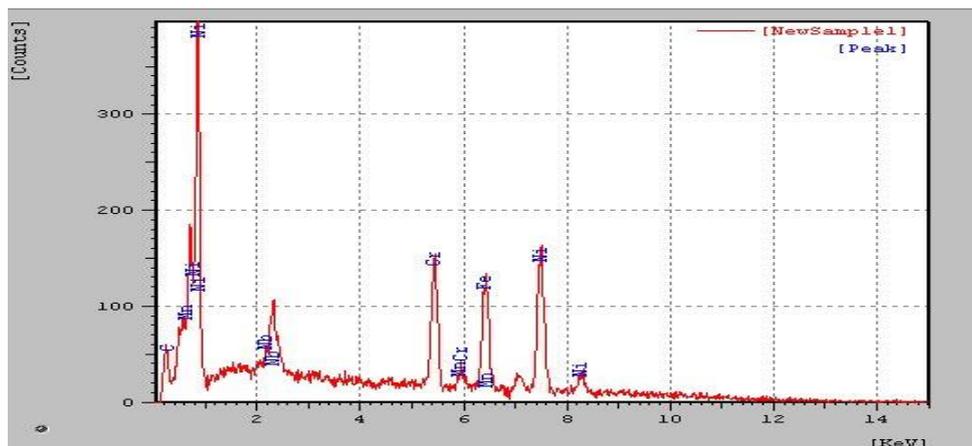


Figura 25: Análise feita por EDS no Ponto 3.

A quarta (última) camada de revestimento, figura 26, apresenta matriz austenítica com crescimento dendrítico, comportamento ocorrido nas três camadas anteriores.

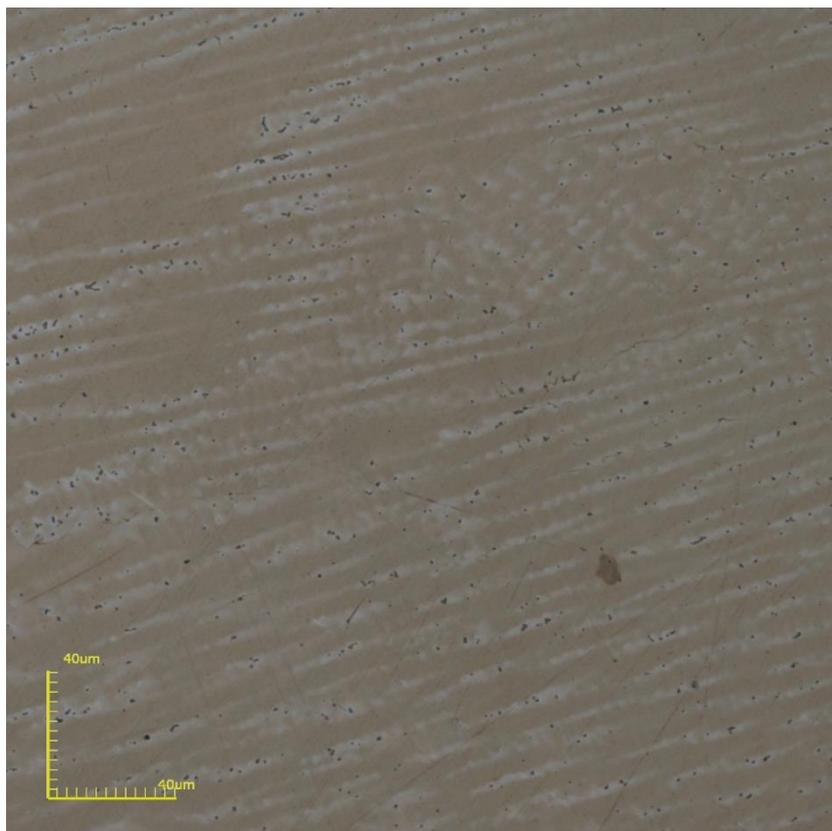


Figura 26: Micrografia da última camada de revestimento. Microscopia Confocal.  
Ataque eletrolítico com ácido oxálico.

Foi realizado o ensaio de dureza nas quatro camadas do revestimento. A carga utilizada foi de 300 g e foram feitas 4 (quatro) impressões em cada camada de revestimento.

Os valores médios de dureza obtidos da 1<sup>a</sup> à 4<sup>a</sup> camadas são, respectivamente, 239, 297, 285 e 320 HV, conforme demonstrado na tabela 6. A dureza mais elevada obtida na última camada pode ser justificada pelo fato desta camada não ter sido afetada termicamente por passes posteriores de soldagem. Os resultados aqui obtidos estão de acordo com os calculados por Ribeiro (2014) e Kejelin (2006) que conclui que a aplicação da camada posterior de soldagem do Inconel 625 normaliza a microestrutura da camada anterior, reduzindo assim sua dureza e melhorando sua tenacidade.

Tabela 6. Valores de dureza mínima, máxima e sua média em cada camada do revestimento como soldado.

	1 <sup>a</sup>	2 <sup>a</sup>	3 <sup>a</sup>	4 <sup>a</sup>
<b>Máx.</b>	248	318	316	333
<b>Mín.</b>	210	275	275	308
<b>Média</b>	238	297	292	320

Os resultados de dureza obtidos no material como soldado estão acima dos recomendados pela NACE (*National Association of Corrosion Engineers*) MR0175/2003, onde a dureza máxima é de 22 HRC (250 HV) para juntas soldadas submetidas a ambientes agressivos. Esses resultados sugerem a necessidade de tratamentos térmicos posteriores para melhorar as propriedades do revestimento.

## 4.2 Material normalizado à 1100°C por 60 min

Neste capítulo serão apresentados os resultados das análises da secção transversal do tubo de aço API 5L X-52 revestido internamente com Inconel 625 pelo processo TIG automatizado e normalizada a 1100°C por 60 minutos.

### 4.2.1 Metal de Base

O tratamento térmico de normalização para os aços é realizado em uma temperatura acima da zona crítica, ou seja, faixa de temperatura de estabilização da austenita, manutenção até que ocorra austenitização completa do material, seguido de resfriamento ao ar (Chiaverini, 2008).

A microestrutura do MB normalizado à 1100°C por 60 minutos obtida por microscopia ótica está apresentada na figura 27. Nesta, pode-se constatar a presença de grãos de ferrita poligonal PF (região clara) e de ferrita com segunda fase alinhada FS (A) (região com tons claros e escuros).

Pode-se observar que a microestrutura no MB normalizado apresenta microestrutura diferente a do MB da amostra como soldada (comparar a Figura 17 com a Figura 27), com quantidades aproximadas, de ferrita poligonal e ferrita com segunda fase alinhada e pequenas colônias de ferrita acicular. A formação de uma

microestrutura homogênea em todo o metal de base, com microestrutura explicitada acima, indica a supressão da ZTA.

Segundo *ASM Handbook* (2000), a normalização visa o refinamento e homogeneização da microestrutura presente no aço. Desta forma, os resultados obtidos não estão de acordo com o proposto pela literatura, já que a microestrutura do aço após TTPS é totalmente diferente da do material na sua condição como recebido.



Figura 27: Microestrutura do MB normalizado a 1100°C por 60 minutos. MO: Olympus GX41. Aumento: 100X.

Ensaio de dureza Vickers (HV), com carga de 300 g, foram realizados no MB. O valor médio de dureza encontrado nesta região foi de 174 HV no MB, com dureza máxima de 177 HV e mínima de 172 HV.

O metal de base submetido ao tratamento térmico em questão apresentou dureza ligeiramente superior ao material como soldado (154 HV). Isto se justifica pelos ciclos térmico a que o MB foi submetido e a sua microestrutura predominantemente composta por ferrita com segunda fase alinhada FS (A), obtida após normalização.

No trabalho de Izar (2015) também foi realizado o tratamento térmico de normalização a 1100°C por 60 minutos em aço API 5L X-52 onde a microestrutura obtida nas amostras foi idêntica à encontrada no presente trabalho e a dureza média, 166 HV muito próxima à obtida neste trabalho, de 174 HV.

#### 4.2.2 Interface MB/Revestimento

A figura 28 mostra a microestrutura presente na interface entre o MB e o revestimento após tratamento térmico à 1100°C durante 60 minutos obtida por microscopia ótica. Esta é a ZPD que se apresenta, após TTPS de normalização, em estruturas de praia.

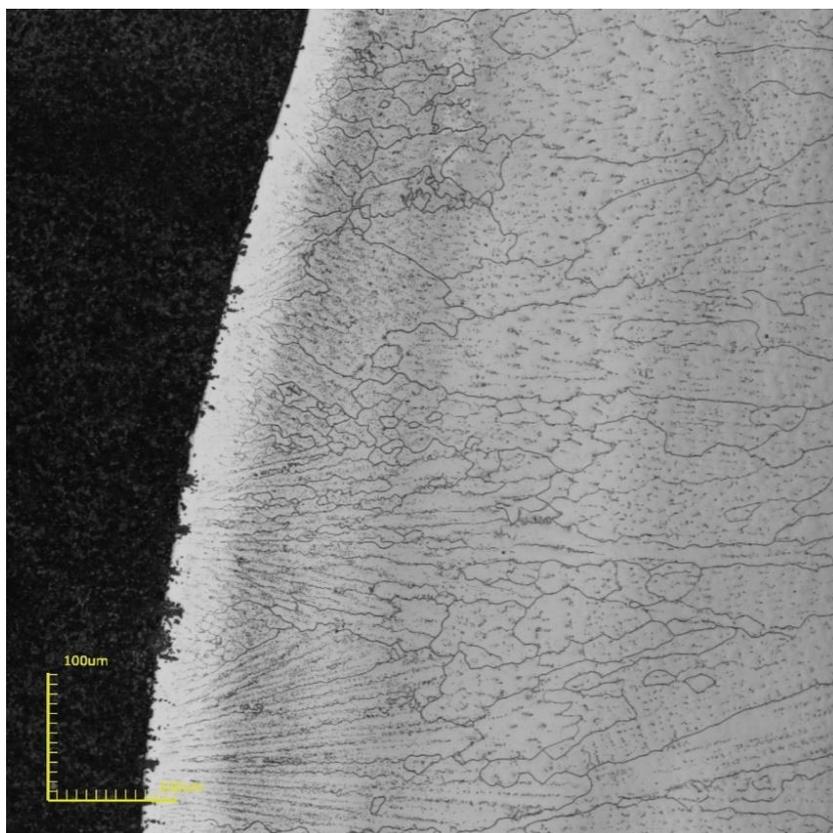


Figura 28: Interface MB/Revestimento e microestrutura do revestimento normalizado a 1100°C por 60 minutos. Microscopia Confocal.

Na figura 29 a ZPD é vista, através de microscopia eletrônica de varredura, sob um aumento de 1400X. Observa-se ao lado do metal de solda, adjacente à linha de fusão, a presença de uma zona de transição composta por uma região clara, de pequena espessura e livre de contornos de grãos.

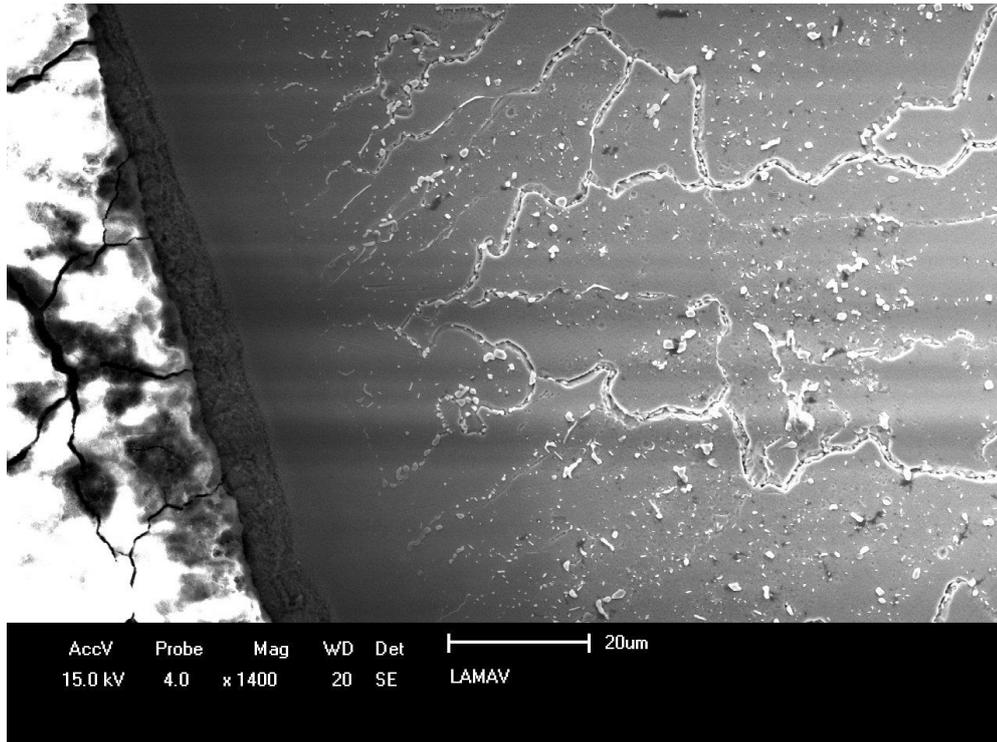


Figura 29: ZPD e microestrutura do revestimento normalizado a 1100°C por 60 minutos. MEV. Aumento: 1400X.

Nesta região foi realizada EDS para análise de sua composição química, mostrando altos teores de Fe, Ni e Cr com a presença de picos menores de Nb, Si e Mo, conforme visto na figura 30. Por se tratar de uma região de transição, resultante da mistura incompleta de materiais, a ZPD apresenta gradientes significativos de composição química (Omar, 1998).

Ribeiro (2014) relatou a ocorrência dos mesmos elementos químicos encontrados na ZPD do presente trabalho e após a realização de EDS por linha observou a grande variação dos teores de Fe, Ni e Cr quando se compara suas concentrações no limite próximo ou MB ou ao revestimento.

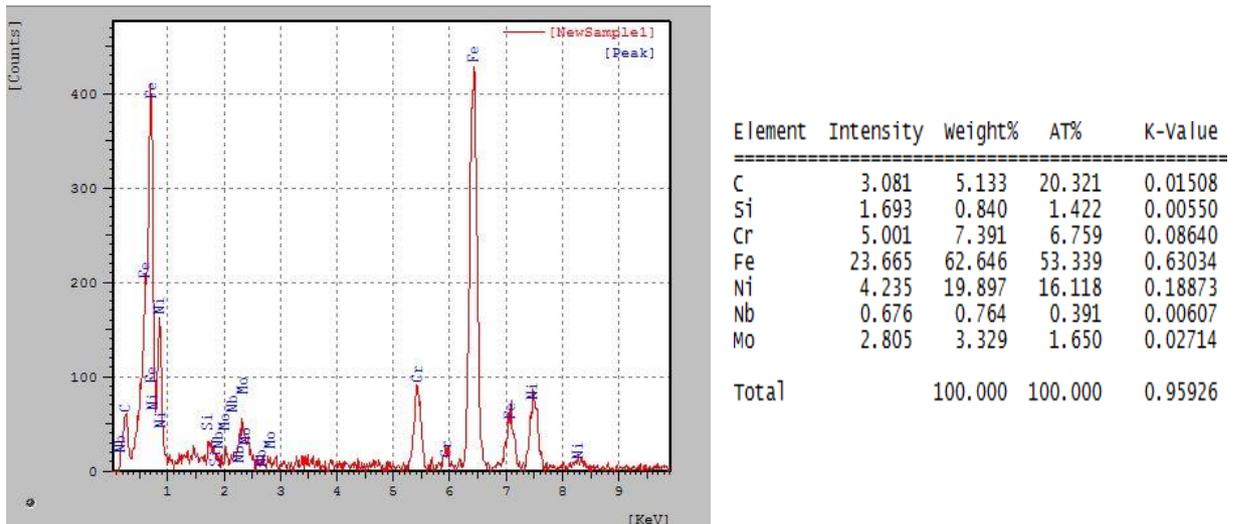


Figura 30: Análise feita por EDS na ZPD da amostra normalizada.

Os valores de dureza encontrados ao longo da ZPD após o tratamento térmico em questão apresentaram média de 370 HV, com os valores obtidos entre 307 e 501 HV, os valores de dureza estão apresentados na tabela 7. A dureza média encontrada indica a presença de microestrutura martensítica na ZPD. Kejelin (2006) relata que a dureza característica de microestruturas martensíticas é acima de 340 HV.

Tabela 7. Valores de dureza da ZPD após normalização.

Dureza da ZPD - Normalizado						
501	425	320	314	307	354	371

Os valores de dureza encontrados na ZPD do material tratado termicamente é cerca de 15% inferior aos da ZPD do material como soldado. A redução do valor de dureza da ZTA possivelmente ocorreu devido ao ciclo térmico imposto a esta zona durante a normalização.

#### 4.2.3 Revestimento

A figura 31 representa o ocorrido em todas as camadas de revestimento onde a microestrutura após tratamento térmico à 1100°C por 60 minutos deixou de apresentar morfologia dendrítica e passou a apresentar estrutura granular. Observa-

se também, em todas as camadas do revestimento, a precipitação de segundas fases.

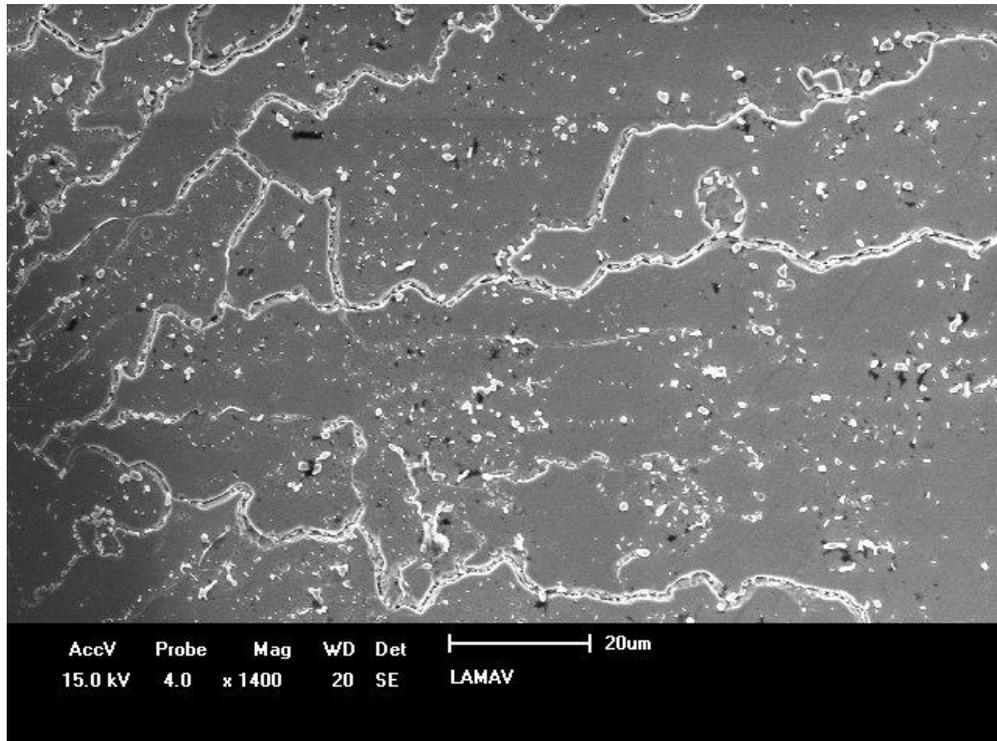


Figura 31: Precipitados formados nas camadas de revestimento após tratamento térmico de normalização. MEV. Aumento: 1400X.

Na Figura 32 são visualizados os precipitados, segundas fases, em maior magnitude e sua presença tanto nos contornos de grão quanto na região intergranular. Nesta são indicados três pontos onde foram realizados ensaios, através de análise pontual por EDS, para a medição de composição química. Os pontos escolhidos representam: a matriz (1), um precipitado (2) e a região do contorno de grão (3).

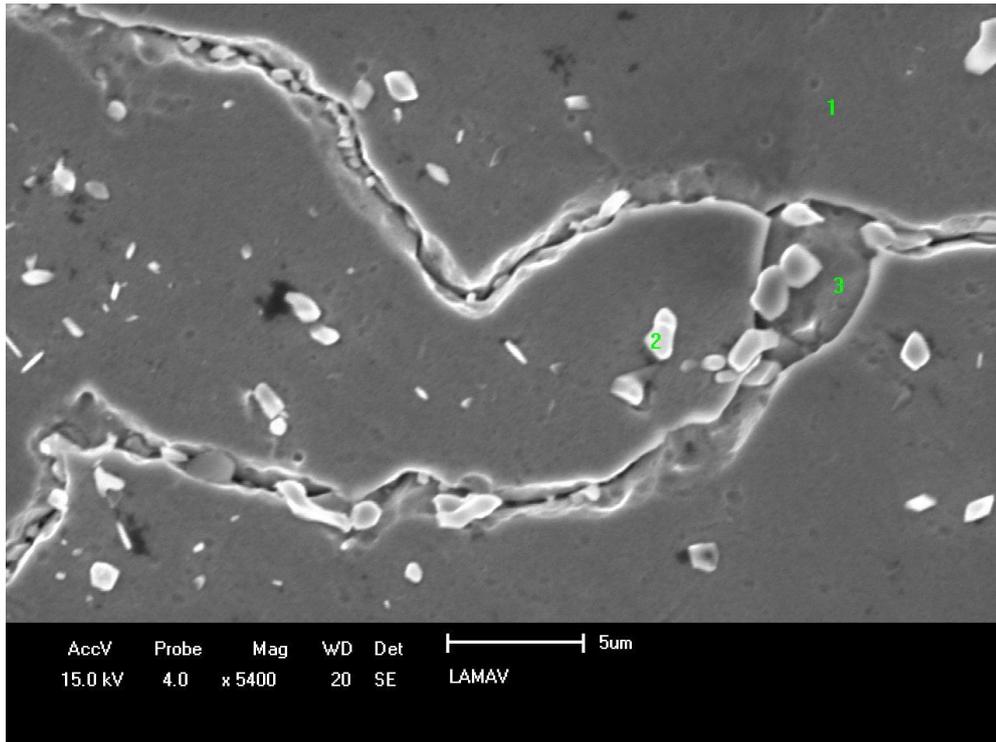


Figura 32: Precipitados formados nas camadas de revestimento após tratamento térmico de normalização e pontos de análise por EDS. MEV. Aumento: 5400X.

O ponto 1, que representa a matriz, tem o resultado de sua análise por EDS apresentado na figura 33. Este ponto apresentou picos de Ni, Cr e Mo com teores semelhantes aos apresentados pelo Inconel, quando comparado com a composição apresentada na tabela 2. A composição química encontrada, indica assim se tratar da fase austenita. A presença de picos de Fe deve-se à diluição entre a 1ª camada de revestimento e o metal de base, proveniente aplicação do revestimento por soldagem.

A análise feita no ponto três apresentou composição química bem semelhante ao obtido no ponto 1, apresentado na figura 33.

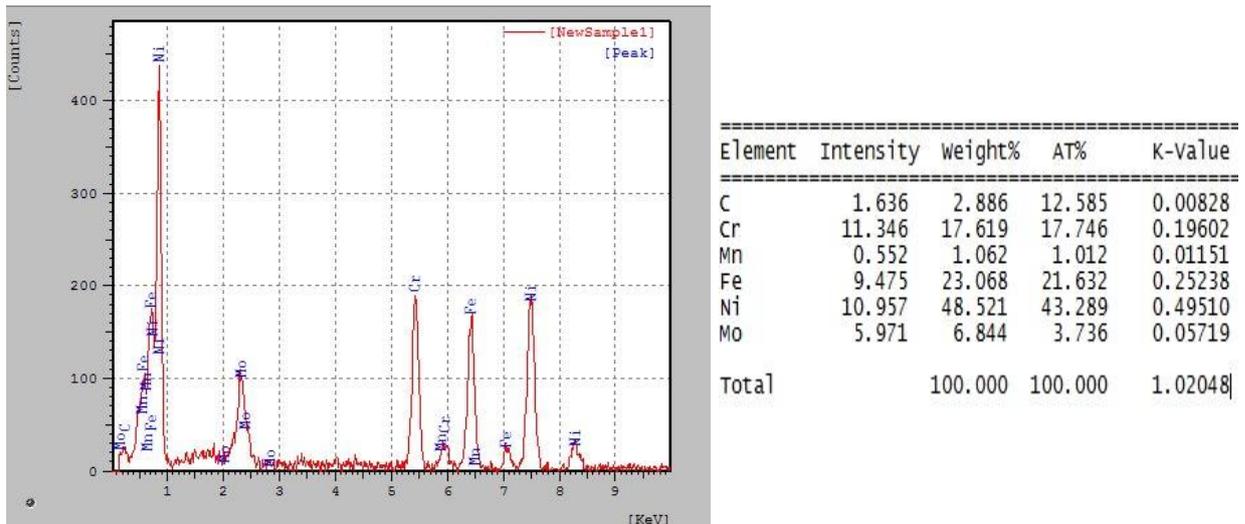


Figura 33. Análise por EDS do ponto 1, que se encontra no revestimento.

A análise por EDS apresentada na figura 34, referente ao ponto 2 da figura 37, revela que os precipitados presentes nesta região são, em sua maioria, carbeto de Nb, onde há uma grande concentração de Nb, Ni e C.

Segundo o diagrama TTT da liga Inconel 625 apresentado na figura 12, os carbeto do tipo MC são estáveis a altas temperaturas, portanto sua presença na microestrutura da liga após o tratamento térmico está de acordo com a literatura.

A fase de Laves, que possivelmente estava presente no revestimento na condição como soldado (veja a figura 25), provavelmente foi dissolvida. Shankar *et al.* (2001) após realizarem tratamento térmico a 1150°C por 30 minutos na liga Inconel 625 notaram a dissolução dos precipitados presentes, exceto os carbeto de nióbio, fato que também ocorre neste experimento.

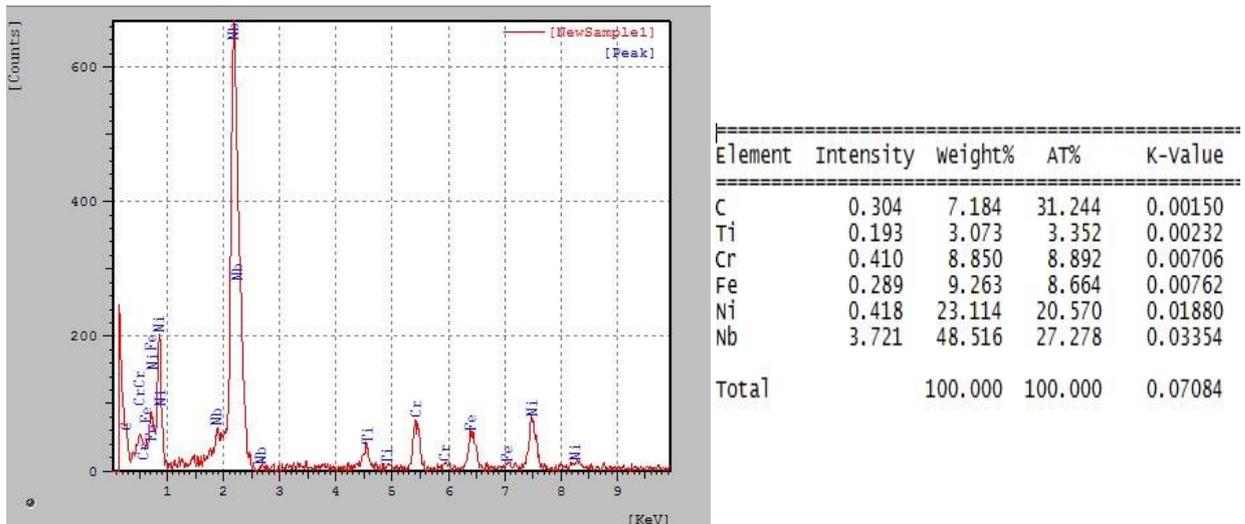


Figura 34. Análise por EDS do ponto 2, que se encontra sob um precipitado.

Ensaio de dureza foi realizado nas camadas do revestimento com o objetivo de avaliar a influência do tratamento térmico de normalização nas propriedades mecânicas da amostra estudada. Os valores de dureza obtidos em cada camada são demonstrados na tabela 8 indicando os valores mínimo, máximo e média de cada camada.

Tabela 8. Valores de dureza mínima, máxima e sua média em cada camada do revestimento após normalização.

	1 <sup>a</sup>	2 <sup>a</sup>	3 <sup>a</sup>	4 <sup>a</sup>
<b>Máx.</b>	209	246	220	217
<b>Mín.</b>	186	211	206	198
<b>Média</b>	195	226	211	206

Comparando a tabela 8 com a tabela 6, pode-se observar que os valores médios de dureza, na condição de normalizado, apresentaram valores inferiores, 26% em média, aos do material como soldado. A redução da dureza pode ser relacionada pela mudança microestrutural, onde a microestrutura do revestimento deixou de ter predominância dendrítica e passou a ser granular.

A diminuição do valor médio de dureza do revestimento com a mudança da microestrutura de dendrítica para granular, após normalização, está de acordo com o encontrado por Izar (2015).

A dureza média das camadas de revestimento, após normalização, está de acordo com a norma NACE MR 0175/ISSO 15156 de 2003, a qual especifica valor máximo de dureza de 250 HV para regiões submetidas a ambientes agressivos.

### **4.3 Material solubilizado à 1030°C por indução**

Neste capítulo serão apresentados os resultados das análises da secção transversal do tubo de aço API 5L X-52 revestido internamente com Inconel 625 pelo processo TIG automatizado e solubilizada a 1030°C, utilizando aquecimento por indução.

#### **4.3.1 Metal de Base**

Na figura 35 é visualizada a microestrutura refinada do aço. A microestrutura do metal de base após solubilização à 1030°C apresentou uma mudança morfológica considerável em relação ao material como soldado. Uma análise qualitativa desta amostra, a partir de microscopia ótica, permite avaliar que houve a supressão da ZTA e que ocorreu a recristalização e refino dos grãos do metal de base. A microestrutura do metal de base, após solubilização, apresenta predominância de grãos de ferrita (região clara) e de perlita (região com tons claros e escuros). A estrutura bruta de laminação do metal de base foi eliminada após o tratamento térmico de solubilização.

O refinamento do grão ferrítico é excelente para as propriedades mecânicas do aço, já que aumenta simultaneamente sua resistência e tenacidade, sem a necessidade de adição de elementos de liga. Ocorre ainda uma sensível melhora na resistência a fadiga e a corrosão (Silva, 2007).

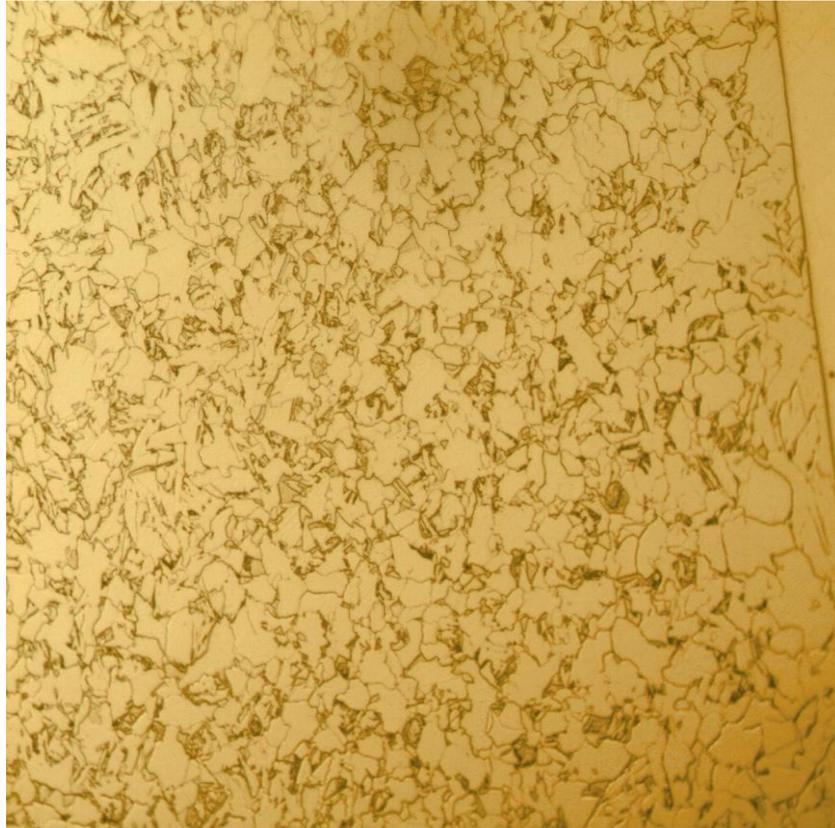


Figura 35: Microestrutura do MB solubilizado a 1030°C por indução. MO: Olympus GX41. Aumento: 500X.

Foi realizado ensaio de dureza no MB na amostra nesta condição de tratamento térmico. A carga utilizada foi de 300 g e foram feitas 5 (cinco) impressões ao longo do MB. O valor médio encontrado foi de 166 HV, apresentando valor mínimo de 152 HV e máximo de 174 HV.

O material submetido ao tratamento térmico de solubilização apresentou dureza próxima ao do material como soldado (valor 7% maior) e do metal de base normalizado (valor 5% menor).

#### **4.3.2 Interface MB/Revestimento**

A figura 36 mostra micrografia obtida por microscopia ótica do MB (direita), o revestimento (esquerda) e a interface entre o aço e o revestimento de Inconel 625, após solubilização. A ZPD é a área central da micrografia, com tonalidade clara e sem contornos de grão.

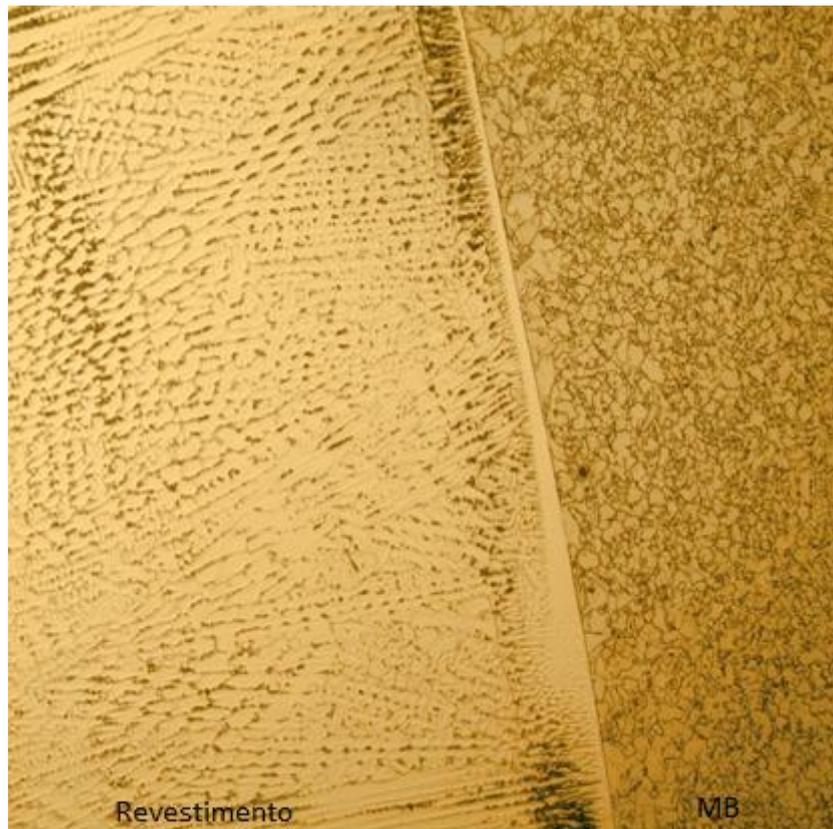


Figura 36: Interface MB/Revestimento e microestrutura do MB e revestimento solubilizado. MO: Olympus GX41. Aumento: 200X.

A micrografia obtida no MEV, com 1400 vezes de aumento, da região de interface entre o metal de base e o revestimento, ZPD é exibida na figura 37, onde são indicados dois pontos onde foram realizadas análises pontuais por EDS. A medição da composição química nestes dois pontos foi realizada para representar a composição química da ZPD (1) e da matriz de Inconel 625 (2).

Há uma região de tonalidade mais clara na micrografia da figura 37, próxima a ZPD, que ocorre devido a uma descontinuidade, no caso uma depressão, na região do revestimento. A figura 38 exibe com maiores detalhes a descontinuidade na forma de depressão na ZPD próximo ao revestimento.

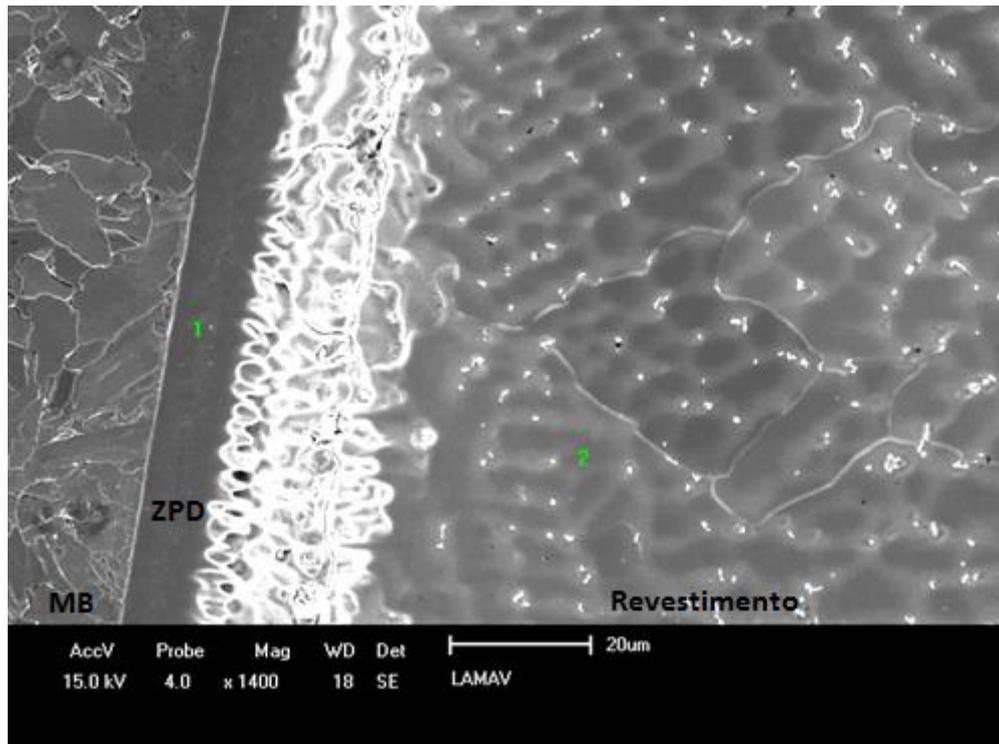


Figura 37: ZPD e microestrutura do MB (esquerda) e revestimento após TTPS de solubilização. MEV e pontos de análise por EDS. Aumento: 1400X.

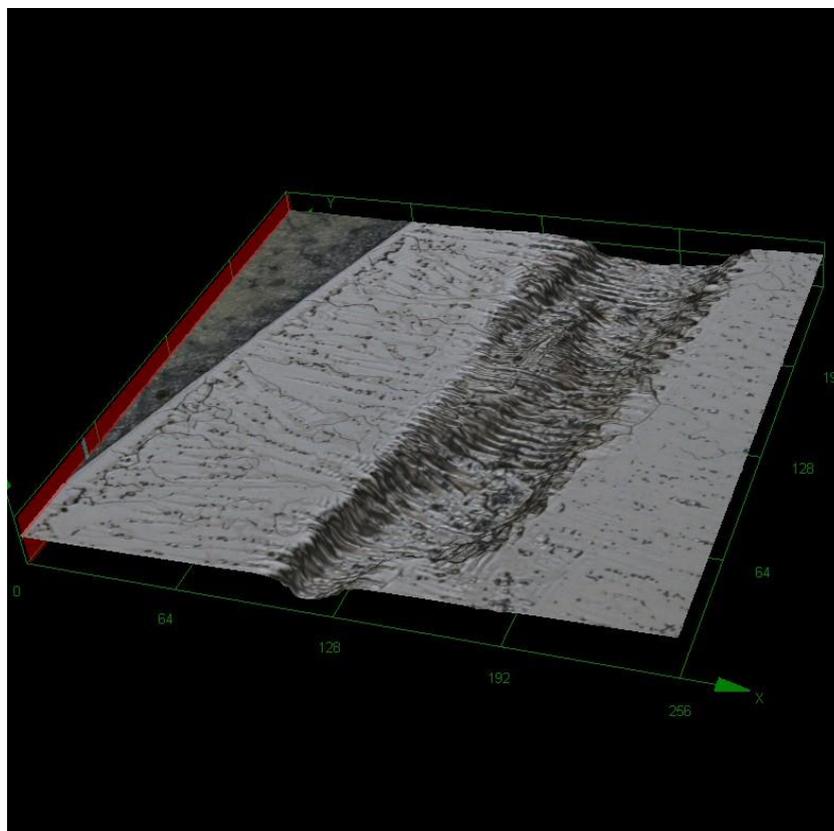


Figura 38: Descontinuidade na forma de depressão na ZPD após solubilização. Microscopia Confocal em 3D.

A partir da análise por EDS no ponto 1, figura 39, observa-se que os elementos químicos identificados na região da ZPD foram Fe, Ni e Cr. Sendo que o Fe ocorre em maior quantidade que os demais elementos. Este teor de ferro se deve a diluição do metal de base durante o processo de revestimento. A composição química da ZPD do material após solubilização é idêntica a encontrada nas outras duas condições estudadas, como soldado e normalizado.

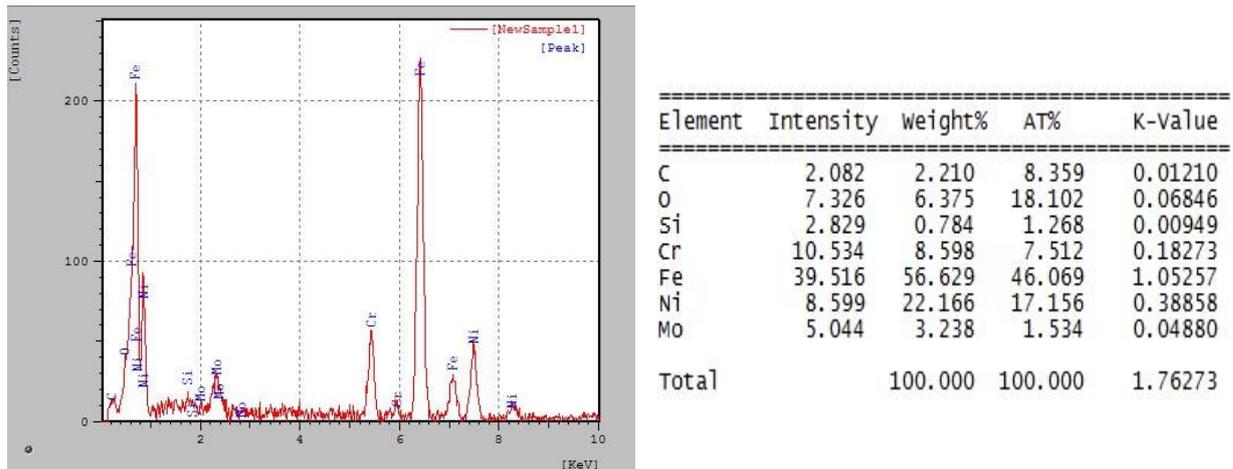


Figura 39: Análise feita por EDS na ZPD, ponto 1.

Já no ponto 2, apresentado na figura 40 abaixo, além do Fe, Cr e Ni são identificados picos de Mo. Através da análise dos resultados de EDS se verifica que o teor de Fe diminui, cerca de 50%, com o maior distanciamento do metal de base. Como não ocorre a mistura completa entre os dois materiais, um gradiente de composição química é observado, na região próxima a ZPD.

Silva et al (2012) acrescentam que as razões para a existência deste gradiente de composição têm sido atribuídas principalmente ao processo difusional entre os dois líquidos: metal de solda e metal de base na fase líquida, embora a mistura mecânica parcial entre os dois líquidos e a segregação de soluto durante a solidificação também sejam apontadas como possíveis fatores.

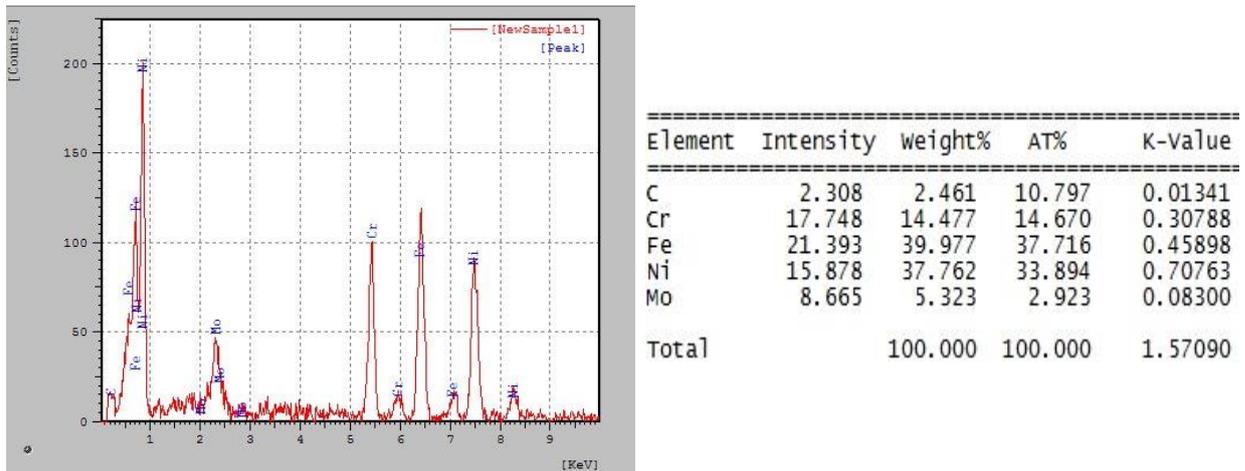


Figura 40: Análise feita por EDS na ZPD, ponto 2.

Os valores de dureza encontrados ao longo da ZPD após o tratamento térmico em questão são apresentados na tabela 9. A dureza da ZPD do material solubilizado possui média de 296 HV e valores obtidos entre 271 e 312 HV.

Tabela 9. Valores de dureza da ZPD após solubilização.

Dureza da ZPD - Solubilizado						
301	307	276	309	312	271	299

Os valores de dureza encontrados na ZPD do material submetido a TTPS de solubilização é cerca de 30% inferior aos da ZPD do material como soldado. A redução da dureza da ZPD se deve a possível ocorrência de revenimento na microestrutura martensítica, após o aquecimento da região, durante a solubilização. Doody (1992) comenta que não há limites de dureza definidos com relação às ZPDs.

### 4.3.3 Revestimento

A microestrutura do revestimento após tratamento térmico de solubilização manteve a morfologia dendrítica prévia, conforme observado nas figuras 41 e 42 abaixo, alternando entre celular, colunar e equiaxial em todas camadas. Na figura 41 a microestrutura austenítica, referente a primeira camada de revestimento é vista. Já na figura 42 a quarta camada é visualizada e possui em sua microestrutura a austenita com formato equiaxial-dendrítico, semelhante ao encontrado no trabalho de Izar (2015).

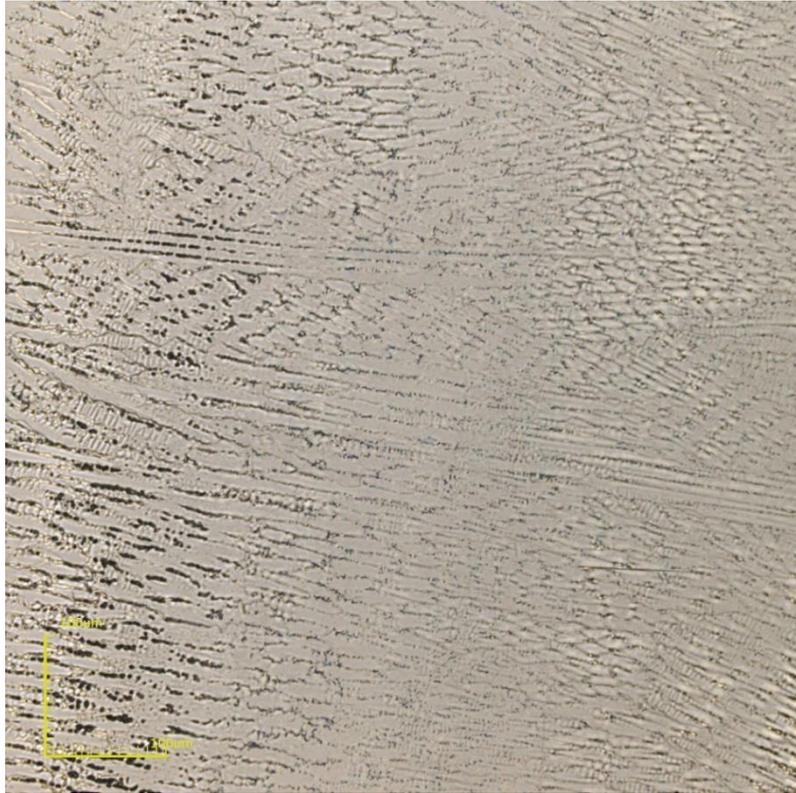


Figura 41: Microestrutura predominante da primeira camada do revestimento de Inconel 625. Microscopia Confocal.



Figura 42: Microestrutura presente na quarta camada do revestimento de Inconel 625. Microscopia Confocal.

A figura 43 apresenta a microestrutura, presente na segunda camada do revestimento de Inconel 625, sob um aumento de 4800 vezes, obtida no MEV. A microestrutura destacada é composta de matriz austenítica com precipitados. Nesta imagem é destacado o ponto 1, que se encontra sob um dos precipitados, onde foi realizada análise química por EDS.

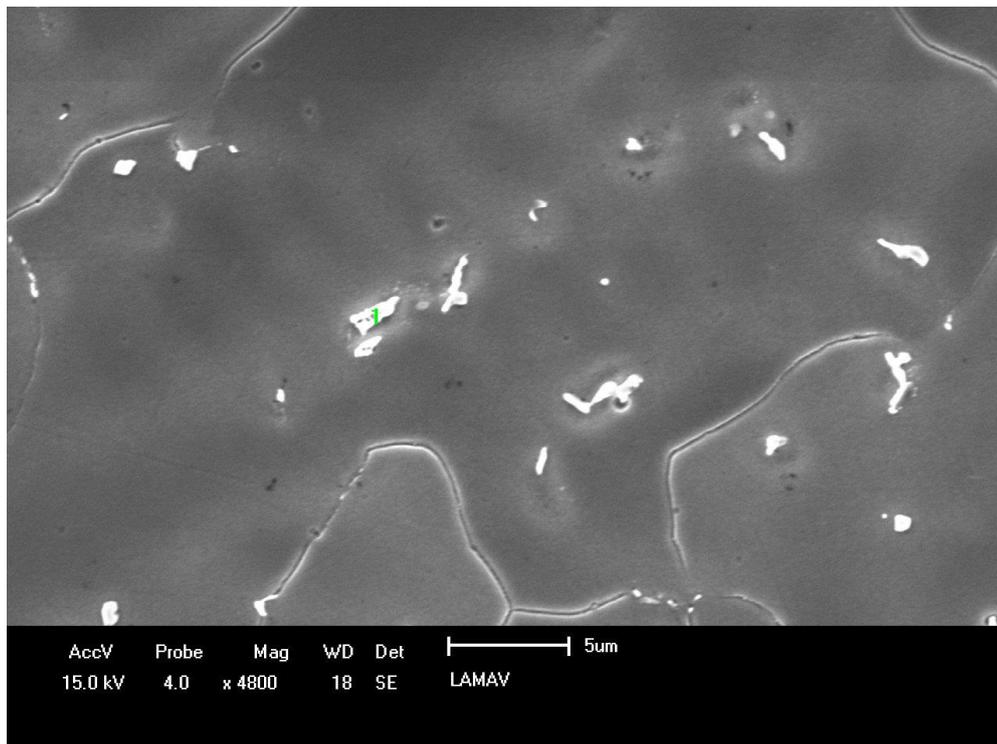


Figura 43: Precipitados presentes no revestimento após TTPS de solubilização. MEV. Aumento: 4800X.

A figura 44 apresenta a análise por EDS do ponto 1, da figura 43, onde foram identificados picos de Nb em grandes concentrações e a presença de Ni, Cr e Fe em menores proporções.

A fase Laves tem como fórmula química mais comuns  $Fe_2Ti$ ,  $Fe_2Nb$  e  $Fe_2Mo$  (Voort, 2004). A composição química apresentada com altos teores de Nb e Fe, associada a morfologia do precipitado, leva a supor que os precipitados se tratem de fase de Laves, assim como os encontrados por Izar (2015).

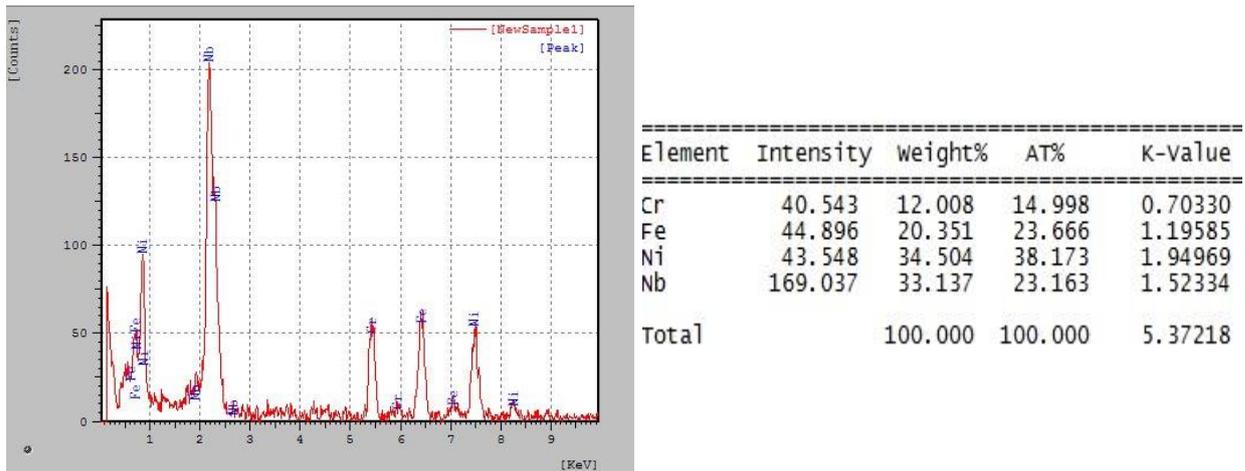


Figura 44: Análise feita por EDS na ZPD, de um dos precipitados do revestimento.

Na tabela 10 estão dispostos o valor mínimo, máximo e média de cada camada do revestimento. Os valores médios de dureza obtidos da 1<sup>a</sup> à 4<sup>a</sup> camadas são, respectivamente, 206, 231, 236 e 232 HV. Comparando-se a tabela 10, material solubilizado, com a tabela 6, material na condição como soldado, nota-se que houve uma redução da dureza, 20% em média. A redução da dureza deve ter ocorrido devido ao aquecimento do revestimento durante o tratamento térmico, fenômeno observado também por Cortial *et al* (1994).

Já quando são comparados os valores de dureza entre as camadas de revestimento após o tratamento térmico de solubilização (tabela 10) e de normalização (tabela 8) verifica-se a proximidade entre os mesmos, com diferença aproximada de 7% superior no material solubilizado.

Tabela 10. Valores de dureza mínima, máxima e sua média em cada camada do revestimento após solubilização.

	1 <sup>a</sup>	2 <sup>a</sup>	3 <sup>a</sup>	4 <sup>a</sup>
<b>Máx.</b>	214	240	250	239
<b>Mín.</b>	201	213	221	217
<b>Média</b>	206	231	236	232

#### 4.4 Considerações finais

A seguir, serão feitas considerações envolvendo e comparando as 3 condições estudadas neste trabalho, como soldado, após normalização e após

solubilização, assim como as alterações produzidas no metal de base, na ZPD e no revestimento.

Em relação ao metal de base:

- Na condição como soldado, teve em sua estrutura a formação de uma ZTA, devido ao efeito do aquecimento proveniente do processo de revestimento por soldagem TIG, com formação de uma ZGG, constituída de FS (A) como microconstituente predominante em sua microestrutura e dureza média de 234 HV, e a ZGF, que possui em sua microestrutura a PF (I) e dureza média de 188 HV;
- O TTPS de normalização alterou a microestrutura do metal de base e promoveu um arranjo microestrutural de ferrita poligonal PF (I) e de ferrita com segunda fase alinhada FS (A) suprimindo a ZTA, previamente observada. A dureza média foi de 174 HV;
- O tratamento térmico de solubilização promoveu a recristalização dos grãos, o que proporcionou o refinamento da microestrutura e a supressão da ZTA, sendo a dureza média após solubilização de 166 HV. A figura 45 exhibe as durezas máxima, média e mínima do metal de base nas três condições estudadas, a dureza do MB nas condições de normalizado e solubilizado incluem os valores referentes a ZTA;

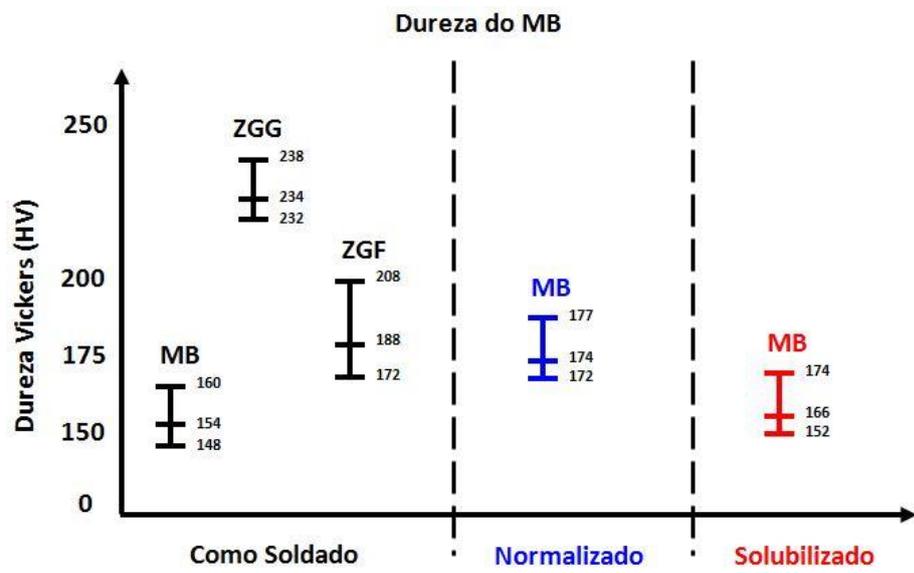


Figura 45: Dureza do metal de base nas três condições estudadas.

- Os resultados acima mostram que a microestrutura e dureza observadas, nas 3 condições estudadas, são consideradas adequadas ao metal de base. Os tratamentos térmicos realizados foram benéficos e promoveram como melhorias ao MB: a uniformização de sua dureza e a supressão da ZTA.

Em relação à interface Aço / Inconel 625:

As características da ZPD nas três condições estudadas, como soldada, após TTPS de normalização e de solubilização foram similares. A ZPD se apresentou clara, livre de contornos de grãos, com alto teor de Fe (normal para esta região) e sua morfologia não se modificou após os tratamentos térmicos.

A dureza média da ZPD na condição como soldada foi de 370 HV. A realização dos TTPS promoveu a redução da dureza da ZPD, de 15% após a normalização e de 30% após solubilização. A figura 46 exhibe as durezas máxima, média e mínima da ZPD como soldada e tratada termicamente.

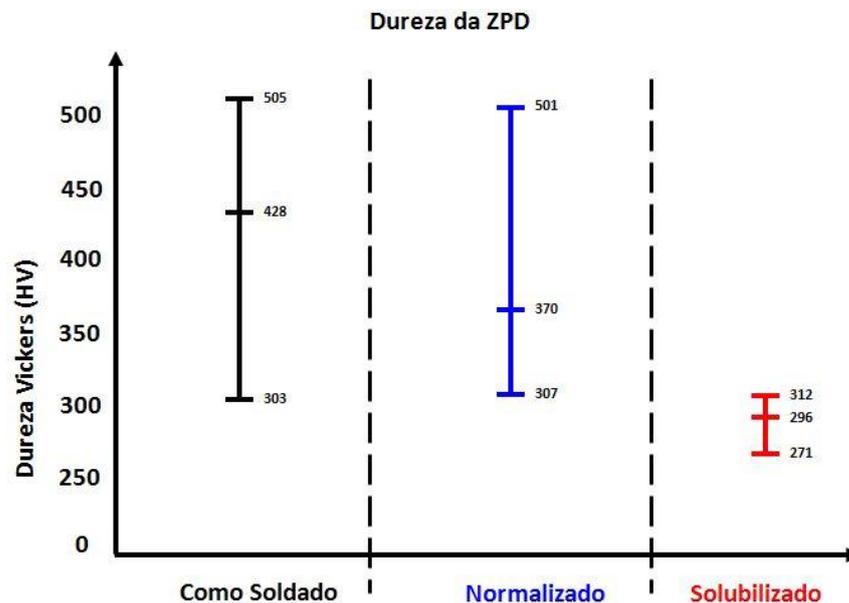


Figura 46: Dureza da ZPD como soldado e tratada termicamente.

Os valores de dureza encontrados indicam a presença de microestrutura martensítica na ZPD mesmo após a realização dos tratamentos térmicos. A diminuição da dureza devido aos tratamentos térmicos é considerada como positiva frente aos problemas mais comuns desta região, quais sejam, a fragilização por

hidrogênio, a perda de tenacidade e a diminuição da resistência à corrosão. Destaca-se também, como vantagem da solubilização, a menor dispersão da dureza calculada na ZPD.

#### Em relação ao Revestimento:

- Na condição como soldado o revestimento apresenta microestrutura austenítica com formato dendrítico celular, colunar e equiaxial com possível presença de fases secundárias de Laves na região interdendrítica além de carbeto de Nb e dureza média de 287 HV em suas camadas;
- O tratamento térmico de normalização promoveu a supressão da estrutura dendrítica do Inconel que passou a ser granular, e se observou a possível dissolução da fase secundária de Laves em carbeto do tipo MC, que permaneceram na estrutura devido a sua maior estabilidade. A normalização promoveu também a redução, de 26% em média, da dureza do revestimento, o que foi positivo para o revestimento;
- O TTPS de solubilização não promoveu mudanças microestruturais no revestimento, sendo mantido assim a microestrutura dendrítica e as segundas fases precipitadas no material como soldado. Apesar de a microestrutura ter sido mantida houve redução considerável da dureza, considerada como positiva, de 20% em média provocada pelo aquecimento da estrutura. A figura 47 exhibe a dureza mínima, média e máxima das quatro camadas do revestimento tratado termicamente e na condição como soldado.
- Quando se analisa as mudanças causadas pelos tratamentos térmicos, normalização e solubilização, na dureza do revestimento percebe-se que estes foram bastante benéficos e possibilitaram o enquadramento do material revestido na recomendação NACE MR0175/2003, onde a dureza máxima é de 22 HRC (250 HV) para juntas soldadas submetidas a ambientes agressivos.

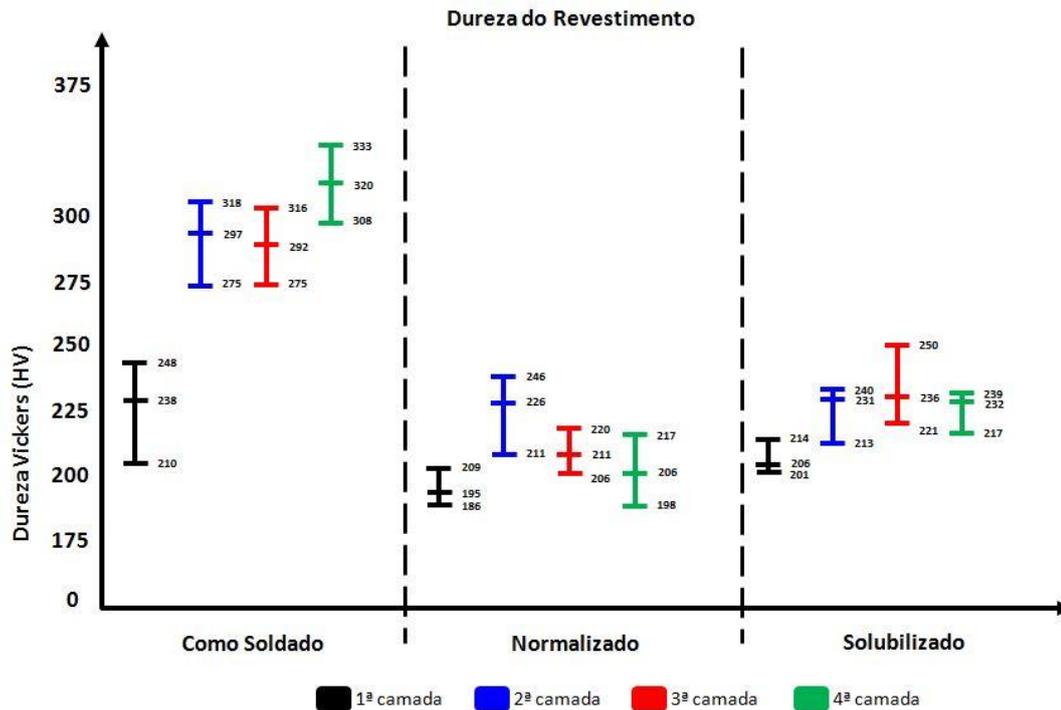


Figura 47: Dureza do revestimento como soldado e tratado termicamente.

Resumidamente os tratamentos térmicos aplicados promoveram a supressão da ZTA com a uniformização da microestrutura e dureza do metal de base, redução da dureza da ZPD e do revestimento e possível eliminação da fase de Laves, com a normalização.

Ribeiro (2014) cita em seu trabalho a necessidade de redução de dureza com a eliminação de fases frágeis em tubulações de aço API 5L X-65 revestidas com Inconel 625, para a conformação de tubos, na fabricação de curvas para a plantas de produção de petróleo. As alterações promovidas pelos tratamentos térmicos de normalização e de solubilização vistas neste trabalho são adequadas para as necessidades relatadas por Ribeiro (2014).

## CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos da avaliação metalúrgica na soldagem de revestimento do Inconel 625 sobre o aço API 5LX-65 na condição como soldado e após TTPS de normalização e após TTPS de solubilização pode-se concluir que:

Na condição como soldado, o MB teve em sua ZTA a formação de ZGG com dureza média de 234 HV e ZGF com dureza média de 188 HV. A ZPD se apresentou clara, livre de contornos de grãos e com alto teor de ferro, com dureza média de 370 HV. O revestimento possui microestrutura austenítica com formato dendrítico celular, colunar e equiaxial com fases secundárias, que aparentam ser de Laves, e carbeto de Nb. A dureza média de suas camadas é de 287 HV.

A normalização suprimiu a ZTA com o refinamento da microestrutura do metal de base com dureza de 174 HV. A ZPD permaneceu com sua morfologia e dimensão intactas, sua dureza foi reduzida em cerca de 15%. O revestimento após normalização desenvolveu uma estrutura granular com a possível dissolução da fase secundária de Laves e redução, de 26% em média, de sua dureza. A normalização foi considerada benéfica às propriedades da solda de revestimento.

O tratamento térmico de solubilização eliminou a ZTA e refinou a microestrutura do MB, com dureza de 166HV. A ZPD manteve sua extensão e microestrutura, mas a dureza foi reduzida em cerca de 30%. O revestimento manteve sua microestrutura e precipitados, mas a dureza foi reduzida em cerca de 20%. Desta forma, a solubilização foi considerada benéfica às propriedades da solda de revestimento.

Os tratamentos térmicos de normalização e de solubilização reduziram a dureza do revestimento, podendo ambos serem enquadrados nos quesitos da norma NACE MR0175/2003, que estabelece dureza máxima de 250HV.

Em suma os tratamentos térmicos aplicados ao Inconel 625 revestido sobre o aço API 5L X-52 foram benéficos, já que promoveram a homogeneização da microestrutura e a redução de dureza do metal de base, a redução da dureza da ZPD e o enquadramento do revestimento na norma NACE MR0175/2003 o que possibilita a sua utilização em ambientes agressivos (corrosão), principalmente na indústria offshore de petróleo e gás.

## **CAPÍTULO 6: SUGESTÕES**

- Realizar ensaios mecânicos complementares para se avaliar com maior profundidade o efeito dos tratamentos térmicos pós soldagem e fazer uma correlação mais completa entre microestrutura e propriedades mecânicas.

- Utilizar a Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) para confirmar com exatidão as fases secundárias precipitadas durante o revestimento e após a realização dos TTPS estudados.

## CAPÍTULO 7: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASM – American Society for Metals. (1993). Welding Brazing and Soldering. 11ª edição. Vol. 6.

ASM – American Society for Metals (1994). Properties and selection: Iron, steels and high performance alloys. 10ª edição. Vol. 1.

Andrade, W. S. (2001) Estudo da técnica de dupla camada na soldagem do aço AISI 1045. Dissertação de graduação. UFS. 45p.

Batista, K. B. (2013) Caracterização de Superfícies de Aços Galvanizados Utilizando a Técnica de Espectroscopia de Impedância Eletroquímica. Dissertação de Mestrado. UFMG. 93p.

Behrens, R., Agarwal D. C. (2005) Laboratory testing of age-hardenable alloys 925 and 718, in source of gas environments. Corrosion, number 05. Nace International.

Berndt, M. L., Berndt, C. C. (2003) Thermal Spray Coatings. Corrosion: Fundamentals, Testing and Protection. Vol 13A. ASM Handbook. ASM International. p.803-813.

Cantarin, T. N. (2011) Caracterizações mecânicas e microestruturais do aço AISI 8630 modificado revestido com a liga de níquel 625 por soldagem “GTAW”. Dissertação de Mestrado. USP. 92p.

Chiaverini, Vicente (2008) Tratamento térmico das ligas metálicas. ABM. São Paulo. 272 p.

Cieslak, M. J *et al* (1988) A melting and solidification study of alloy 625. Metallurgical transactions A. Vol. 19A.

Cognotto, M. & Junior, R. C. (2011) Tratamento térmico de alívio de tensões na soldagem. Solução ESAB.

Cortial, François *et al* (1994) Heat treatments of weld alloy 625: influence on the microstructure, mechanical properties and corrosion resistance. The minerals, metals & materials society.

Costa, J. F. M., Payão Filho, J da C. (1994) Resistência ao desgaste abrasivo de revestimento de ferro fundido branco alta-liga soldado pelo processo arame tubular autoprottegido. III Seminário Brasileiro de Materiais Resistentes ao Desgaste. 181-200p.

Davis, J. R. (1993) Hardfacing, Weld Cladding, and Dissimilar Metal Joining. Welding, Brazing and Soldering. ASM Handbook, ASM International, Vol 6.

De Antônio, D. A., *et al* (1991) Heat treating of superalloys. ASM Handbook, ASM International. Vol. 4.

Delgado, Luiz Carlos (2000) Estudo e desenvolvimento do processo TIG com alimentação automática de arame. Dissertação de mestrado. UFSC. 98p.

Doody, Thomas. (1992) Intermediate mixed zones in dissimilar metal welds for sour service. Welding Journal. March.

DuPont, J. N. (1996) Solidification of an Alloy 625 Weld Overlay. Vol. 27A: 3612 – 3620. Ed. UFMG, Belo Horizonte. 51p.

Dutra, A. C., Nunes, L de P. (2006) Proteção catódica: Técnica de combate a corrosão. 4º Edição. Editora Interciência. 262p.

Folkhard, Erich (1988) Welding metallurgy of stainless steels. Springer-Verlag Wien. 279p.

Floreen, S., Fuchs, G. E., Yang, W. J. (1994) The Metallurgy of Alloy 625. <[http://www.tms.org/superalloys/10.7449/1994/superalloys\\_1994\\_13\\_37.pdf](http://www.tms.org/superalloys/10.7449/1994/superalloys_1994_13_37.pdf)>  
Acessado em: Maio de 2014.

Gentil, Vicente (1996) Corrosão. 3ª Edição. LTC. 345p.

Gentil, Vicente (2007) Corrosão. 5ª Edição. LTC. 353p.

Gittos, M. F., Gooch, T. G. (1996) Effect of iron dilution on corrosion resistance of Ni-Cr-Mo alloy cladding. British Corrosion Journal, UK, v. 31, n. 4, p. 309-314.

Gomes, J. H. F. (2010) Análise e otimização da soldagem de revestimento de chapas de aço ABNT 1020 com utilização de arame tubular inoxidável austenítico. Dissertação de Mestrado. UNIFEI. 136p.

Gomes, L. M. F. (2003) Estudo da susceptibilidade à corrosão sob tensão e à corrosão-fadiga do aço API X-65 aspergido termicamente utilizado em componentes offshore. Tese de Doutorado. UFRS. 121p.

Henke, S. L. *et al* (2001) Estudo comparativo do reparo por soldagem dos aços inoxidáveis martensíticos AISI 410 e CA-6NM. COBEF – 2001.

IODS - Weld Cladding, Pipe Cladding, Clad Pipe Fittings and Fabrication Disponível em: <<http://www.offshoretechnology.com/contractors/pipes/iods/iods1.html>>. Acesso em: 19 de Fevereiro de 2015.

Izar, T. B. S. (2015) Efeito dos tratamentos térmicos pós-soldagem na microestrutura e propriedades de uma junta dissimilar entre o aço API 5L X-52 e a liga Inconel 625. Tese de mestrado. UENF. 54p.

Junior, J. C. S.; Rocha, D. B.; Brandi, S. D. (2013) Uma Breve Revisão Histórica do Desenvolvimento da Soldagem dos Aços API para Tubulações. Soldagem e Inspeção. São Paulo, Vol. 18, Nº. 02, p.176-195.

Kejelin N. Z., Buschinelli A. J. A., Bohórquez C. E. N. (2005) Soldagem dissimilar do aço X-60 com Inconel 625, Labsolda/EMC/UFSC, Florianópolis, Santa Catarina, Brasil.

Kou, Sindo (2003) *Welding Metallurgy*. 2ª Edição. John Wiley & Sons. 480p.

Lage, M. G., Araújo, C. S. (2010). Estudo da precipitação em Aços Alta Resistência e Baixa Liga por Termodinâmica Computacional. *Tecnol. Metal. Mater. Miner.*, São Paulo, v. 7, n. 1-2, p. 24-28.

Mankins, W. L. e Lam, S. (1990) *Nickel and Nickel Alloys*. ASM Handbook. ASM International. Vol. 2.

Mariano, C., Paredes, R. S. C., Junior, A. F. F. (2007) Desenvolvimento de revestimentos de nióbio resistentes a elevadas temperaturas depositados por aspersão térmica. 4º PDPETRO. Campinas, SP. 8p.

Marques, P. V., Modenesi, P. J., Bracarense, A. Q. (2007). *Soldagem fundamentos e tecnologia*. 2ª Edição. Editora UFMG. 363p.

Matlakhov, A. N. (2011) *Corrosão e proteção dos materiais*. Campos dos Goytacazes: UENF/LAMAV. Apostila.

Mathew, M. D. et al (2007). Microstructural changes in alloy 625 during high temperature creep. *Materials characterization* 59. p. 508-513.

Meyer, D. W. (1993) *Flux-Cored Arc Welding*. *Welding, Brazing and Soldering*. ASM Handbook, ASM International, Vol.6.

Neto, F. A. S. (2010) Avaliação de revestimentos com ligas de níquel aplicados por soldagem em tubulações para o setor de petróleo e gás. Tese de mestrado. UFCG. 148p.

Niño, C. E. (2001) Especificação de procedimentos de reparo por soldagem sem tratamento térmico posterior: efeito de revenimento produzido pelos ciclos térmicos. Tese de Doutorado. UFSC. 192p.

Oliveira, E. M. (2011) Comportamento microestrutural da liga Inconel 718 em aplicações por soldagem TIG. Tese de mestrado. CEFET-RJ. 86p.

Omar, A. A. (1998). Effects of Welding Parameters on Hard Zones Formation at Dissimilar Metal Welds. *Welding Journal*, Miami, 77, n. 2, p.86-93.

Pinto, F. C. (2011). Caracterização mecânica e microestrutural do aço API 5L X-65 soldado por feixe de elétrons. Dissertação de Mestrado. 123p.

Ribeiro, R. A. (2014). Caracterização de juntas de aço carbono revestidas com inconel 625 pelo processo TIG automatizado e pela soldagem por explosão. Tese de Mestrado. UENF. 116p.

Silva, C. C. (2010) Revestimentos de ligas de níquel depositados pelo processo TIG com alimentação de arame frio – Aspectos operacionais e metalúrgicos. Tese de doutorado. UFC. 325p.

Silva, C. C., Afonso, C. R. M., Ramirez, A. J., Motta, M. F., Miranda, H. C., Farias, J. P. (2012) Aspectos metalúrgicos de revestimentos dissimilares com a superliga à base de níquel Inconel 625. *Soldagem e Inspeção* Vol. 17, Nº 3, p. 251-263.

Silva, Hezio Rosa (2007) Efeito do tamanho de grão ultrafino nas propriedades mecânicas do aço Nb-Ti laminado a morno seguido de recozimento intercrítico e subcrítico. Dissertação de mestrado. UFMG. 98p.

Sims, C. T., Stoloff, N. S. e Hagel W. C. (1987) *Superalloys II*. John Wiley & Sons Inc. 640 p.

Shankar, Vani *et al* (2001) Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy. *Journal of nuclear materials* 288.

Special Metals Corporation (2006). INCONEL alloy 625. Publication Number SMC-063.

Stoloff, N. S. e Lam, S. (1990) Wrought and P/M superalloys. ASM Handbook. ASM International. Vol. 1.

Totten, G. E. (2006) Steel heat treatment: Metallurgy and technologies. 2<sup>nd</sup> Edition. Taylor & Francis. 832p.

Valle, L. C. M (2010) Efeitos da solubilização e do envelhecimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas da superliga Inconel 718. Dissertação de Mestrado. UFRJ.

Vieira, L. A. (2006) Avaliação da tenacidade após tratamento térmico de alívio de tensões em soldas produzidas com arames tubulares rutílicos que contenham níquel. Dissertação de Mestrado. UTMG.

Voort, V. G. F.; Lucas, G.M.; Manivol, E.P. (2004) Metallography and Microstructures of Heat-Resistant Alloys, Metallography and Microstructure. ASM Handbook, ASM International, Vol 9, p. 820–859.

Xing, Xixue *et al* (2014) The effect of post-weld heat treatment temperature on the microstructure of Inconel 625 deposited metal. Journal of alloys and compounds 593.

Wainer, Emílio; Brandi, S. D.; Mello, F. D. H. (1992) Soldagem: processos e metalurgia. São Paulo. Edgard Blücher Ltda.

Wang, Zihui. (1993) Study of martensite structure at weld interface and fracture toughness of dissimilar metal joints. Welding journal.