



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**CENTRO DE TECNOLOGIA**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS**  
**CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA**

**LUCAS ALVES DE MORAES**

**ESTUDO DAS ZONAS PARCIALMENTE MISTURADAS DE AÇOS 9NI SOLDADOS  
COM A LIGA INCONEL 625 SOB INFLUÊNCIA DA ENERGIA DE SOLDAGEM**

**FORTALEZA**

**2022**

LUCAS ALVES DE MORAES

ESTUDO DAS ZONAS PARCIALMENTE MISTURADAS DE AÇOS 9NI SOLDADOS  
COM A LIGA INCONEL 625 SOB INFLUÊNCIA DA ENERGIA DE SOLDAGEM

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Graduação em Engenharia Metalúrgica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Engenharia Metalúrgica.

Orientador: Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva

FORTALEZA

2022

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Universidade Federal do Ceará  
Biblioteca Universitária  
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

---

M821e Moraes, Lucas Alves de.  
Estudo das Zonas Parcialmente Misturadas de Aços 9Ni soldados com a liga Inconel 625 sob influência da energia de soldagem / Lucas Alves de Moraes. – 2022.  
89 f. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Curso de Engenharia Metalúrgica, Fortaleza, 2022.  
Orientação: Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva.

1. Soldagem. 2. Caracterização microestrutural. 3. Metalurgia física. I. Título.

CDD 669

---

LUCAS ALVES DE MORAES

ESTUDO DAS ZONAS PARCIALMENTE MISTURADAS DE AÇOS 9NI SOLDADOS  
COM A LIGA INCONEL 625 SOB INFLUÊNCIA DA ENERGIA DE SOLDAGEM

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Graduação em Engenharia Metalúrgica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Engenharia Metalúrgica.

Aprovada em: 22/07/2022

BANCA EXAMINADORA

---

Prof. Dr. Cleiton Carvalho da Silva (Orientador)  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof. Dr. Helio Cordeiro de Miranda  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof. Dr. Émerson Mendonça Miná  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

À minha família.

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus, pelo dom da vida.

Aos meus pais, João Filho e Ozilda Moraes, que sempre me incentivaram de todas as formas e priorizaram minha educação.

Ao professor Dr. Cleiton Carvalho Silva, por todo seu tempo dedicado à excelente orientação deste estudo.

Aos professores da banca examinadora, professor Dr. Helio Cordeiro de Miranda e professor Dr. Émerson Mendonça Miná, pela disponibilidade e contribuições valiosas para este trabalho.

Ao Laboratório de Pesquisa e Tecnologia em Soldagem (LPTS/UFC), por ter me acolhido durante toda minha jornada de iniciação científica, e aos seus membros, dentre os quais destaco o professor Dr. Willys Machado Aguiar, por todos os momentos de compartilhamento de conhecimento; e Pedro Paulo Nunes Maia, pelo apoio durante todo o projeto de pesquisa.

Ao Programa de Recursos Humanos da Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis – PRH-ANP, suportado com recursos provenientes do investimento de empresas petrolíferas qualificadas na Cláusula de P, D&I da Resolução ANP nº 50/2015, pelo apoio financeiro.

A Ana Beatriz Ferreira Sousa, por seu companheirismo e apoio em todas as horas.

Aos amigos de turma e de Centro Acadêmico, Breno Lucena, Bruno Linhares, Daniel Aquer, Emerson Santana, Leandro Rodrigues e Saymon Rodrigues, por todas as experiências vividas durante o curso de graduação.

A todos que participaram de alguma forma para com minha jornada acadêmica.

“Se vi mais longe, foi por estar sobre os ombros de gigantes.” (ISAAC NEWTON).

## RESUMO

Aços com 9%p de Ni são amplamente utilizados desde a década de 1960 como materiais de construção de tanques de armazenamento de Gás Natural Liquefeito (GNL); e atualmente, têm sido aplicados em sistemas de reinjeção de CO<sub>2</sub> em estado líquido por possuírem baixas temperaturas de transição dúctil-frágil (TTDF) para situações criogênicas – até -196°C e pressões de até 500 bar, possuindo, portanto, boa tenacidade. A necessidade de boas propriedades mecânicas em pontos críticos destes sistemas implica na soldagem dos aços 9Ni com materiais resistentes a ambientes severos, como é o caso das ligas de níquel. A soldagem de materiais dissimilares provoca a formação de uma zona adjacente à linha de fusão, de poucos microns de extensão, nomeada Zona Parcialmente Misturada, a qual possui um gradiente de composição química e alta temperabilidade, com altas chances de formação de martensita de alta dureza, caso seja mais rica em metal base. Além do mais, esta zona possui diferentes modos de solidificação derivadas deste gradiente de composição química e das temperaturas alcançadas pelo processo de soldagem. À vista disto, o presente trabalho teve como objetivo avaliar as propriedades mecânicas, microestruturais e microquímicas das interfaces de juntas soldadas do aço ASTM A333 Gr.8 (aço 9Ni) com a liga Inconel 625, pelo processo MIG/MAG, sob influência da energia de soldagem. As imagens de MEV-BSE confirmam a existência das Zonas Parcialmente Misturadas, assim como a mudança de microdureza pela variação das indentações entre a ZAC e ZF das regiões analisadas. Além disto, confirmou-se a formação de martensita, juntamente a regiões de solidificação planar e celular nas ZPM's. Os mapeamentos de EDS confirmam que houve segregação dos elementos Ni, Cr, Mo e Nb para a interface, justificando o aumento de temperabilidade local. O elemento Ni se mostrou determinante para a relação microestrutural das ZPM's, visto que este tanto pode afetar a temperabilidade local, como estabilizar a fase austenita, implicando na diminuição dos valores de dureza na região. As condições de baixa (0,7 kJ/mm) e intermediária (1,5 kJ/mm) energias de soldagem apresentaram as condições mais prejudiciais para a utilização destes materiais, por apresentarem maiores extensões de ZPM, assim como maiores valores de microdureza, deduzindo em perda de tenacidade. A condição de maior energia de soldagem (2,5 kJ/mm) apresentou os menores valores de microdureza da ZPM.

**Palavras-chave:** Aço 9Ni, Soldagem dissimilar, Zonas Parcialmente Misturadas, Microdureza.

## ABSTRACT

9% wt Ni steels have been widely used since the 1960s as construction materials for Liquefied Natural Gas (LNG) storage tanks; and currently, they have been applied in liquid CO<sub>2</sub> reinjection systems owing to their low ductile-fragile transition temperatures (DBTT) for cryogenic situations - up to -196°C and pressures up to 500 bar; and, therefore, have good impact toughness. The necessity for good mechanical properties in critical points of those systems implies welding 9Ni steels with materials resistant to harsh environments, such as nickel alloys. The welding of dissimilar materials causes the formation of a zone adjacent to the fusion line, a few microns long, called the Partially Mixed Zone, which has a chemical composition gradient and high hardenability, with high chances of formation of high-hardness martensite, in case of being base metal rich. Moreover, this zone has different solidification modes due to this chemical composition and temperature gradient from the welding process. In view of this complexity, the present work aimed to evaluate the mechanical, microstructural and microchemical properties of the interfaces of welded joints of ASTM A333 Gr.8 (9Ni) steel with Inconel 625 alloy, by the GMAW process, under the influence of heat input. The SEM-BSE images confirm the Partially Mixed Zones' existence and the microhardness changes that occurred between the HAZ and FZ of the analyzed regions. In addition, martensite formation was observed, along with planar and cellular solidification mode regions in the PMZ's. The EDS mappings confirm the segregation of Ni, Cr, Mo and Nb elements to the interface, justifying the increase in local hardenability. The Ni element was determinant for the microstructural relationship of the PMZ's, since it can affect the local hardenability and stabilize the austenite phase, implying the decrease of hardness values in the region. The conditions of lower (0,7 kJ/mm) and intermediate (1,5 kJ/mm) welding heat input presented the most detrimental conditions for the use of these materials - due to the presence of more significant extensions of PMZ, as well as higher values of microhardness, leading to loss of toughness. The condition of higher welding energy (2,5 kJ/mm) had the lowest values of extension and microhardness of the PMZ.

**Keywords:** 9Ni steel, Dissimilar metal welding, Partially Mixed Zones, Microhardness.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1	- Simulação de Vaso de Pressão.....	15
Figura 2	- Diagrama de Fases Fe-Ni .....	18
Figura 3	- Diagrama TTT para aços com teor de 9% de níquel.....	19
Figura 4	- Influência do teor de níquel na tenacidade ao impacto de aços com baixo teor de carbono .....	20
Figura 5	- Diagrama Tensão-Deformação de Juntas Dissimilares de 9Ni com DW-70S, testadas a 296 K e 80 K.....	22
Figura 6	- Esquemático de uma soldagem dissimilar de único passe, incluindo as Zonas Parcialmente Misturada e Não-Misturada .....	23
Figura 7	- Representação esquemática de formação de contornos do Tipo II em linhas de fusão dissimilares .....	25
Figura 8	- Representação esquemática do mecanismo de formação de contornos de grão do Tipo II durante a soldagem dissimilar entre materiais ferríticos e austeníticos .....	26
Figura 9	- Super resfriamento constitucional. (a) Diagrama de fases; (b) perfil de composição no líquido; (c) perfil de temperatura liquidus no líquido.....	28
Figura 10	- Efeito do super resfriamento constitucional nos modos de solidificação: (a) planar; (b) celular; (c) celular dendrítico; (d) colunar dendrítico .....	29
Figura 11	- Variação da tenacidade ao impacto em ensaios Charpy, de acordo com a temperatura, realizados em aços carbono normalizados de diferentes teores de carbono .....	31
Figura 12	- Variação da tenacidade ao impacto em ensaios Charpy, de acordo com a temperatura, realizados em aços com 0,3% de carbono, contendo diferentes teores de manganês .....	32

Figura 13 – Variação da tenacidade ao impacto em ensaios Charpy, de acordo com a temperatura, realizados em amostras de aço de baixo teor de carbono, com variação no teor de Nb, normalizados a 955°C.....	33
Figura 14 – Bancada do LPTS/UFC para realização de soldagens .....	36
Figura 15 – Juntas soldadas a partir do metal de base ASTM A333 Gr.8, com metal de adição AWS ER NiCrMo-3, com energias de 0,7 kJ/mm, 1,5 kJ/mm e 2,5 kJ/mm, respectivamente.....	37
Figura 16 – Microdurômetro LECO AMH55 LM-110 AT, do LPTS/UFC .....	38
Figura 17 – Microscópio eletrônico de varredura FEI Quanta 250, do LPTS/UFC .....	38
Figura 18 – Imagens obtidas via microscopia eletrônica de varredura dos mapeamentos de microdureza realizados na junta soldada de 9Ni com energia de soldagem de 0,7 kJ/mm .....	40
Figura 19 – Imagens obtidas via microscopia eletrônica de varredura dos mapeamentos de microdureza realizados na junta soldada de 9Ni com energia de soldagem de 1,5 kJ/mm .....	41
Figura 20 – Imagens obtidas via microscopia eletrônica de varredura dos mapeamentos de microdureza realizados na junta soldada de 9Ni com energia de soldagem de 2,5 kJ/mm. ....	42
Figura 21 – Conceitos de solidificação aplicados à soldagem de materiais dissimilares ...	44
Figura 22 – Morfologias encontradas nas Zonas Parcialmente Misturadas: (a) praia – região (1) da junta soldada com energia 0,7 kJ/mm; (b) trecho ampliado, morfologia praia; (c) península – região (1) da junta soldada com energia 2,5 kJ/mm; (d) ilha – região (2) da junta soldada com energia 1,5 kJ/mm .....	45
Figura 23 – Representação das regiões que constituem a ZPM-M - região (2), amostra de junta soldada com energia de 0,7 kJ/mm: (a) Identificação da região com linha de fusão destacada; (b) ampliação da região com identificação das zonas M, $\phi$ e $\Omega$ .....	47

Figura 24 – Representação dos modos de solidificação das ZPM-M: (a) região (2) da amostra de 0,7 kJ/mm; (b) região (2) da amostra de 1,5 kJ/mm; (c) região (3) da amostra de 2,5 kJ/mm .....	48
Figura 25 – Identificação das Zonas Não-Misturadas (ZNM) - regiões (1) e (2) da junta soldada de 9Ni com energia de soldagem 0,7 kJ/mm.....	50
Figura 26 - Mapeamentos de composição química realizados via MEV-EDS – região 1, amostra de 0,7 kJ/mm .....	53
Figura 27 - Mapeamentos de composição química realizados via MEV-EDS – região 2, amostra de 0,7 kJ/mm .....	54
Figura 28 – Mapas de microdureza das regiões analisadas da junta soldada com energia de 0,7 kJ/mm .....	55
Figura 29 – Varredura em linha – região (1) da junta soldada de 0,7 kJ/mm .....	56
Figura 30 – Varredura em linha – região (2) da junta soldada de 0,7 kJ/mm .....	56
Figura 31 – Diagramas TTT - regiões de maior microdureza analisadas na junta soldada com energia de soldagem 0,7 kJ/mm .....	59
Figura 32 – Varreduras em linha horizontais realizados nas ZPM's da junta soldada de 9Ni com energia de soldagem de 0,7 kJ/mm: (a) região 1; (b) região 2 .....	61
Figura 33 – Mapeamentos de composição química realizados via MEV-EDS – região 1, amostra de 1,5 kJ/mm .....	63
Figura 34 – Mapeamentos de composição química realizados via MEV-EDS – região 2, amostra de 1,5 kJ/mm .....	64
Figura 35 – Mapeamentos de microdureza das regiões analisadas da junta soldada com energia de 1,5 kJ/mm .....	65
Figura 36 – Varredura em linha – região (1) da junta soldada de 1,5 kJ/mm .....	66
Figura 37 – Varredura em linha – região (1) da junta soldada de 1,5 kJ/mm .....	66
Figura 38 – Diagramas TTT - regiões de maior microdureza analisadas na junta soldada com energia de soldagem 1,5 kJ/mm .....	68
Figura 39 – Varredura em linha horizontal – região (2) da junta soldada de 9Ni com energia de soldagem de 1,5 kJ/mm .....	69

Figura 40 - Mapeamentos de composição química realizados via MEV-EDS – região 1, amostra de 2,5 kJ/mm. ....	71
Figura 41 - Mapeamentos de composição química realizados via MEV-EDS – região 2, amostra de 2,5 kJ/mm ....	72
Figura 42 - Mapas de microdureza das regiões analisadas da junta soldada com energia de 2,5 kJ/mm .....	73
Figura 43 - Varredura em linha – região (1) da junta soldada de 2,5 kJ/mm .....	74
Figura 44 - Varredura em linha– região (2) da junta soldada de 2,5 kJ/mm .....	74
Figura 45 - Diagramas TTT - regiões de maior microdureza analisadas na junta soldada com energia de soldagem 2,5 kJ/mm .....	76
Figura 46 - Gráfico energia de soldagem x microdureza vickers média das ZPM's .....	78

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1	- Composição química do aço ASTM A333 Gr.8 .....	34
Tabela 2	- Composição química da liga de níquel AWS ER NiCrMo-3 .....	34
Tabela 3	- Parâmetros adotados para a soldagem do passe de raiz dos tubos de aço ASTM A333 Gr.8 (9Ni) .....	35
Tabela 4	- Parâmetros adotados para a soldagem dos passes de enchimento e acabamento dos tubos de aço ASTM A333 Gr. 8 (9Ni) .....	36
Tabela 5	- Valores médios de microdureza – junta soldada de 9Ni com energia de 0,7 kJ/mm .....	52
Tabela 6	- Análises de EDS nas regiões de maior microdureza – junta soldada com energia de 0,7 kJ/mm .....	57
Tabela 7	- Valores médios de microdureza – junta soldada de 9Ni com energia de 1,5 kJ/mm .....	62
Tabela 8	- Análises de EDS nas regiões de maior microdureza – junta soldada com energia de 1,5 kJ/mm .....	69
Tabela 9	- Valores médios de microdureza – junta soldada de 9Ni com energia de 2,5 kJ/mm .....	70
Tabela 10	- Análises de EDS nas regiões de maior microdureza – junta soldada com energia de 2,5 kJ/mm .....	75

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ARBL	Alta Resistência e Baixa Liga
ASME	American Society of Mechanical Engineers
ASTM	American Society for Testing and Materials
BSE	Elétrons Retroespalhados
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Face Centrada
DBTT	Ductile-Brittle Transition Temperature
EBSD	Difração de Elétrons Retroespalhados
EDS	Espectroscopia por Dispersão de Energia
FPSO	Floating, Production, Storage and Offloading
GMAW	Gas Metal Arc Welding
GNL	Gás Natural Liquefeito
HV	Dureza Vickers
LPTS	Laboratório de Pesquisa e Tecnologia em Soldagem
MAG	Metal Active Gas
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MIG	Metal Inert Gas
TTDF	Temperatura de Transição Dúctil-Frágil
TTT	Tempo-Temperatura-Transformação
UFC	Universidade Federal do Ceará
UI	Unidades de Injeção
ZAC	Zona Afetada pelo Calor
ZF	Zona Fundida
ZPM	Zona Parcialmente Misturada
ZPM-M	Zona Parcialmente Misturada com Formação de Martensita

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\alpha$	Ferrita
$\gamma$	Austenita
$\delta$	Ferrita $\delta$
%	Porcentagem
E	Energia de soldagem
I <sub>b</sub>	Corrente de base
I <sub>p</sub>	Corrente de pico
I <sub>m</sub>	Corrente média
I <sub>ef</sub>	Corrente eficaz
M	Zona de Formação de Martensita
$\phi$	Zona de Crescimento Planar
$\Omega$	Zona de Crescimento Celular
K	Temperatura Kelvin
°C	Temperatura Celsius
k	Coeficiente de Partição
C <sub>s</sub>	Teor de soluto na fase sólida
C <sub>l</sub>	Teor de soluto na fase líquida
T <sub>b</sub>	Tempo de base
T <sub>p</sub>	Tempo de pico
U	Tensão
V <sub>s</sub>	Velocidade de soldagem

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	13
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	14
<b>2.1</b>	<b>Objetivo Geral</b> .....	14
<b>2.2</b>	<b>Objetivos Específicos</b> .....	14
<b>3</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	15
<b>3.1</b>	<b>Aços 9Ni</b> .....	15
<b>3.1.1</b>	<i>Histórico</i> .....	15
<b>3.1.2</b>	<i>Metalurgia Física dos Aços 9Ni</i> .....	16
<b>3.2</b>	<b>Soldagem Dissimilar</b> .....	20
<b>3.2.1</b>	<i>Aplicações da Soldagem Dissimilar</i> .....	21
<b>3.2.2</b>	<i>Soldagem Dissimilar para Aplicações Criogênicas</i> .....	21
<b>3.3</b>	<b>Zonas Parcialmente Misturadas</b> .....	23
<b>3.3.1</b>	<i>Características Microestruturais e Microquímicas</i> .....	24
<b>3.4</b>	<b>Propriedades Mecânicas e Performance</b> .....	30
<b>3.4.1</b>	<i>Influência dos Elementos de Liga</i> .....	31
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	34
<b>4.1</b>	<b>Materiais</b> .....	34
<b>4.2</b>	<b>Processo de Soldagem</b> .....	35
<b>4.3</b>	<b>Caracterização Mecânica</b> .....	36
<b>4.4</b>	<b>Caracterização Microestrutural e Microquímica</b> .....	38
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	39
<b>5.1</b>	<b>Caracterização Microestrutural</b> .....	39
<b>5.2</b>	<b>Caracterização Mecânica e Microquímica</b> .....	51
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	79
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	81

## 1 INTRODUÇÃO

A exploração de reservatórios de petróleo do pré-sal brasileiro produz um óleo de baixa densidade, em torno de 30° API, com boas características de refino (ANP, 2020). Contudo, estes reservatórios possuem alto teor de dióxido de carbono dissolvido (CO<sub>2</sub> – cerca de 12% no campo de Lula da Bacia de Santos), assim como sulfeto de hidrogênio - H<sub>2</sub>S, 200 ppm (BELTRÃO *et al.*, 2009).

O dióxido de carbono é separado do óleo e introduzido novamente aos poços por meio de Unidades de Injeção de CO<sub>2</sub>. Este método, além de manter a pressão do reservatório e manter bons níveis de viscosidade do óleo, mitiga parcialmente os efeitos deste resíduo para o efeito estufa (BOWMAN, 1990; DING *et al.*, 2017).

As Unidades de Injeção de CO<sub>2</sub> atuam com risco de despressurizações, levando o ambiente a pressões da ordem de 500 bar e temperaturas da ordem dos -100°C (KNOOPE *et al.*, 2012). Portanto, os materiais empregados devem possuir boa resistência mecânica e tenacidade em baixas temperaturas (RIOS *et al.*, 2022).

Deste modo, os aços 9Ni, como é o exemplo do aço ASTM A333 Gr.8, os quais são comumente adotados para transporte e armazenamento de Gás Natural Liquefeito (GNL), passaram a ser utilizados nas UI-CO<sub>2</sub>. O projeto e construção dos equipamentos e sistemas de tubulações usados nestas unidades prevê a soldagem com ligas de níquel, contribuindo para resistência à corrosão diante de sulfeto de hidrogênio (JUNIOR *et al.*, 2021). A soldagem destes materiais dissimilares forma uma zona de alta complexidade, nomeada Zona Parcialmente Misturada na interface entre a zona afetada pelo calor (ZAC) e a zona fundida (ZF), cujas propriedades requeridas são afetadas pela existência de um gradiente de composição química e alta temperabilidade local, o que resulta em zonas com elevada dureza, as quais podem atuar como zonas frágeis localizadas.

A presença das Zonas Parcialmente Misturadas implica em complicações no processo de solidificação de maneiras até então não totalmente conhecidas. Deste modo, atualmente, estudos acerca destas zonas ainda são necessários para superar desafios existentes na área de soldagem (MESSLER, 2004).

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo Geral

O objetivo do presente trabalho visa estudar os efeitos do parâmetro de energia de soldagem sobre a microestrutura, microquímica e dureza da interface de soldas dissimilares do aço ASTM A333 Gr.8 com a liga de níquel AWS ERNiCrMo-3 (Inconel 625).

### 2.2 Objetivos Específicos

- Identificar as Zonas Parcialmente Misturadas por meio de microscopia eletrônica de varredura e comparar os efeitos da energia de soldagem sobre suas características microestruturais;
- Avaliar as propriedades mecânicas das Zonas Parcialmente Misturadas, através da seleção de regiões da interface das juntas soldadas e realização de ensaios de microdureza;
- Compreender o efeito da energia de soldagem sobre os fenômenos que afetam as características microquímicas das Zonas Parcialmente Misturadas, as quais afetam suas temperabilidade e propriedades, utilizando mapeamentos e varreduras em linha feitos via EDS.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Aços 9%Ni

##### 3.1.1 Histórico

Aços com teor de níquel de 9%p são utilizados desde a década de 1960 em aplicações criogênicas, especificamente para o armazenamento de Gás Natural Liquefeito (GNL), produto derivado da extração de petróleo de reservatórios. A necessidade de estocagem de um combustível de alta eficiência e baixas emissões de carbono estimulou o desenvolvimento deste material, o qual é economicamente viável, possui boa tenacidade em temperaturas muito baixas e também boa soldabilidade (DUPONT, 2009).

Um dos fatores determinantes para a aceitação do aço 9Ni foi sua “tenacidade criogênica”, avaliada através de testes de impacto Charpy em nitrogênio líquido, a  $-196^{\circ}\text{C}$ , em 1947. Durante o teste, este aço apresentou valores acima da tenacidade mínima de 20J determinada pela ASME (American Society of Mechanical Engineers) para vasos de pressão em aplicações criogênicas. Todavia, partindo do princípio de que ensaios laboratoriais com pequenas amostras não demonstravam confiabilidade para escalas maiores, iniciou-se uma série de simulações de impacto em vasos de pressão menores, preenchidos com nitrogênio líquido. Esse processo pode ser observado na Figura 1 (MOUNCE, 2002).

Figura 1: Simulação de Vaso de Pressão.



Fonte: MOUNCE, 2002.

O sucesso dos ensaios realizados com o 9Ni levou a ASTM (American Society for Testing and Materials) a criar especificações para uso desse material em vasos de pressão criogênicos, sob os tratamentos térmicos de dupla normalização, revenimento e alívio de tensões. Ademais, a confiabilidade das propriedades obtidas não estava restrita apenas a vasos, mas também era aplicável para tanques de armazenamento *onshore* e navios-tanque (MOUNCE, 2002).

É válido ressaltar que, em 1988, levantaram-se dados de 189 tanques de armazenamento ao redor do mundo fabricados a partir do aço 9Ni, soldados com consumíveis de ligas de níquel, com capacidade de acumular 125 milhões de metros cúbicos de gás natural liquefeito, e não houve quaisquer registros de falha nas estruturas (MOUNCE, 2002).

Recentes pesquisas abordam a utilização do aço 9Ni em tubulações de unidades de injeção de dióxido de carbono em reservatórios de petróleo, substituindo os aços ARBL (Alta Resistência e Baixa Liga). Devido às altas pressões encontradas nos reservatórios do pré-sal brasileiro, como no campo de Lula da Bacia de Santos, os aços a serem utilizados devem possuir altas resistência mecânica e tenacidade em baixas temperaturas, visto que, em certas situações operacionais, de 500 bar de pressão e temperaturas tão baixas como  $-100^{\circ}\text{C}$ , não existe qualquer margem para ocorrência de falhas (KNOOPE *et al.*, 2012).

As Unidades Flutuantes de Produção, Armazenamento e Transferência de Petróleo e Gás – do inglês, FPSO (Floating, Production, Storage and Offloading) – possuem unidades de injeção de  $\text{CO}_2$  constituídas por tubulações de 9Ni soldadas em seus pontos críticos, ou revestidas internamente com ligas resistentes à corrosão, pois o material por si só é altamente suscetível à corrosão por ação de sulfeto de hidrogênio ( $\text{H}_2\text{S}$ ), cuja concentração é elevada em meio ao dióxido de carbono (FERNANDES *et al.*, 2020). Materiais que se mostram resistentes à corrosão em ambientes tão severos são as superligas de níquel (PATEL, 2000).

### **3.1.2 Metalurgia Física dos aços 9Ni**

A presença de níquel como elemento de liga em aços está ligada a diversas influências, tais como formação de carbeto e geração de discordâncias (ROGRIGUES, 2016). Em aços com teores mais elevados deste soluto, como o 9Ni, percebe-se a existência de austenita retida

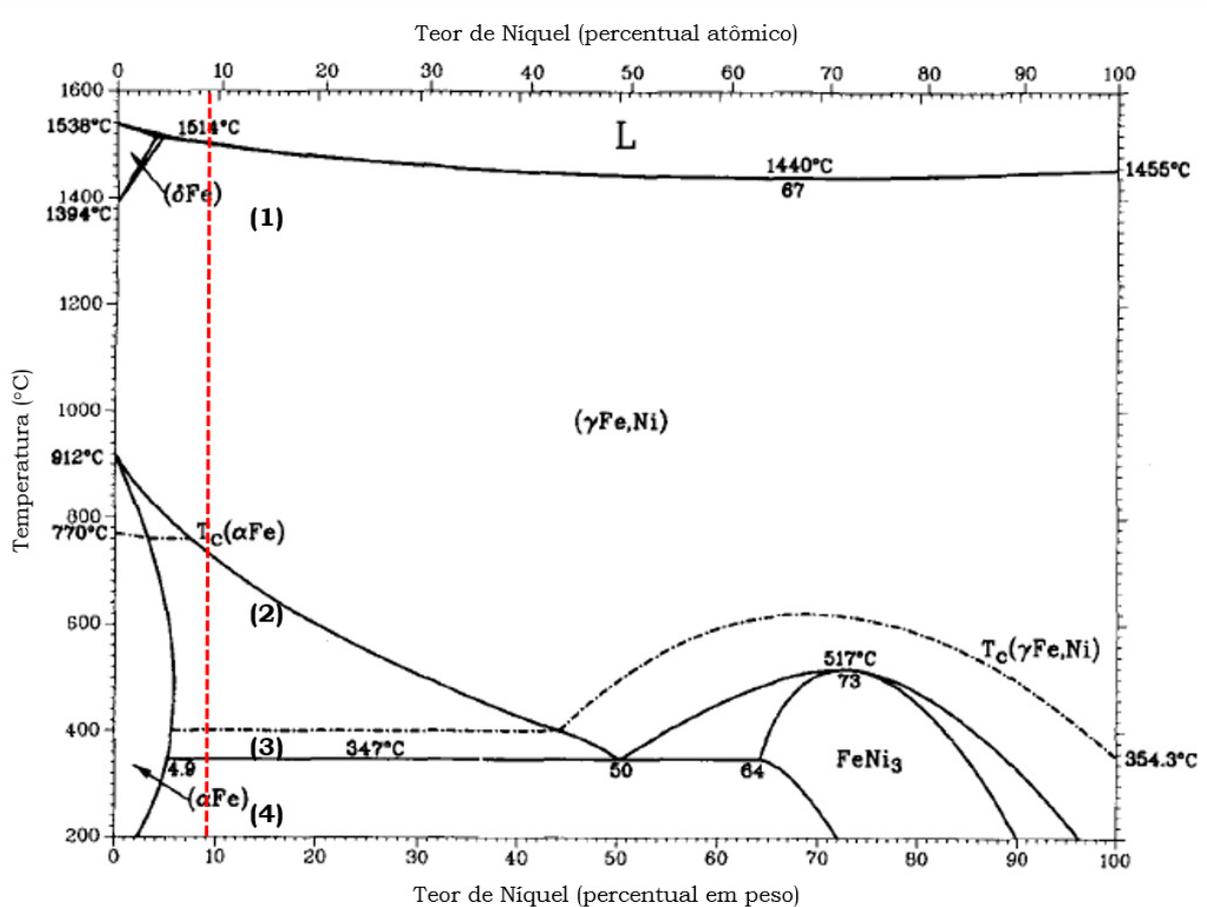
e reversa em suas microestruturas, sendo a austenita reversa precipitada após a realização de tratamentos térmicos.

A análise microestrutural dos aços 9Ni pode ser inicialmente discutida por meio do diagrama de fases Fe-Ni, mostrado na Figura 2. Segundo CHIAVERINI (2015), o níquel é um elemento estabilizante da fase austenita. Portanto, como pode ser observado no diagrama, o campo austenítico é consideravelmente expandido. Em aços com teor de 9%p de Ni, de acordo com RODRIGUES (2016), seguindo a linha vermelha tracejada, no equilíbrio, pode-se perceber as seguintes transformações:

- (1) Por volta de 1500°C, a fase líquida se transforma em austenita, representada por  $\gamma$ ;
- (2) A 710°C, uma nova fase, chamada de  $\gamma_1$ , precipita. Esta é uma austenita de estrutura cristalina CFC paramagnética;
- (3) A 400°C,  $\gamma_1$  transforma-se em  $\gamma_2$ . Esta fase ainda é considerada austenita CFC, porém é ferromagnética;
- (4) Como microestrutura final, tem-se uma mistura de ferrita ( $\alpha$ ) e  $\gamma_1$ , que precipita novamente a 200°C.

É válido ressaltar que o níquel provoca um refinamento dos grãos de ferrita existentes na microestrutura de equilíbrio (PENSE & STOUT, 1983).

Figura 2: Diagrama de Fases Fe-Ni.

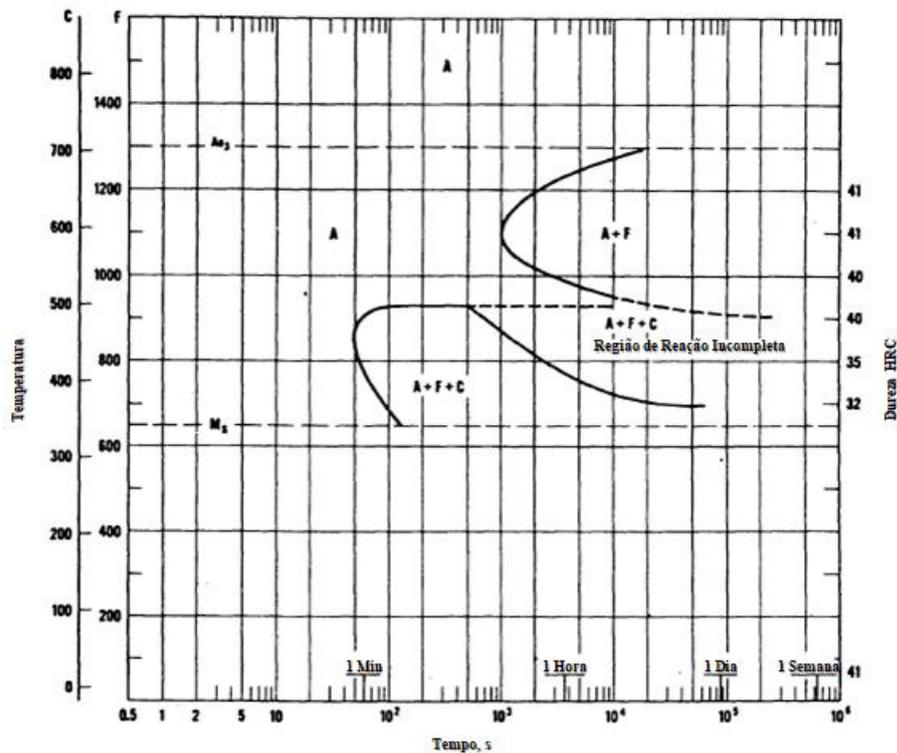


Fonte: SWARTZENDRUBER *et al.*, 1991, com adaptação elaborada pelo autor.

Além do efeito de estabilização da austenita, a adição do elemento níquel em aços afeta a temperabilidade destes. Como a ferrita pró-eutetoide é suprimida durante o resfriamento, esta mudança na composição favorece transformações martensíticas e bainíticas.

A Figura 3 mostra um Diagrama Tempo-Temperatura-Transformação (TTT) para aços com 9%p de níquel.

Figura 3: Diagrama TTT para aços com teor de 9% de níquel.



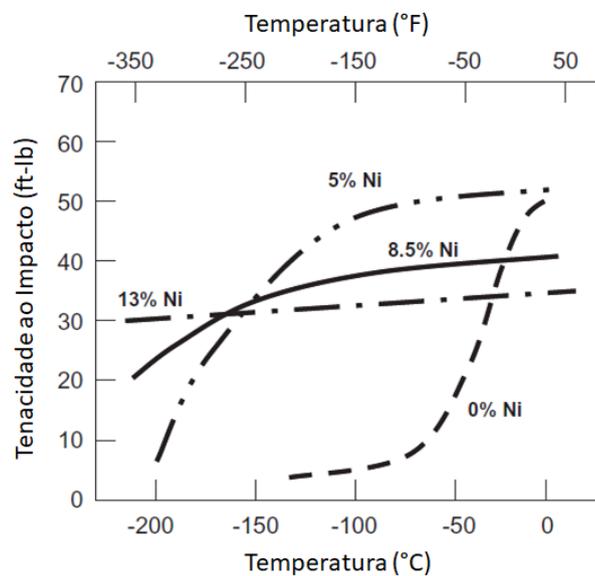
Fonte: THARBY, 1973.

Pode-se perceber, através da Figura 3, que a linha que representa o final da transformação martensítica está deslocada para temperaturas abaixo de  $0^{\circ}\text{C}$ , não mostrada no diagrama. Sendo assim, após a realização de tratamentos térmicos em aços 9Ni, durante o resfriamento, certa quantidade de austenita permanece retida em suas microestruturas. Esta fase contribui para um ganho de tenacidade em baixas temperaturas (PENSE & STOUT, 1983).

Os aços 9Ni são comumente tratados termicamente de duas maneiras antes de serem soldados: (a) dupla normalização, sendo a primeira a  $900^{\circ}\text{C}$  e a segunda a  $790^{\circ}\text{C}$ , seguida de revenido a  $570^{\circ}\text{C}$ ; (b) austenitização a  $800^{\circ}\text{C}$  seguida de têmpera em água, com revenido posterior, também a  $570^{\circ}\text{C}$  (THARBY, 1973). Tanto o tratamento de normalização como o de têmpera provocam a formação de martensita de baixo carbono, com um certo percentual de austenita retida. A etapa de revenido, cuja temperatura é ligeiramente acima de  $A_1$ , induz uma nova transformação austenítica (DUPONT, 2009). A austenita reversa é rica em níquel e possui estabilidade a temperaturas criogênicas de até  $-196^{\circ}\text{C}$  (DUPONT, 2009; THARBY, 1973).

É possível concluir que as excelentes propriedades de alta tenacidade, aliada a resistência mecânica elevada, comportamento dúctil em altas temperaturas e resistência à iniciação de fratura frágil dos aços 9Ni são consequências de uma microestrutura refinada que consiste na combinação de martensita de baixo carbono com austenita retida e reversa (DUPONT, 2009). Estes fatos podem ser comprovados pela Figura 4, que ilustra a Temperatura de Transição Dúctil-Frágil de aços com teores diferentes de níquel em sua composição.

Figura 4: Influência do teor de níquel na tenacidade ao impacto de aços com baixo teor de carbono.



Fonte: DUPONT, 2009.

### 3.2. Soldagem Dissimilar

O conceito de soldagem dissimilar está ligado à união de ligas metálicas distintas em termos de composição química, microestrutura, estrutura cristalina e propriedades (KARIM, 2020). Este processo vem à tona quando, em uma determinada aplicação, são necessárias propriedades do ponto de vista de resistência mecânica, corrosão, entre outras; que podem ser obtidas através das propriedades de dois materiais.

Além disso, a utilização de juntas dissimilares está relacionada à economia na produção, onde a combinação de materiais de menor custo fornece vantagens em relação à utilização de ligas mais nobres de custo mais elevado.

### ***3.2.1 Aplicações da Soldagem Dissimilar***

Muita atenção tem sido dada à pesquisa de utilização de juntas dissimilares em diversos setores industriais. No setor automobilístico, por exemplo, estudam-se métodos de fabricação de carcaças automotivas mais leves, a partir de ligas à base de ferro, alumínio e magnésio, com o intuito de diminuir o consumo de combustível e consequente emissão de gases causadores do efeito estufa (ZHANG, 2016).

Na indústria aeroespacial, está se tornando cada vez mais comum a união de ligas de alumínio e titânio, também buscando componentes mais leves para diminuir custos e consumo de combustível. Processos de brasagem, soldagem por ultrassom e soldagem por fricção são bastante comuns para a fabricação de juntas dissimilares (YANG, 2018). Outro exemplo a ser mencionado, estudado por YANG (2018) através de simulação e ensaios mecânicos, é a conexão de bocais de tubulações em usinas nucleares, feita através de soldagem dissimilar envolvendo aço inoxidável austenítico 316L e aço baixa-liga ferrítico A508.

### ***3.2.2 Soldagem Dissimilar para Aplicações Criogênicas***

Em temperaturas extremamente baixas – em aplicações chegando até  $-196^{\circ}\text{C}$  –, muitos materiais costumam sofrer transições em suas propriedades, fato que motiva inúmeras pesquisas a respeito da melhora de performance em tais situações.

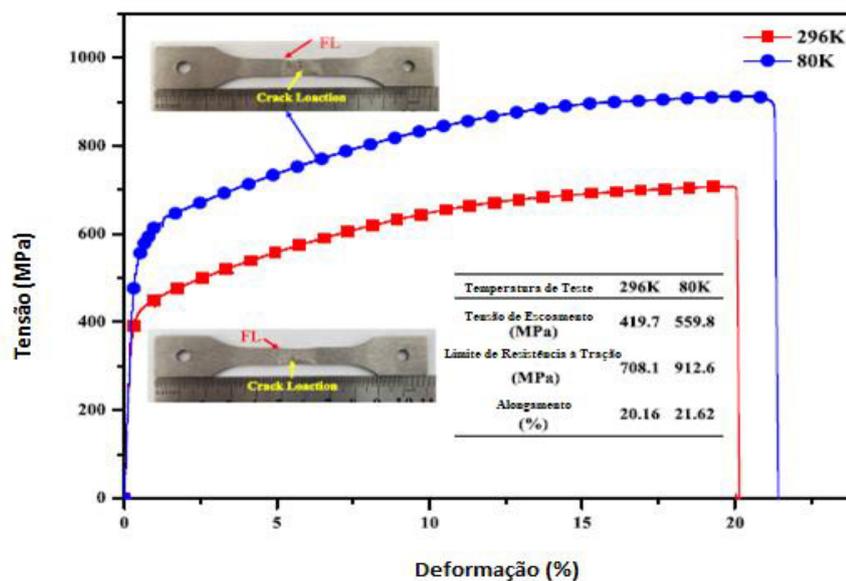
KANE *et al.* (1999) desenvolveram um consumível para soldagem de ímãs supercondutores utilizados em aceleradores de partículas, o qual fosse compatível (do termo, em inglês, “match”) com o metal base, que era aço inoxidável austenítico 304L. O metal de adição resultante consistia em um aço inoxidável com alto teor de níquel e composição modificada de manganês e nitrogênio. O objetivo do trabalho desenvolvido foi produzir estes

ímãs a partir da soldagem destes dois materiais que, a temperaturas por volta de 4 K, apresentassem valores de tensão de escoamento acima de 900 MPa para corpos de prova de 4,8 mm de espessura; expansão lateral em corpos de prova de ensaio Charpy de, no mínimo, 0,38 mm na temperatura de operação (indicador de fratura dúctil); e tenacidade ao impacto ( $K_{IC}$ ) de 68 MPa  $\sqrt{m}$ . KANE *et al.* (1999) também mencionam que a microestrutura de juntas dissimilares para aplicações criogênicas devem possuir quantidade muito baixa, ou nula, da fase ferrita. Esta constatação justifica a composição do metal de adição, rica em manganês e nitrogênio, já que ambos, além do elemento níquel, são estabilizadores da fase austenita.

No caso dos aços 9Ni, as ligas comumente aplicadas na confecção de juntas dissimilares são as superligas de níquel, que conferem tenacidade a temperaturas criogênicas em situações como o armazenamento e transporte de GNL em tanques (MU *et al.*, 2019).

Algumas pesquisas mostram boas propriedades de juntas de 9Ni com ligas de níquel a temperaturas criogênicas. Mu e colaboradores realizaram ensaios mecânicos em juntas utilizando a liga DW-70S como metal de adição, e relataram melhora significativa na tensão de escoamento, limite de resistência à tração e alongamento, como mostra a Figura 5.

Figura 5: Diagrama Tensão-Deformação de Juntas Dissimilares de 9Ni com DW-70S, testadas a 296 K e 80 K.



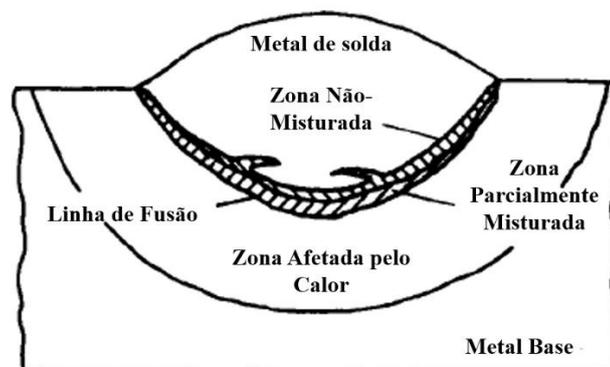
Fonte: MU *et al.*, 2019.

### 3.3 Zonas Parcialmente Misturadas

Devido à diferença em composição química, propriedades físico-químicas, estruturas cristalinas e microestrutura de dois materiais, a soldagem dissimilar produz uma interface entre a Zona Afetada pelo Calor (ZAC) e a Zona Fundida (ZF), considerada uma mistura incompleta dos materiais constituintes da junta. A literatura define esta região de diversos nomes, tais como: Zonas Parcialmente Misturadas, Zonas Parcialmente Diluídas, Zonas Não-Misturadas, Zonas de Alta Diluição, entre outras nomenclaturas (MESSLER, 2004; SILVA, 2012; SILVA, 2018).

A principal força motriz de formação da Zona Parcialmente Misturada é o atrito. Para que uma certa quantidade de metal líquido, na zona fundida, seja misturada, deve ter continuidade com as regiões vizinhas em uma velocidade diferente de zero. Na interface sólido/líquido, isto não acontece, pois a velocidade do sólido é zero. Logo, a velocidade do líquido vizinho ao sólido tende a zero (MESSLER, 2004). O resultado disto é uma camada estagnada de mistura metálica não-homogênea, heterogeneidade na composição química e, conseqüentemente, na microestrutura e propriedades desta interface. A Figura 6 ilustra as regiões de uma soldagem dissimilar, incluindo a ZPM e também a Zona Não-Misturada - ZNM, onde, como o próprio nome diz, não ocorre mistura entre os dois materiais.

Figura 6: Esquemático de uma soldagem dissimilar de único passe, incluindo as Zonas Parcialmente Misturada e Não-Misturada.



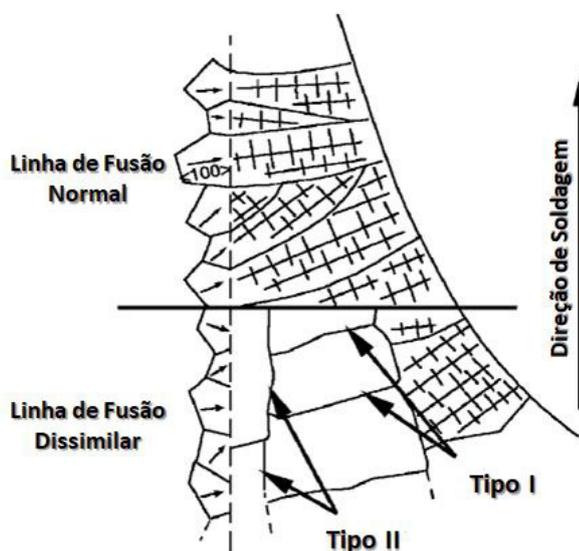
Fonte: MESSLER, 2004.

### 3.3.1 Características Microestruturais e Microquímicas

Uma característica determinante das Zonas Parcialmente Misturadas é a diferença nítida de microestrutura, em relação à zona afetada pelo calor e à zona fundida, devido ao gradiente de temperatura e efeitos difusionais, provenientes do próprio processo de soldagem (DUPONT, 2009). Existe a tendência de certos elementos migrarem de regiões de maior concentração para outras de menor concentração; por exemplo, caso o substrato possua maior teor de carbono que o metal de adição, este irá difundir-se da zona afetada pelo calor para a zona fundida. Outros elementos de liga, como cromo, níquel e molibdênio podem migrar do metal de solda em direção ao substrato (por exemplo, em soldagens envolvendo aços baixa liga e ligas de níquel). Deste modo, a região equivalente à zona parcialmente misturada tem sua temperabilidade afetada; e, potencialmente, apresenta uma microestrutura de pequena extensão composta de martensita, com altos valores de dureza (DUPONT, 2009). Quando o substrato possui relativo teor de carbono, sua difusão durante a soldagem pode formar carbeto de estequiometria  $M_7C_3$  ou  $M_{23}C_6$  na região. É possível notar a presença de diferentes morfologias de macrosegredados – praias, penínsulas e ilhas (FERNANDES *et al.*, 2020).

A evolução microestrutural nas Zonas Parcialmente Misturadas em soldas dissimilares é complexa, com possibilidade de presença de contornos de grão do Tipo I e Tipo II – os quais crescem perpendicularmente e paralelamente à linha de fusão, respectivamente, como mostra a Figura 7.

Figura 7: Representação esquemática de formação de contornos do Tipo II em linhas de fusão dissimilares.



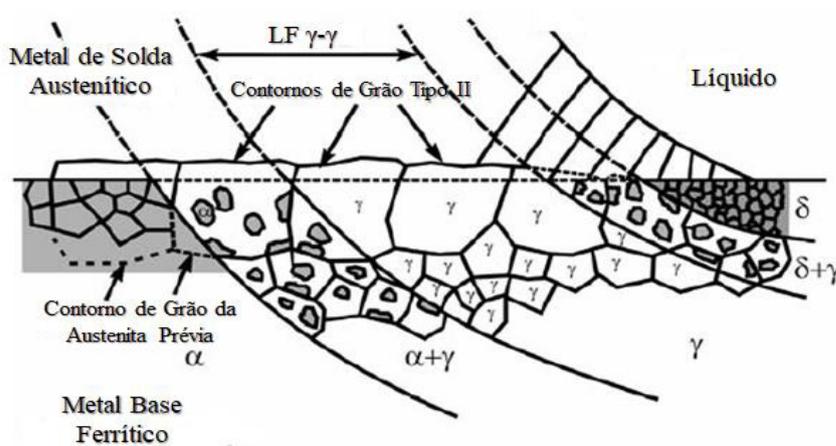
Fonte: DUPONT, 2009.

De acordo com DUPONT (2009), contornos de grão do Tipo II costumam surgir quando materiais de diferentes estruturas cristalinas são unidos. Estudos prévios como o de WU *et al.* (1992) propuseram mecanismos para a evolução de contornos do tipo II. A hipótese é de que haja uma mudança no modo primário de solidificação, causada pelo aumento no teor de elementos estabilizantes de uma nova fase a certa distância da linha de fusão. No caso de materiais que se solidificam como ferrita (CCC), o aumento de concentração de elementos estabilizantes da austenita fazem com que o modo de solidificação ocorra de modo CFC. NELSON (2000) estudou a natureza da evolução dessa microestrutura em juntas dissimilares entre materiais ferríticos e austeníticos. Os autores concluíram que a presença de contornos Tipo II está ligada à fase ferrita delta ( $\delta$ ) durante a solidificação do substrato. O crescimento epitaxial é suprimido na linha de fusão, logo é necessário que haja nucleação heterogênea a partir do metal de adição, cuja estrutura cristalina é CFC. Durante a solidificação, o metal base se transforma em austenita; então a linha de fusão, antes CCC-CFC, se transforma em CFC-CFC, com certo nível de desorientação e, conseqüentemente, alta energia, oriunda da deformação causada pela diferença de parâmetros de rede. Este fator, aliado aos gradientes de temperatura e composição química, faz com que esta fronteira avance uma pequena distância –

alguns microns – e permanece estagnada logo após, devido à solidificação do metal de adição (NELSON, 2000).

A Figura 8 mostra o mecanismo de formação de contornos do Tipo II durante a soldagem dissimilar entre materiais ferríticos e austeníticos.

Figura 8: Representação esquemática do mecanismo de formação de contornos de grão do Tipo II durante a soldagem dissimilar entre materiais ferríticos e austeníticos.



Fonte: DUPONT, 2009.

É válido notar, através da Figura 8, que a formação dos contornos de Tipo II acontece quando o substrato está no campo austenítico. DUPONT (2009) concluiu que a energia de soldagem é um parâmetro determinante para a existência desta morfologia, pois, a partir dela, afeta-se a velocidade de resfriamento da região, assim como o gradiente de temperatura, e também o tempo em que tanto a zona afetada pelo calor como o metal de solda estarão nesta fase.

As características mencionadas a respeito das Zonas Parcialmente Misturadas – microestrutura e evolução microestrutural - estão relacionadas à perda de tenacidade na região (contornos de grão do Tipo II atuam como facilitadores na propagação de trincas) e fragilização por hidrogênio (ROWE *et al.*, 1999). Além disso, as interfaces de soldas dissimilares estão sujeitas à corrosão preferencial, pelo alto nível de energia presente na região; assim como trincas relacionadas à corrosão sob tensão são comuns em juntas dissimilares (ROWE *et al.*, 1999).

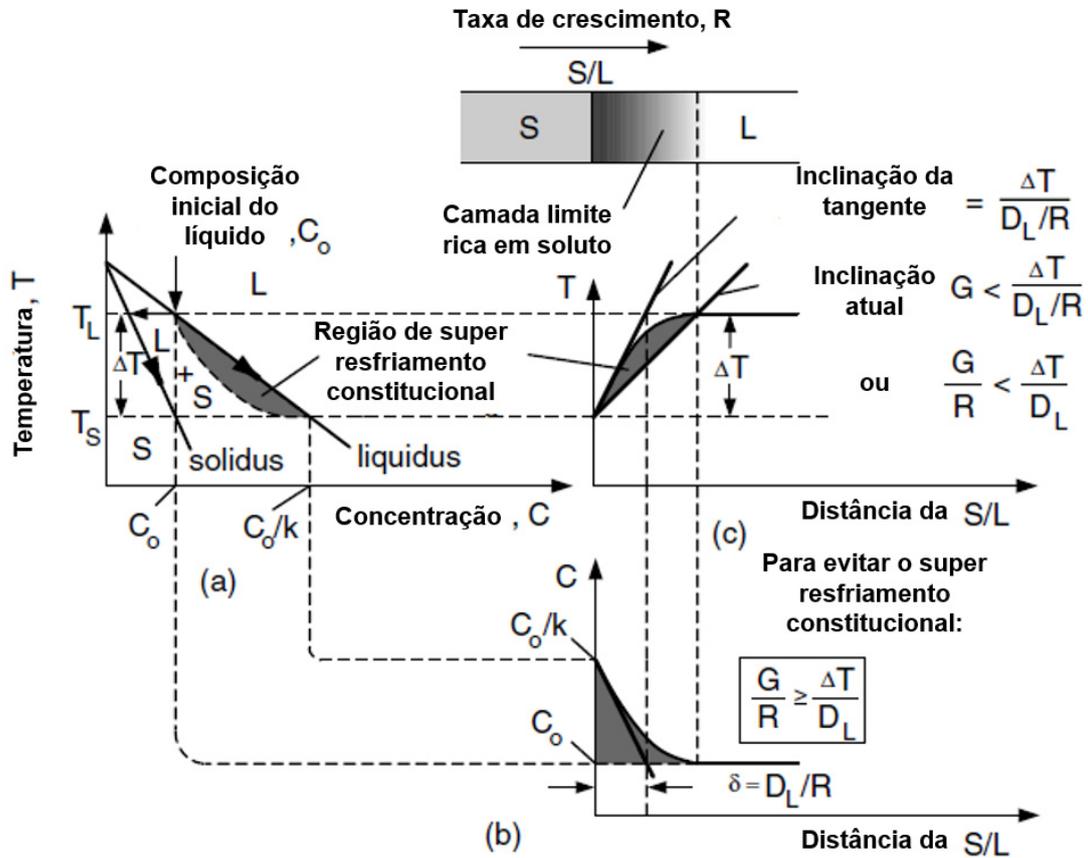
A relação de evolução microestrutural das Zonas Parcialmente Misturadas pode ser melhor compreendida através do estudo dos modos de solidificação de uma liga apresentado por KOU (2003). Durante a solidificação de ligas, uma interface sólido/líquido planar é pouco estável. Esta requer níveis de difusão equivalentes ao equilíbrio – ou seja, difusão de soluto tanto no sólido como no líquido.

A solidificação de uma liga de composição  $C_0$  com uma interface S/L inicialmente planar pode ser observada na Figura 9. De acordo com o item (b), a distribuição de composição na camada limite rica em soluto pode variar de  $C_0/k$  a  $C_0$ , onde

$$k = \frac{C_s}{C_l} \quad \text{Eq. 1}$$

A temperatura liquidus oriunda deste gradiente de composição resulta em uma curva de gradiente de temperatura, ilustrado no item (c) da Figura 9. Uma camada limite consistindo apenas de fase líquida só é termodinamicamente estável caso a temperatura esteja acima da temperatura *liquidus*. Como existe um gradiente de temperatura na interface, e ali existem temperaturas abaixo da *liquidus*, sólido e líquido então coexistem. Logo, a interface S/L planar é desestabilizada, levando à solidificação celular, celular dendrítica ou colunar dendrítica. A morfologia de solidificação, assim como o tamanho, é determinada pelos parâmetros de gradiente de temperatura e taxa de crescimento do sólido (LEE *et al.*, 2014). Este fenômeno de queda de temperatura e mudança de modo de solidificação é chamado de super resfriamento constitucional.

Figura 9: Super resfriamento constitucional. (a) Diagrama de fases; (b) perfil de composição no líquido; (c) perfil de temperatura *liquidus* no líquido.



Fonte: KOU, 2003.

A região de super resfriamento constitucional da camada limite rica em soluto tem espessura dependente da taxa de difusão do líquido e da taxa de crescimento do sólido:

$$\delta = \frac{D_L}{R} \quad \text{Eq. 2}$$

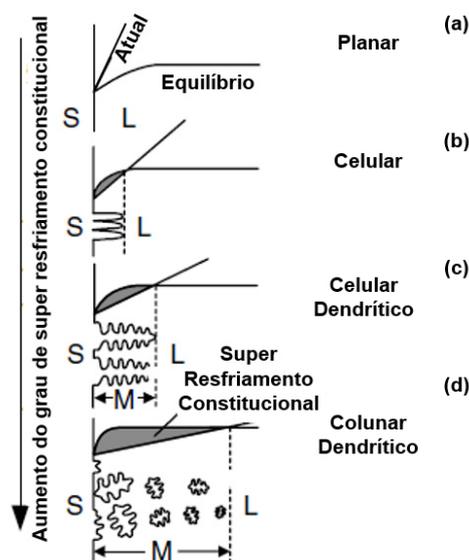
A diferença de temperaturas na camada limite rica em soluto é  $\Delta T = T_L - T_s$ . Deste modo, pode-se calcular o gradiente de temperatura através da tangente de sua curva. A partir deste ponto, é

estabelecida a condição de super resfriamento constitucional; onde, para que o modo de solidificação planar seja estável:

$$G > \frac{R\Delta T}{Dl} \quad \text{ou} \quad \frac{G}{R} > \frac{\Delta T}{Dl} \quad \text{Eq. 3}$$

Caso a razão  $G/R$  seja menor que o lado direito da relação, obtém-se a estabilização de outros modos de solidificação, como celular, celular dendrítico e colunar dendrítico, de acordo com o grau de super resfriamento constitucional (KOU, 2003), como mostrado na Figura 10. A dimensão das morfologias observadas é obtida pelo produto  $G \times R$  – também interpretado como taxa de resfriamento do líquido na fronteira de solidificação. À medida que esta relação cresce, dendritas mais finas são tidas como resultado (LEE *et al.*, 2014).

Figura 10: Efeito do super resfriamento constitucional nos modos de solidificação: (a) planar; (b) celular; (c) celular dendrítico; (d) colunar dendrítico.



Fonte: KOU, 2003.

### 3.4 Propriedades Mecânicas e Performance

Como já mencionado anteriormente, a transformação martensítica é um fator determinante quando se trata da microestrutura das Zonas Parcialmente Fundidas formadas a partir de soldagens dissimilares utilizando aços 9Ni. Deste modo, se torna necessário entender o fenômeno da temperabilidade aplicado a estes materiais.

De acordo com COSTA E SILVA (2021), a temperabilidade é a capacidade de um aço de formar martensita a uma determinada profundidade – ou, no caso de juntas soldadas, em uma determinada região. Isso implica em retardar a nucleação de fases encontradas no equilíbrio. Existem três fatores que afetam a temperabilidade:

- Elementos de liga estabilizadores da austenita: Em sua maioria, os elementos de liga deslocam as curvas TTT dos materiais para a direita, diminuindo a taxa de resfriamento crítico e facilitando a formação de martensita;
- Granulação grosseira da austenita: Grãos mais grosseiros de austenita apresentam menos contornos de grão, os quais atuam como fontes de nucleação heterogênea de fases difusionais. Sendo assim, o tempo em que uma peça está submetida a uma faixa de temperatura dentro do campo austenítico é um parâmetro-chave para a temperabilidade, pois irá determinar o crescimento de grãos da fase austenita. Grãos refinados dificultam a transformação martensítica;
- Homogeneidade da austenita: Quanto mais homogênea se encontra a austenita, ou seja, livre de inclusões ou precipitados, mais facilmente será nucleada martensita; afinal, estes compostos são fontes de nucleação heterogênea. Grãos grosseiros de austenita possuem alta difusividade e são formados em altas temperaturas, tendo assim maior capacidade de dissolução de outras fases (COSTA E SILVA, 2021).

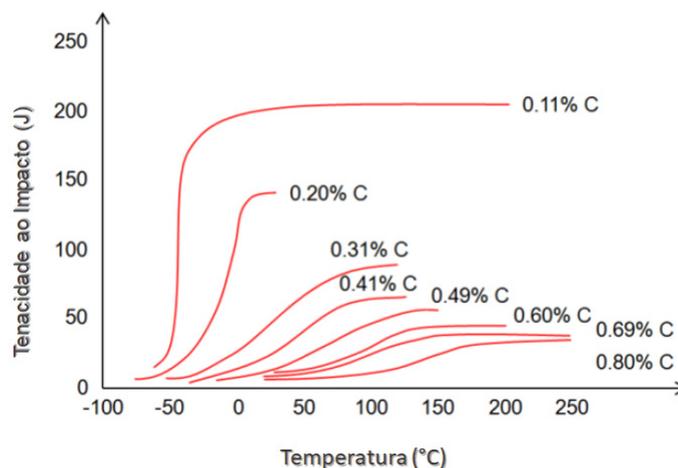
A variação microquímica encontrada nas Zonas Parcialmente Misturadas de juntas dissimilares afeta diretamente a temperabilidade local, tendo em vista que, durante o processo de soldagem, ocorre o transporte difusional de elementos de liga causado pela energia na forma de calor.

### 3.4.1 Influência dos Elementos de Liga

A seguir, será apresentada uma revisão sobre a influência dos elementos de liga considerados mais impactantes nas propriedades mecânicas e performance criogênicas dos aços 9Ni, com exceção do níquel, já comentado em seções anteriores:

- Carbono: O carbono atua como elemento de liga de destaque em aços. Seu teor afeta a dureza, resistência mecânica e tenacidade dos materiais. É de conhecimento que o aumento da porcentagem de carbono nas ligas ferrosas aumenta sua dureza e resistência mecânica; em contrapartida, a tenacidade diminui, como mostra a Figura 11. Para aplicações criogênicas, a quantidade de carbono deve ser mínima, de tal modo que a TTDF seja baixa e que haja boa soldabilidade, mas suficiente para fornecer resistência adequada (KAH, 2015).

Figura 11: Variação da tenacidade ao impacto em ensaios Charpy, de acordo com a temperatura, realizados em aços carbono normalizados de diferentes teores de carbono.

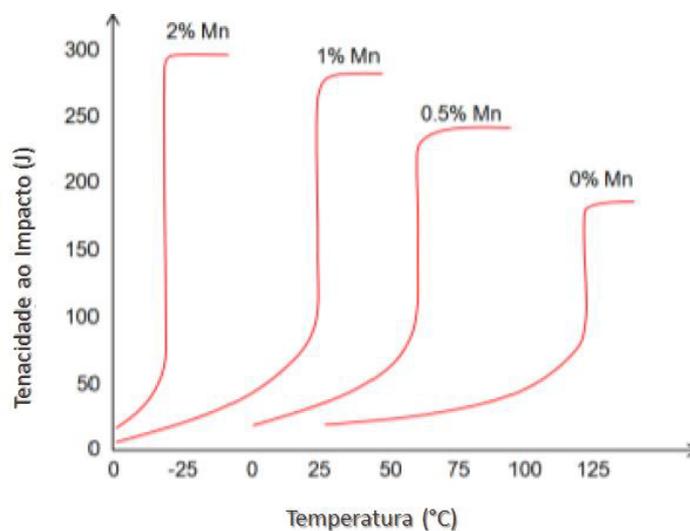


Fonte: KAH, 2015.

- Manganês: Em aços com baixo teor de carbono, o elemento manganês abaixa a TTDF, contribuindo assim para a tenacidade em baixas temperaturas. Já em aços com maiores quantidades de carbono, o efeito na tenacidade é reverso. A Figura 12 ilustra a

tenacidade ao impacto de amostras de aços com 0,3% de carbono, com diferentes teores de manganês. É possível notar que, à medida que a porcentagem aumenta, a tenacidade é maior para temperaturas cada vez mais baixas. Em aços temperados e revenidos, o manganês pode contribuir para o fenômeno de fragilização ao revenido (KAH, 2015).

Figura 12: Variação da tenacidade ao impacto em ensaios Charpy, de acordo com a temperatura, realizados em aços com 0,3% de carbono, contendo diferentes teores de manganês.

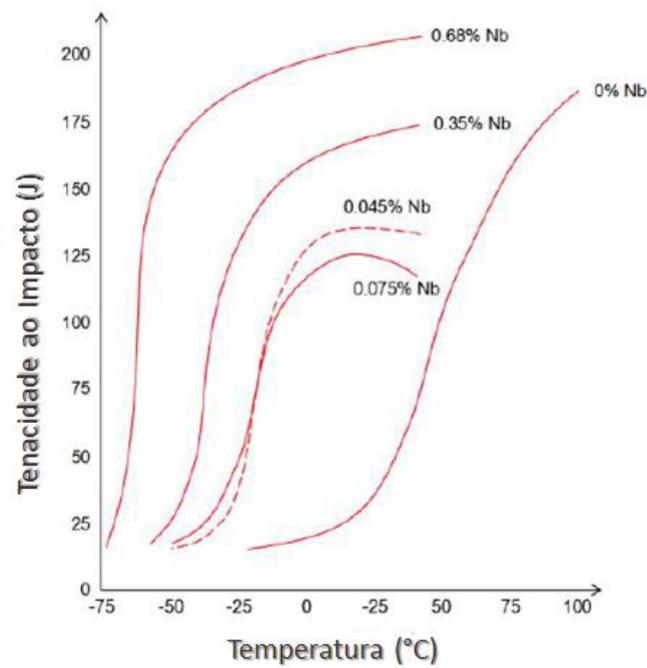


Fonte: KAH, 2015.

- Molibdênio: Teores acima de 0,4% deste elemento contribuem para o aumento da temperabilidade dos aços. Desta maneira, impactando na microestrutura, o molibdênio atua diretamente na tenacidade ao impacto. Teores entre 0,5 e 1,0% fazem com que a fragilização ao revenido seja retardada (KAH, 2015).
- Cromo: Além de aumentar, em pouca quantidade, a TTDF, o elemento cromo contribui para o aumento da temperabilidade em aços, resultando, geralmente, em uma microestrutura martensítica. Teores acima de 0,9% deste elemento fazem com que seja muito difícil alcançar propriedades mecânicas ideais para aplicações criogênicas (KAH, 2015).

- Nióbio: Através da Figura 13, é possível notar que a adição do elemento nióbio contribui para o aumento da tenacidade ao impacto em aços com baixo teor de carbono. O principal mecanismo para tal consequência é o refino de tamanho de grãos ferríticos (KAH, 2015).

Figura 13: Variação da tenacidade ao impacto em ensaios Charpy, de acordo com a temperatura, realizados em amostras de aço de baixo teor de carbono, com variação no teor de Nb, normalizados a 955°C.



Fonte: KAH, 2015.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Materiais

O material do presente estudo trata-se do aço ASTM A333 Gr. 8, como metal base; e a liga de níquel AWS ER NiCrMo-3, como metal de adição. O metal base foi inicialmente confeccionado no formato de tubos, com diâmetro de 219,1 mm e espessura de parede de 31,75 mm. O metal de adição foi fornecido no formato de arame, com diâmetro de 1,2 mm. Através das Tabelas 1 e 2, as quais mostram as composições químicas das duas ligas, é possível notar suas equivalências aos aços 9Ni e UNS N06625 - Inconel 625, respectivamente. As informações dadas nas Tabelas são fornecidas pelos fabricantes dos materiais em questão e confirmados por realizadores do projeto Soldabilidade de Materiais para Transporte e Armazenamento de CO<sub>2</sub>, concluído anteriormente ao presente estudo por membros do Laboratório de Pesquisa e Tecnologia em Soldagem – LPTS/UFC, através de análises de composição química.

Tabela 1: Composição química do aço ASTM A333 Gr.8.

<b>Elemento</b>	<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Si</b>	<b>Ni</b>	<b>Fe</b>
Teor (%p)	0,044	0,58	<0,008	<0,008	0,22	8,99	Bal.

Fonte: Fornecida por fabricantes.

Tabela 2: Composição química da liga de níquel AWS ER NiCrMo-3.

<b>Elemento</b>	<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Ni</b>	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>Nb</b>	<b>Fe</b>
Teor (%p)	0,04	0,60	61,6	22,0	9,0	3,30	2,3

Fonte: Fornecida por fabricantes.

O metal de base foi sujeito ao tratamento térmico de têmpera em água, após uma austenitização a 800°C por uma hora, seguido de revenimento, também por uma hora.

## 4.2 Processo de Soldagem

A soldagem dos tubos foi feita no LPTS/UFC pela equipe do projeto mencionado na seção anterior, cuja equipe foi composta pelos professores Hélio Cordeiro de Miranda, Marcelo Ferreira Motta, Cleiton Carvalho Silva e Willys Machado Aguiar, além da engenheira Rafaella de Sousa Silva e do bolsista de graduação Adriano de Sousa Câmara, utilizando-se do processo MIG/MAG, de forma automática, com equipamento constituído por um braço robótico KUKA KR 16 e uma mesa posicionadora KUKA DPK 400, pertencente ao LPTS/UFC.

Foram produzidas três juntas de topo, com múltiplos passes de enchimento e acabamento de três energias de soldagem diferentes: 0,7 kJ/mm, 1,5 kJ/mm e 2,5 kJ/mm. Para as três juntas, a energia de soldagem aplicada no passe de raiz foi de 0,47 kJ/mm. É válido mencionar que, para as configurações de energia de soldagem mencionadas acima, as variáveis de potência do arco foram mantidas constantes, modificando-se apenas a velocidade de soldagem. Deste modo, foi obtida uma transferência metálica predominantemente goticular. Uma mistura gasosa de Ar + 25% He foi introduzida ao processo com o objetivo de proteger a solda da atmosfera em torno do material. As informações sobre os parâmetros de soldagem do passe de raiz e passes de enchimento e acabamento podem ser observadas nas Tabelas 3 e 4.

Tabela 3: Parâmetros adotados para a soldagem do passe de raiz dos tubos de aço ASTM A333 Gr.8 (9Ni).

<b>Condição</b>	<b>I (A)</b>	<b>U (V)</b>	<b>V<sub>s</sub> (mm/min)</b>	<b>E (kJ/mm)</b>
Todas	119	16,4	250	0,47

Fonte: Fornecida pela equipe do projeto realizado no LPTS/UFC.

Tabela 4: Parâmetros adotados para a soldagem dos passes de enchimento e acabamento dos tubos de aço ASTM A333 Gr. 8 (9Ni).

<b>Ip (A)</b>	<b>Tp (ms)</b>	<b>Ib (A)</b>	<b>Tb (ms)</b>	<b>Im (A)</b>	<b>Ief (A)</b>	<b>U (V)</b>	<b>V<sub>s</sub> (mm/min)</b>	<b>E (kJ/mm)</b>
300	2,2	120	4,0	184	203	30	470	0,7
							220	1,5
							132	2,5

Fonte: Fornecida pela equipe do projeto realizado no LPTS/UFC.

Figura 14: Bancada do LPTS/UFC para realização de soldagens.



### ***4.3 Caracterização Mecânica***

De posse dos tubos soldados, foram extraídas amostras ao longo da seção transversal à soldagem para cada junta.

Uma preparação metalográfica convencional foi aplicada às amostras, seguindo as operações: lixamento com lixas d'água de granulometrias 80, 120, 220, 320, 400, 600 e 1200; polimento com pastas de diamante na sequência de granulometrias de 6, 3 e 1 micron. Em seguida, as amostras foram atacadas quimicamente com os reagentes Picral 4% (4 gramas de ácido pícrico + 96 mL de álcool etílico) e Nital 2% (2 mL de ácido nítrico + 98 mL de álcool etílico), por 45 e 20 segundos, respectivamente. Deste modo, a ZAC das amostras se mostrou revelada.

Figura 15: Juntas soldadas a partir do metal de base ASTM A333 Gr.8, com metal de adição AWS ER NiCrMo-3, com energias de 0,7 kJ/mm, 1,5 kJ/mm e 2,5 kJ/mm, respectivamente.



Fonte: Fornecida pela equipe do projeto realizado no LPTS/UFC.

Para avaliar as propriedades mecânicas da Zona Parcialmente Misturada, juntamente à zona afetada pelo calor e zona fundida, utilizou-se do microdurômetro LECO AMH55 LM-110 AT, disponível nas instalações do LPTS/UFC. Duas regiões de cada amostra, contemplando todas as zonas acima, foram selecionadas, e um mapeamento foi feito para análise em relação à microdureza. A escala Vickers foi aplicada para estes ensaios, respeitando a condição de espaçamento entre indentações de 2,5 vezes a diagonal média de uma indentação prévia para teste, segundo a norma ISO 6507-1:2018. De acordo com esta regra, a carga para as amostras foi de 10 gramas-força. O tempo de aplicação da carga foi de 13 segundos.

Figura 16: Microdurômetro LECO AMH55 LM-110 AT, do LPTS/UFC.



#### ***4.4 Caracterização Microestrutural e Microquímica***

A caracterização microestrutural utilizou-se de microscopia eletrônica de varredura (MEV), através do equipamento FEI Quanta 250, com sistema de análise de energia dispersiva, localizado no LPTS. Além da obtenção de imagens, as quais foram obtidas através do detector de elétrons retroespalhados, análises de espectroscopia de raios-X por dispersão de energia – EDS – foram realizadas nas regiões selecionadas para mapeamento de microdureza, objetivando detectar a variação microquímica dos elementos-chave constituintes das duas ligas.

Figura 17: Microscópio eletrônico de varredura FEI Quanta 250, do LPTS/UFC.



## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

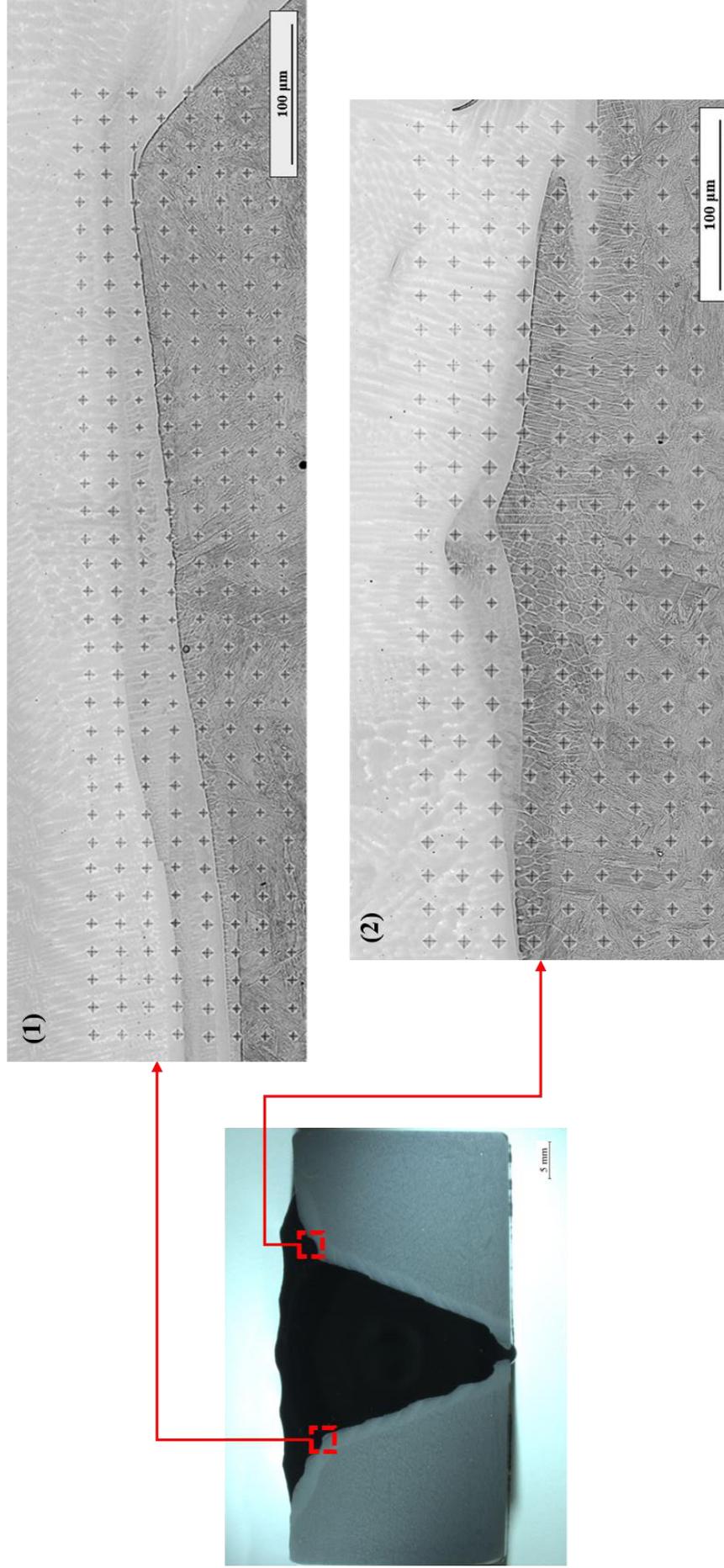
### 5.1 Caracterização Microestrutural

A análise microestrutural das interfaces soldadas feitas via MEV-BSE visam caracterizar a microestrutura na região, e identificar os parâmetros que relacionam as condições de soldagem das amostras e as fases/morfologias encontradas.

As Figuras 18, 19 e 20 apresentam as duas regiões selecionadas das três amostras estudadas, exibindo os mapeamentos de microdureza realizados. As imagens revelam uma zona, cuja extensão é de algumas dezenas de micrometros, na interface substrato/zona fundida, cuja microestrutura e morfologia são diferentes em relação à zona afetada pelo calor, presente na parte inferior das imagens; e à zona fundida, correspondente à parte superior das imagens.

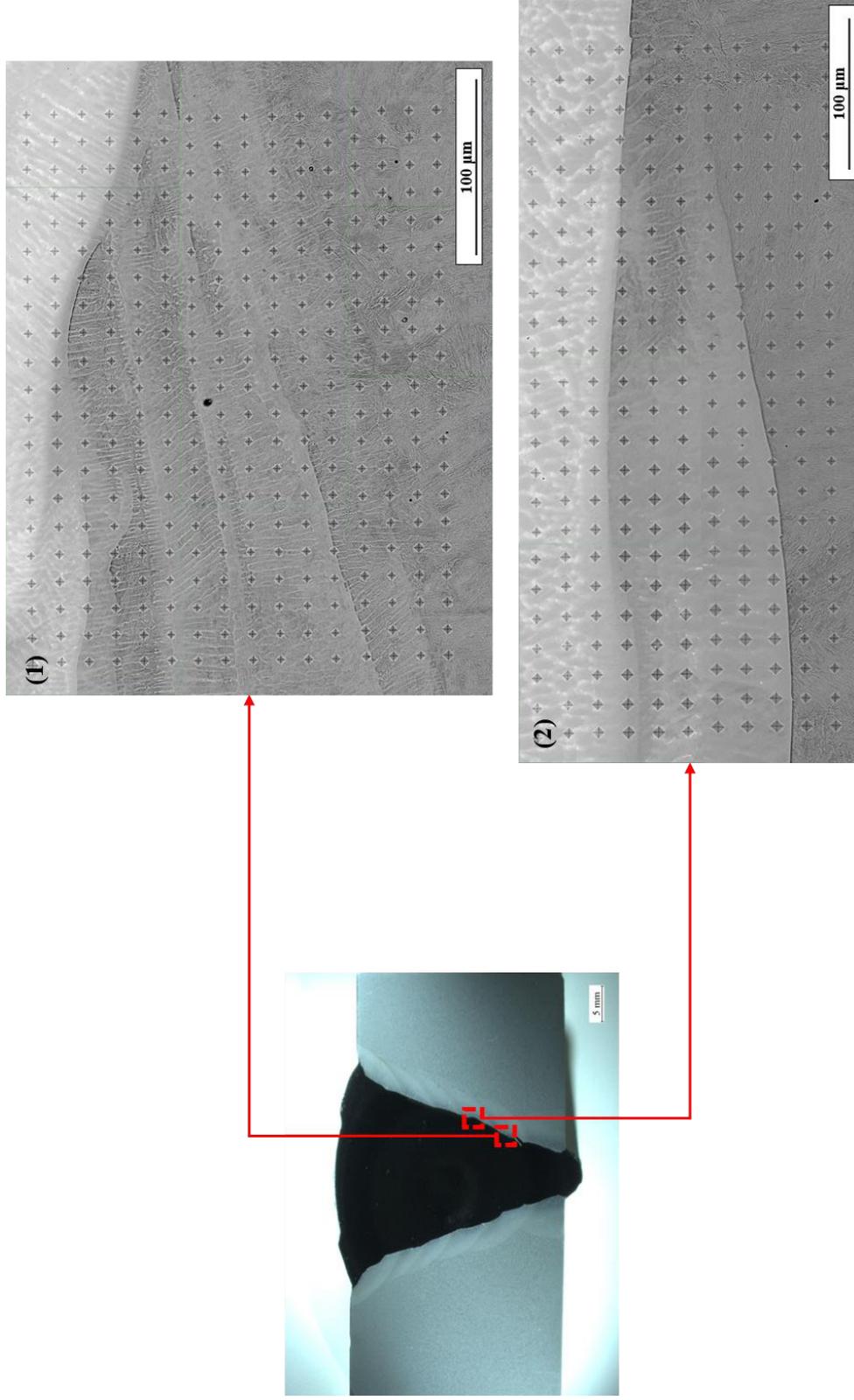
Estas zonas, de coloração cinza, são denominadas Zonas Parcialmente Misturadas, de acordo com o que foi mencionado anteriormente na seção de Revisão Bibliográfica. As ZPM's – termo que será usado comumente de agora em diante no presente estudo – são regiões formadas como consequência da mistura incompleta entre o substrato e o metal de adição. Devido ao fluxo de calor resultante da passagem da fonte de calor do processo de soldagem por fusão, além do complexo fluxo hidrodinâmico na interface sólido/líquido, o tempo de permanência em altas temperaturas (responsável pela difusão no líquido) e as condições de resfriamento, existe um gradiente de composição química nestas zonas, responsável pela mudança microestrutural e morfológica ocorrida. Estas mudanças implicam na necessidade de avaliações críticas em relação à tenacidade destas juntas, aliada a fenômenos como fragilização por hidrogênio, descolamento – do termo em inglês “*clad disbonding*” – e corrosão sob tensão (YAO *et al.*, 2009; SAVAGE *et al.*, 1976; NELSON, 1998).

Figura 18: Imagens obtidas via microscopia eletrônica de varredura de mapeamentos de microdureza realizados na junta soldada de 9Ni com energia de soldagem de 0,7 kJ/mm.



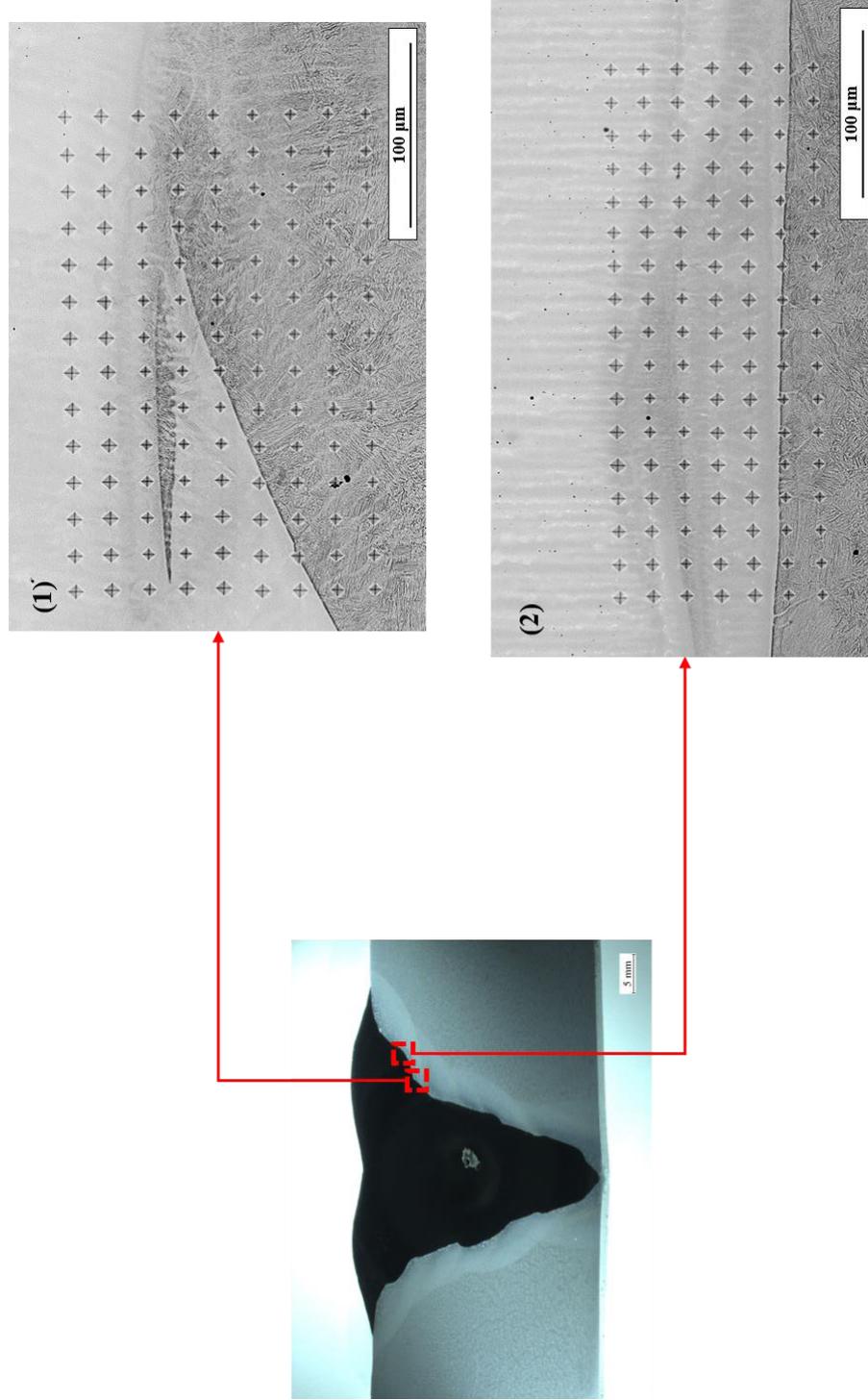
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 19: Imagens obtidas via microscopia eletrônica de varredura de mapeamentos de microdureza realizados na junta soldada de 9Ni com energia de soldagem de 1,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 20: Imagens obtidas via microscopia eletrônica de varredura de mapeamentos de microdureza realizados na junta soldada de 9Ni com energia de soldagem de 2,5 kJ/mm.



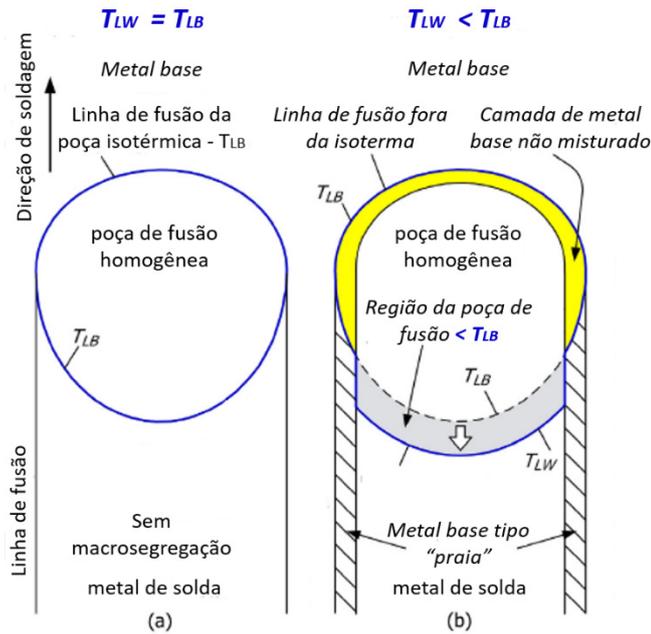
Fonte: Elaborada pelo autor.

Pelas imagens apresentadas, é notável a presença de diferentes morfologias nas interfaces das juntas soldadas. Conforme apresentado por autores como SOYSAL *et al.* (2016), NELSON (1998) e YANG (2013), em soldagens de materiais dissimilares, ocorre a macrosegregação devido à diferença de composição química entre as duas ligas. Baseados em termos de temperatura de solidificação e movimento convectivo, mecanismos deste fenômeno são apresentados na Figura 21.

No caso (a), tem-se uma soldagem sem metal de adição. É possível analisar que, durante o processo, a poça de fusão se encontra isotérmica, pois a temperatura da poça de fusão é igual à temperatura *liquidus* do metal base – isto é,  $T_{LW} = T_{LB}$ . Macroscopicamente, o metal de solda resultante é uniforme em composição, apesar de a microsegregação ainda existir.

Entretanto, no caso (b), onde um metal de adição dissimilar é utilizado, é observada uma diferença de temperatura na região da frente de solidificação da poça de fusão. Isto se deve à mudança de composição química da poça de fusão (e, portanto, do metal de solda), como consequência da utilização de dois materiais distintos. Então, tem-se que  $T_{LW} < T_{LB}$  (lembrando que as temperaturas *liquidus* do aço 9Ni e da liga Inconel 625 são, respectivamente, 1501°C e 1363°C). Na fronteira entre a poça de fusão e o metal base, encontra-se uma camada rica em ferro, correspondente à fração de metal base que se encontra líquida na poça de fusão; porém, a depender das condições operacionais, como por exemplo a energia de soldagem, pode pouco ou nenhum grau de mistura ocorrer entre os metais no estado líquido, de acordo com os conceitos de mecânica dos fluidos já comentados na seção de Revisão Bibliográfica. Portanto, pode-se deduzir que mesmo havendo uma adição muito pequena de elementos de liga provenientes do metal de adição à camada estagnada constituída de metal base fundido, a temperatura de solidificação desta camada estagnada será bem próxima de  $T_{LB}$ . Ao cruzar esta temperatura, a camada de metal base não misturada ou com mistura incipiente na borda da poça de fusão solidifica com características intrínsecas do metal base tipo “praia”. No presente trabalho, esta morfologia de interface é vista nas regiões analisadas da amostra de 9Ni soldada com energia de 0,7 kJ/mm; e na região (b) da amostra cuja energia de soldagem é de 2,5 kJ/mm, apresentadas mais detalhadamente na Figura 22. Neste último caso, não era esperado que as condições de fluxo de massa, difusão no estado líquido e taxa de solidificação para a maior condição de energia de soldagem permitissem a formação de praias. Pode-se tratar, portanto, de um caso isolado.

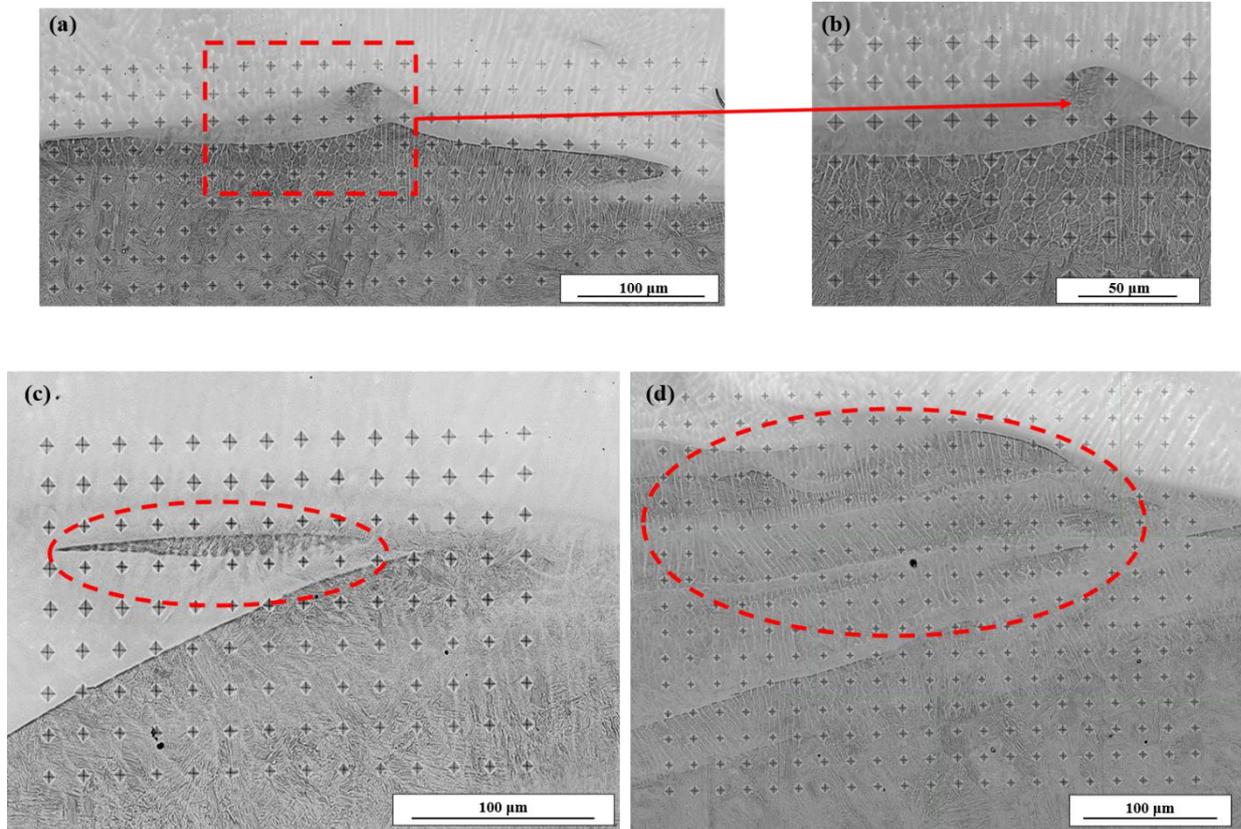
Figura 21: Conceitos de solidificação aplicados à soldagem de materiais dissimilares.



Fonte: SOYSAL *et al.*, 2016, com adaptação elaborada pelo autor.

Além da temperatura de solidificação, o movimento convectivo induzido pela poça de fusão durante o processo de soldagem atua de modo a carregar parte do metal base para regiões próximas à frente de solidificação da poça de fusão, cuja temperatura é menor que  $T_{LB}$ . Desta maneira, esta porção solidifica rapidamente em duas morfologias, identificadas por BEAUGRAND *et al.* (2009) como “penínsulas”, as quais podem ser observadas na imagem obtida da região (2) da amostra soldada com energia de 1,5 kJ/mm, além da região (1) da amostra de energia de 2,5 kJ/mm; e “ilhas”, cuja morfologia é vista nas regiões (1) da amostra soldada com energia 1,5 kJ/mm e (2) da amostra soldada com energia de 2,5 kJ/mm (coloração cinza fosco). Nos três casos, apresentados na Figura 22, a microestrutura é constituída majoritariamente por martensita.

Figura 22: Morfologias encontradas nas Zonas Parcialmente Misturadas: (a) praia – região (1) da junta soldada com energia 0,7 kJ/mm; (b) trecho ampliado, morfologia praia; (c) península – região (1) da junta soldada com energia 2,5 kJ/mm; (d) ilha – região (1) da junta soldada com energia 1,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Embora sejam adotadas estas terminologias por BEAUGRAND *et al.* (2009) para nomear tais morfologias encontradas nas Zonas Parcialmente Misturadas, as quais são relacionadas à quantidade de metal base destacado para regiões mais à frente da poça de fusão – praias para pouco destaque, penínsulas para destaque quase completo e ilhas para destaque completo, estas zonas, na verdade, são regiões de redemoinho pelo encontro de correntes convectivas no fundo da poça de fusão, as quais são responsáveis por enriquecer o líquido na localidade em metal base, de maior ponto de solidificação. Isso faz com que o metal base se solidifique rapidamente e forme estruturas tridimensionais. Portanto, as terminologias adotadas representam aspectos de duas dimensões de estruturas de três dimensões. Deste modo, as morfologias encontradas são

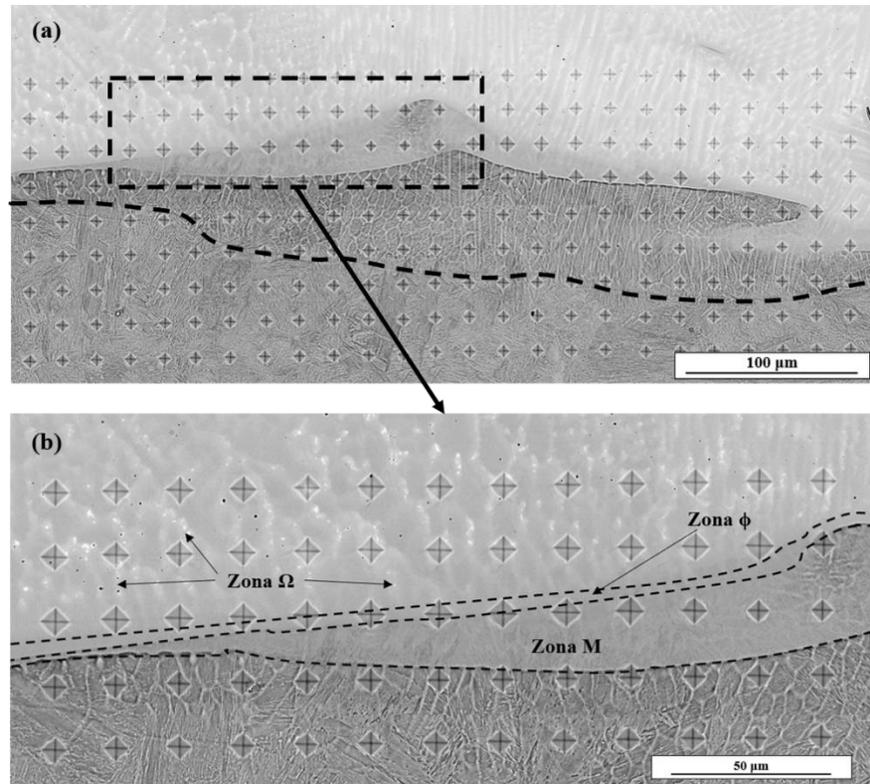
fortemente influenciadas pelo corte de amostras, seja em seção longitudinal ou transversal, uma vez que ao mudar a direção de corte, a morfologia vista na superfície da amostra pode ser alterada. Deve-se observar, mesmo que as nomenclaturas possam ser utilizadas, o presente trabalho as usa meramente com único propósito de identificar regiões de alta agitação da poça de fusão.

Trabalhos como os de OMAR (1998), BEAUGRAND *et al.* (2009) e SILVA (2010), ao estudarem soldagens dissimilares entre aços-carbono/baixa liga e metais de adição envolvendo ligas de níquel e ligas de cobre, classificam estas zonas como Zonas Parcialmente Misturadas com formação de martensita – ZPM-M. No presente estudo, estas faixas localizadas na interface são divididas em três zonas menores:

- Região encontrada a poucos microns da linha de fusão, a qual consiste em ripas de martensita, rica em ferro, elemento que sofreu difusão durante o processo de soldagem;
- Região homogênea em termos de microestrutura encontrada logo acima às ripas de martensita, a qual não apresenta quaisquer indícios de contornos de grão;
- Região que apresenta semelhança ao modo de crescimento celular, caracterizada pela desestabilização da interface planar, com evidências de linhas de fluxo de calor, adentrando cerca de 50  $\mu\text{m}$  em relação à zona fundida.

Estas regiões serão chamadas de zonas  $M$ ,  $\phi$  e  $\Omega$ , de acordo com as descrições apresentadas acima, e conforme o que é apresentado por BEAUGRAND *et al.* (2009) e SILVA (2010). A Figura 23 destaca a separação descrita, tomando como exemplo a região (2) analisada na amostra de energia 0,7 kJ/mm.

Figura 23: Representação das regiões que constituem a ZPM-M - região (2), amostra de junta soldada com energia de 0,7 kJ/mm: (a) Identificação da região com linha de fusão destacada; (b) ampliação da região com identificação das zonas M,  $\phi$  e  $\Omega$ .



Fonte: Elaborada pelo autor.

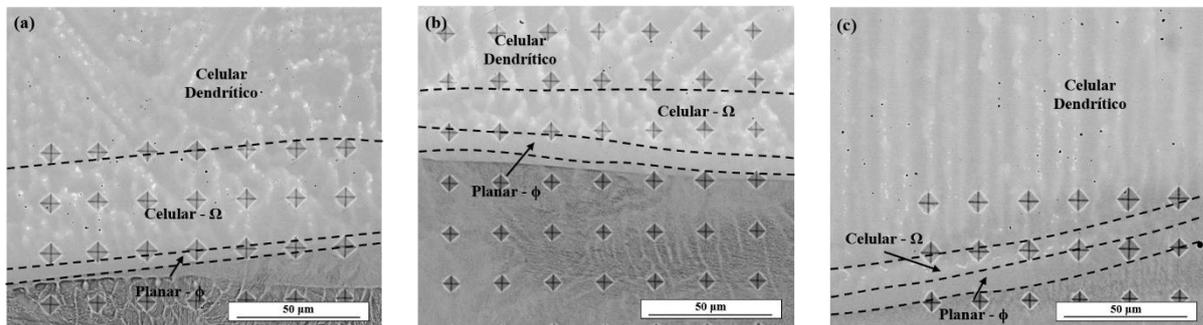
Ao diminuir a velocidade de soldagem, o arco permanecerá por mais tempo em uma determinada região. Este fato proporciona, como consequência, um maior volume de líquido na poça de fusão. Desta forma, para a mesma intensidade de forças motrizes que promovem a movimentação da poça, se torna mais difícil provocar movimento convectivo em uma maior porção de metal no estado líquido, assim como a agitação da poça.

Para além disto, a taxa de solidificação dos dois materiais que constituem a junta é diminuída para a condição de maior energia. Deste modo, na poça de fusão, a porção de cada liga ali presente permanece mais tempo no estado líquido. Sendo assim, é proporcionado um maior grau de difusão entre os líquidos, fazendo com que o gradiente de composição química seja reduzido (SILVA, 2010). Desta maneira, na condição de maior energia de soldagem, a zona não-

misturada tende a se misturar, a zona parcialmente misturada mistura-se ainda mais e adicionam-se elementos estabilizadores de austenita na matriz de Fe.

Outro aspecto importante a ser analisado é o modo de solidificação característico das Zonas Parcialmente Misturadas. Após a formação da martensita – Zona M – é possível observar duas pequenas regiões distintas. A primeira delas, adjacente à Zona M, é caracterizada por não possuir indícios de contornos de grão ou interfaces. Nas imagens de MEV-BSE, a coloração cinza homogênea é predominante. A segunda região, surgindo em seguida, apresenta iniciação de crescimento celular, representado pela iniciação de contornos indicando direção de solidificação; porém não semelhante ao volume do metal de solda. Posteriormente, caracteriza-se o crescimento celular dendrítico. Três regiões de cada amostra, com destaque aos modos de solidificação mencionados, são ilustradas na Figura 24.

Figura 24: Representação dos modos de solidificação das ZPM-M: (a) região (2) da amostra de 0,7 kJ/mm; (b) região (2) da amostra de 1,5 kJ/mm; (c) região (3) da amostra de 2,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Ao analisar as imagens, percebe-se a coincidência dos modos de solidificação descritos com as zonas das ZPM-M – zona  $\phi$  com crescimento planar e zona  $\Omega$  com crescimento celular. Acredita-se que, logo após o início da solidificação, a interface sólido/líquido ainda esteja estável; afinal, para que ocorra a segregação de soluto para o líquido, é demandado certo tempo. Logo, o processo de solidificação é iniciado de forma planar. Posteriormente, após certa mistura entre os dois materiais soldados e segregação de soluto para o líquido mais próximo, a interface S/L se torna instável pela queda de temperatura, cerrando o modo de solidificação planar e dando lugar ao modo celular. Esta hipótese é compatível com a teoria do super resfriamento

constitucional. Com o estabelecimento do modo celular dendrítico de solidificação, tem-se a zona fundida.

Comparando as diferentes energias de soldagem aplicadas às juntas, é notável que, com o aumento deste parâmetro, a extensão da zona  $\Omega$  de crescimento celular diminui. Quanto à zona  $\phi$  de crescimento planar, não houveram mudanças significativas em relação à sua extensão ao comparar as três regiões analisadas. Acredita-se que a difusão de elementos do metal de adição para o metal base, como níquel, cromo e molibdênio, não tenham alcançado tal região, devido às condições fora de equilíbrio que o processo de soldagem proporciona, fazendo com que o tempo seja muito curto para que este fenômeno ocorra. Portanto, não se tornou possível a instabilidade da interface S/L logo no início da zona de crescimento planar, concluindo que a mudança da energia de soldagem não interfere em sua extensão.

De acordo com o que foi comentado na seção de Revisão Bibliográfica e estudado por SAURAW *et al.* (2021), de acordo com a teoria do super resfriamento constitucional, a instabilidade da interface S/L é alcançada quando

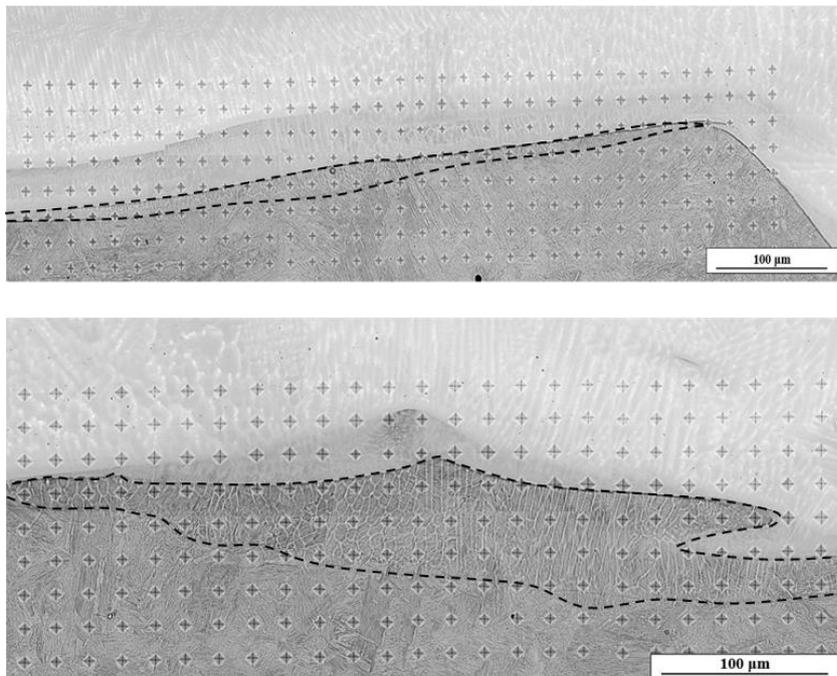
$$\frac{G}{R} < \frac{\Delta T}{Dl} \quad \text{Eq. 4}$$

Portanto, a razão  $G/R$  controla o modo de solidificação e o tamanho da microestrutura, além do teor de soluto presente na região. Quanto menor esta, maior o grau de super resfriamento constitucional, e mais facilmente as interfaces se desestabilizam, solidificando seguindo a ordem: planar, celular, celular dendrítico, colunar dendrítico. É conhecido que o gradiente de temperatura entre sólido e líquido diminui à medida que a velocidade de soldagem diminui - aumento da energia de soldagem (COELHO *et al.*, 2018). Além disto, conforme mencionado anteriormente, a taxa de solidificação do líquido na poça de fusão é menor ao se usar energias de soldagem maiores (interpretada como taxa de crescimento do sólido), e assim foi permitida maior difusão entre os líquidos na interface. Deste modo, para a energia de 2,5 kJ/mm, a zona  $\Omega$  é menos estável, dando lugar ao crescimento celular dendrítico rapidamente, acarretando em menor contribuição para a extensão das ZPM's como um todo. Para energias menores, como a de 0,7 kJ/mm, a quantidade de calor não foi suficiente para promover difusão, e a região próxima à interface ainda apresenta temperatura *liquidus* muito próxima à do metal base.

Nas regiões analisadas da amostra de energia de soldagem empregada de 0,7 kJ/mm e na região (1) da amostra de energia de soldagem de 1,5 kJ/mm, repara-se que a linha de fusão está localizada a um certo patamar abaixo de onde observa-se o gradiente microestrutural. No início desta interface, os grãos do metal base possuem orientação de solidificação específica. Acredita-se que esta porção constitua a Zona Não-Misturada (ZNM), ou seja, uma camada limite de metal base participante da poça de fusão que não conseguiu se misturar com o restante da poça de fusão e se solidifica com composição química igual ou semelhante à do metal base.

As ZNM identificadas no presente trabalho são destacadas na Figura 25. Ao inspecionar a formação destas zonas sob influência da energia de soldagem, é perceptível sua presença com maior extensão na amostra de 0,7 kJ/mm. A velocidade de soldagem aplicada ao processo se mostrou alta a ponto de não permitir condições suficientes para misturar esta porção de metal base, a qual permaneceu pouco tempo no estado líquido. Na amostra de 1,5 kJ/mm ainda é possível notar algumas ZNM; porém, com menor extensão.

Figura 25: Identificação das Zonas Não-Misturadas (ZNM) – regiões (1) e (2) da junta soldada de 9Ni com energia de soldagem 0,7 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Aspectos microquímicos que justificam a formação destas zonas, além de suas diferenças ao comparar diferentes energias de soldagem, serão apresentados posteriormente.

## ***5.2 Caracterização Mecânica e Microquímica***

Por meio de análises químicas por EDS, foi possível realizar um mapeamento de composição química nas regiões caracterizadas como Zonas Parcialmente Misturadas das amostras do presente estudo, destacando os elementos ferro, níquel, cromo, molibdênio e nióbio ao longo destas interfaces.

Avaliando as Figuras 26 e 27, é notável uma transição de elementos entre as zonas da interface substrato/metal de adição. Na parte inferior das regiões da amostra de 0,7 kJ/mm, tem-se a zona afetada pelo calor do aço 9Ni, rica no elemento ferro. A ZNM adjacente às ZAC's aparenta não variar em composição, indicando que nesta zona é encontrada uma liga muito semelhante ao metal base. Em seguida, ocorre um empobrecimento do ferro, em taxa relativamente baixa, em conjunto com enriquecimento de níquel e cromo em maiores taxas, além de molibdênio e nióbio, em menor escala. Sendo assim, acredita-se que a zona M seja composta por uma matriz de Fe, e teve sua temperabilidade aumentada pelo enriquecimento por Ni, Cr, Mo e Nb. Após esta transição, os teores de níquel, cromo, molibdênio e nióbio se encontram bem mais altos, indicando que aquela região seja a zona fundida, ainda com leve transição.

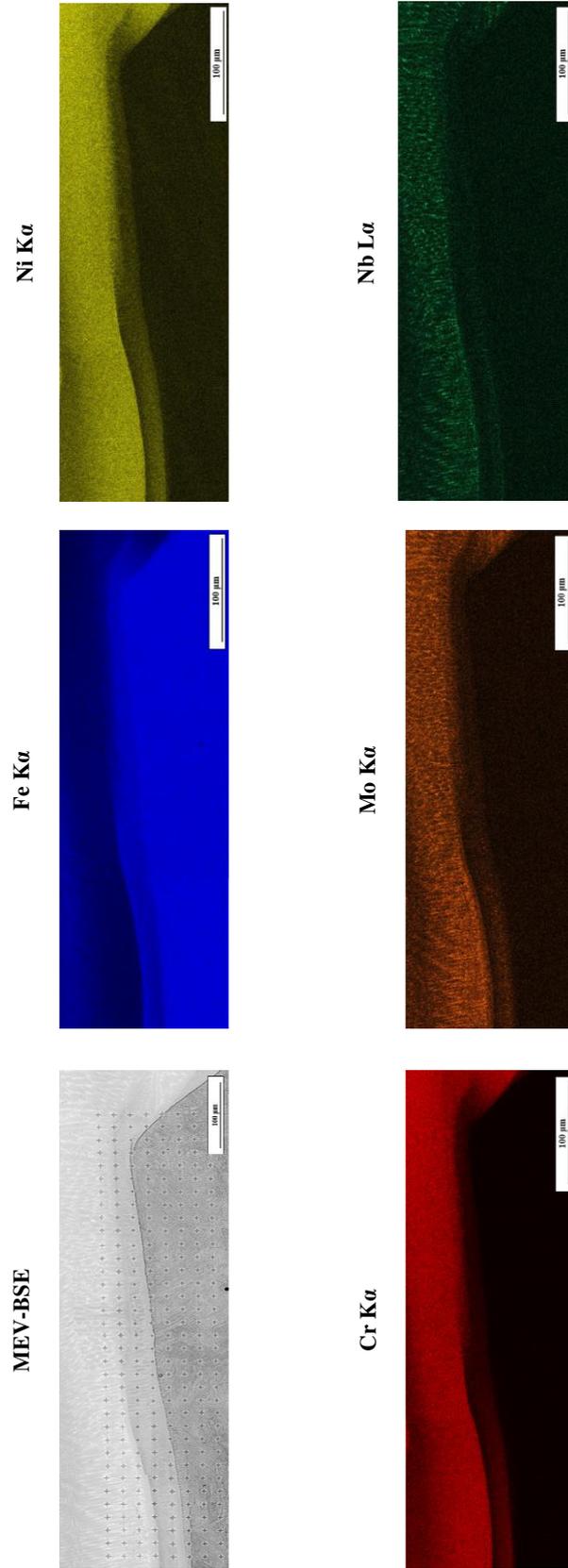
Os mapeamentos de microdureza apresentados na Figura 28 revelam que, nas ZPM-M's, em certas localidades ocorre incremento de dureza, levando a concluir que ali houve a formação de martensita. Outros fatores que podem ser responsáveis pelo aumento desta propriedade mecânica são deformações de rede cristalina e tensões residuais provenientes do próprio processo de soldagem (SILVA, 2018). Os maiores valores de microdureza encontrados nas zonas M das ZPM-M's destas regiões foram de 446 HV e 380 HV, respectivamente. Nas Zonas Não-Misturadas, os valores de microdureza são similares àqueles da ZAC. Acredita-se que a composição química desta zona é bastante semelhante em relação ao metal base. Informações das médias destes valores, assim como aqueles encontrados na ZAC e ZF das regiões estudadas, estão expostos na Tabela 5.

Tabela 5: Valores médios de microdureza – junta soldada de 9Ni com energia de 0,7 kJ/mm.

<b>Amostra 0,7 kJ/mm</b>	<b>Região 1</b>	<b>Desvio Padrão</b>	<b>Região 2</b>	<b>Desvio Padrão</b>
ZAC (média)	295 HV	17,46	315 HV	16,50
ZPM-M (média)	397 HV	31,51	368 HV	10,41
ZF (média)	249 HV	12,69	252 HV	21,44

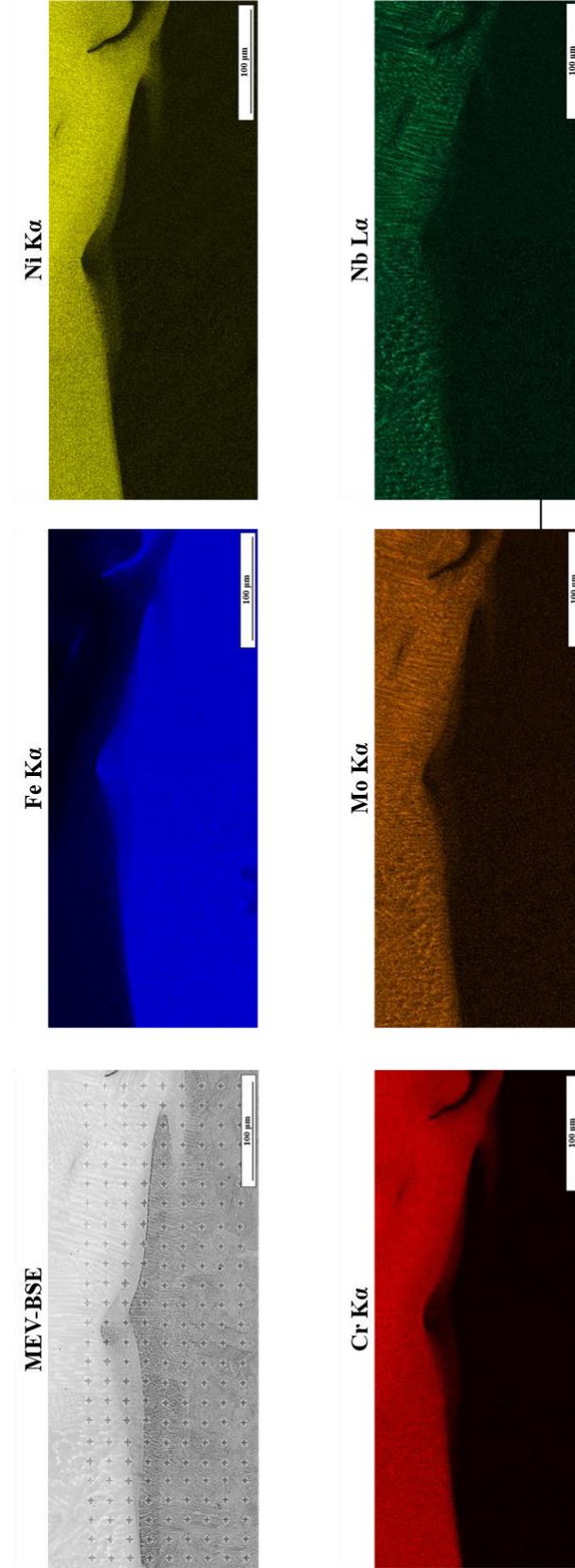
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 26 – Mapeamentos de composição química realizados via MEV-EDS – região 1, amostra de 0,7 kJ/mm.



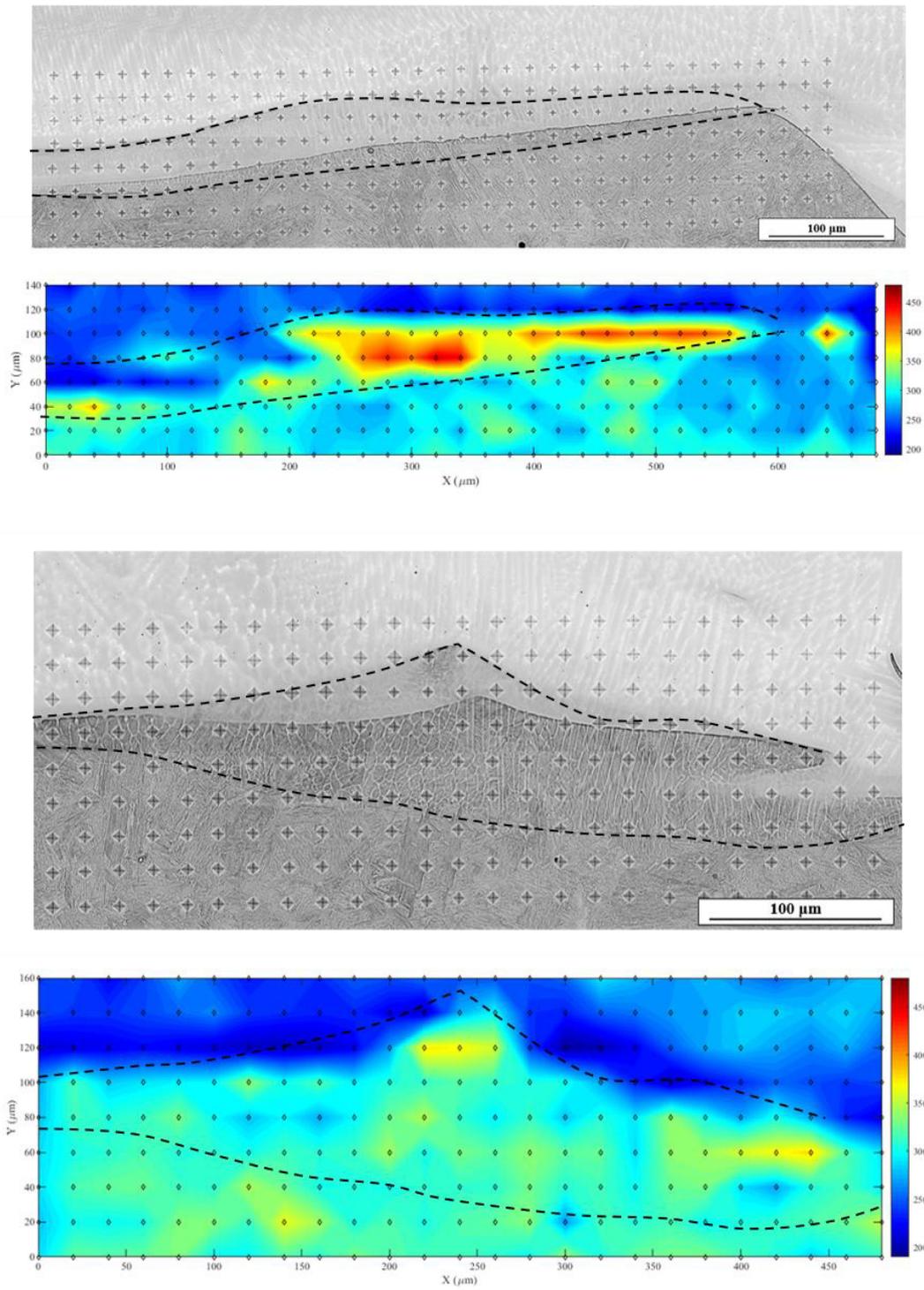
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 27 – Mapeamentos de composição química realizados via MEV-EDS – região 2, amostra de 0,7 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

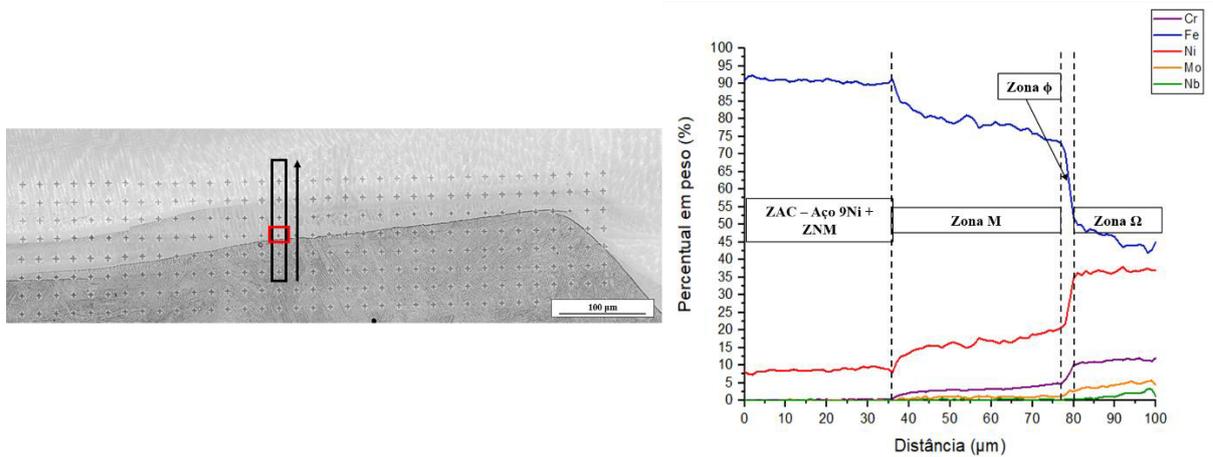
Figura 28: Mapas de microdureza das regiões analisadas da junta soldada com energia de 0,7 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

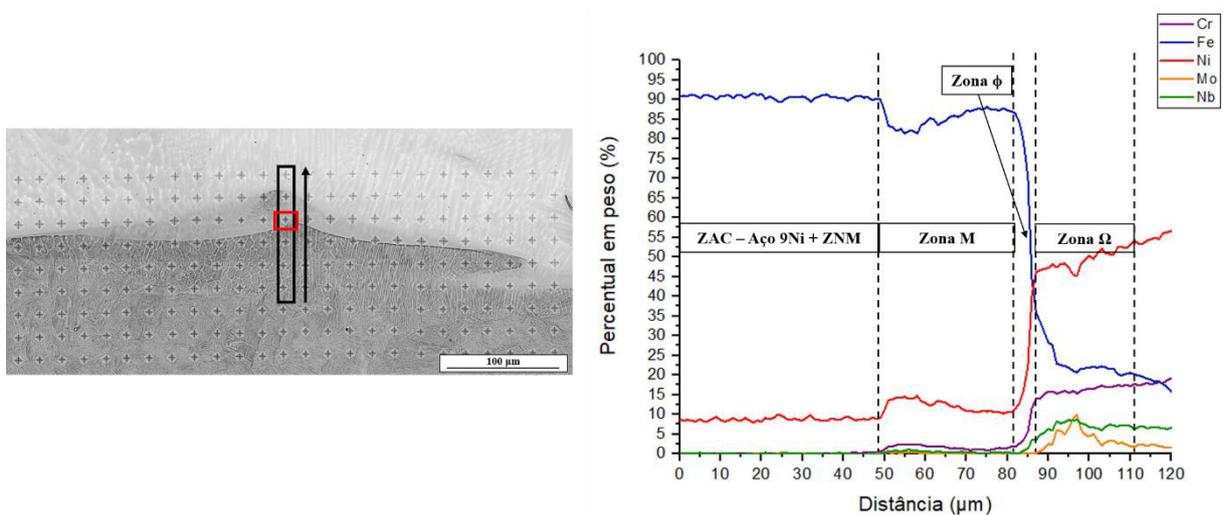
Para compreender a fenomenologia da formação das zonas M, análises de varredura em linha foram realizadas nas regiões onde foram encontrados os maiores valores de microdureza, a fim de estudar a variação da composição química na interface substrato/metal de adição. Os resultados para a amostra soldada com energia de 0,7 kJ/mm seguem nas Figuras 29 e 30.

Figura 29: Varredura de em linha – região (1) da junta soldada de 0,7 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 30: Varredura em linha – região (2) da junta soldada de 0,7 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Para a região 1 da amostra de 0,7 kJ/mm, cuja análise de linescan é ilustrada na Figura 29, seguindo da esquerda para a direita, tem-se primeiramente a zona afetada pelo calor do aço 9Ni, onde o teor de ferro é superior a 90%, juntamente à zona não-misturada. Ao cruzar a

interface substrato/zona fundida, chegando na zona M, é notada uma breve queda do elemento Fe, seguida de um leve enriquecimento de elementos de liga, sendo o Ni aquele de maior expressão, chegando a 15%, acompanhado do elemento cromo, com aproximadamente 2,5%. Assim se justifica a formação de martensita pelo aumento da temperabilidade na região. Em seguida, tem-se a zona  $\phi$  de crescimento planar, caracterizada por uma queda brusca do teor de Fe, seguido de grande aumento do teor de Ni e Cr, além do Mo, que chega a aproximadamente 3%. Já na zona  $\Omega$  de crescimento celular, o teor de Fe continua a diminuir, porém em menores taxas. A concentração de Ni é levemente estabilizada, com sutil crescimento. Os elementos Cr, Mo e Nb se encontram praticamente constantes ao longo desta zona, com destaque ao Nb, cuja concentração está em maior expressão apenas nesta região.

Ao analisar a região 2 da mesma amostra, comportamentos semelhantes são observados para a ZAC do substrato. Na zona M, nota-se que em seu início houve um leve enriquecimento de elementos de liga; entretanto, suas concentrações começam a diminuir a cerca de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$  de extensão. Na zona  $\Omega$ , nota-se que os elementos Ni, Cr, Mo e Nb crescem a maiores taxas em relação a mesma zona da região 1. Posteriormente, o teor de Ni começa a se estabilizar em valores acima de cinquenta por cento, localizando-se no metal de solda.

Análises de composição química via EDS foram realizadas nas áreas das indentações que apresentaram maior microdureza em ambas as regiões. Os dados são apresentados na Tabela 6:

Tabela 6: Análises de EDS nas regiões de maior microdureza – junta soldada com energia de 0,7 kJ/mm.

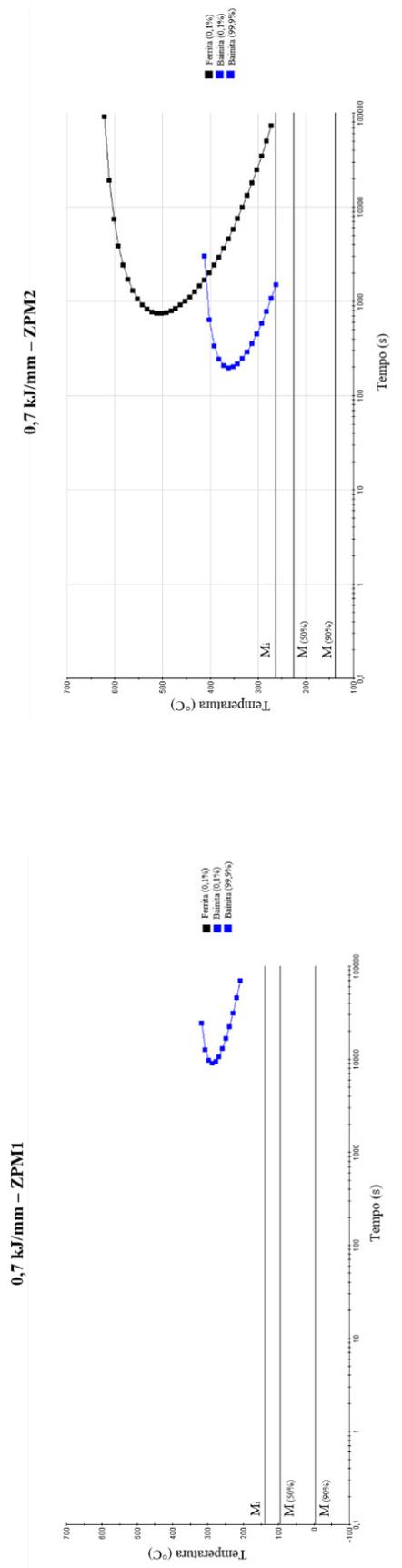
<b>Região (0,7kJ/mm)</b>	<b>Cr (%wt)</b>	<b>Fe (%wt)</b>	<b>Ni (%wt)</b>	<b>Mo (%wt)</b>	<b>Nb (%wt)</b>
ZPM 1	3,25	78,53	16,63	1,18	0,41
ZPM 2	1,89	84,31	12,91	0,64	0,36

Fonte: Elaborada pelo autor.

Os resultados indicam que a temperabilidade na ZPM 1 é maior. Esta temperabilidade é ilustrada pelos diagramas Tempo-Temperatura-Transformação (TTT) apresentados na Figura 31,

elaborados por meio do software JMatPro. Os dados de temperatura de completa austenitização – 757°C, segundo RIOS *et al.* (2022) - e tamanho de grão também foram utilizados.

Figura 31 – Diagramas TTT - regiões de maior microdureza analisadas na junta soldada com energia de soldagem 0,7 kJ/mm.

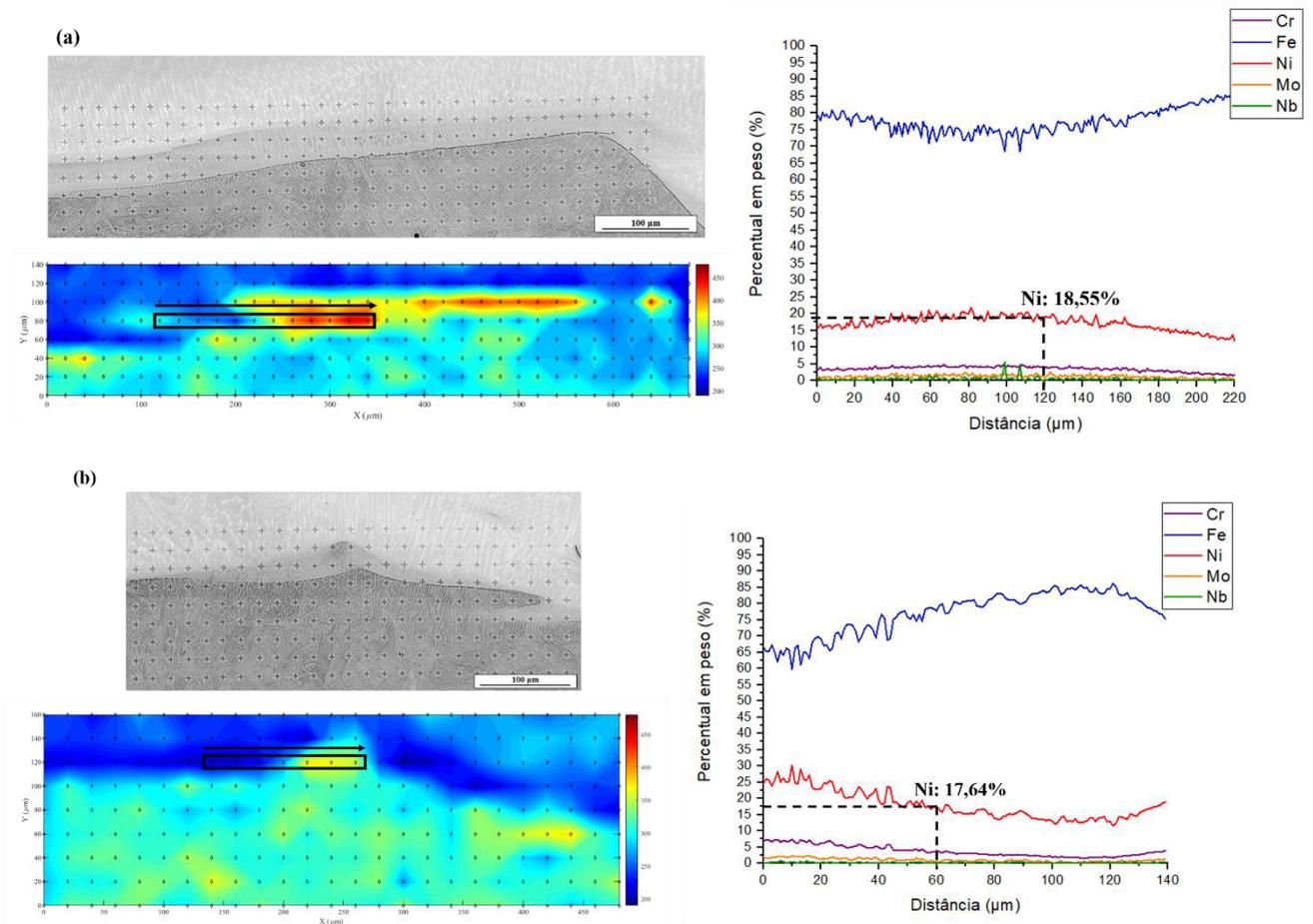


Fonte: Elaborada pelo autor.

Outro fato a ser destacado, através da análise dos mapas de microdureza, é de que as ZPM's estudadas da amostra de energia de soldagem de 0,7 kJ/mm não apresentam dureza uniforme no sentido horizontal. Estima-se que o gradiente de composição química não é uniforme ao longo desta zona.

Sendo assim, novas varreduras em linha horizontais foram feitas em regiões da ZPM onde acontece variação de microdureza, visando entender a influência do teor de elementos de liga para o acontecimento de tal fato. A Figura 32 relaciona estas áreas às varreduras. O elemento em destaque nesta parte do estudo é o Ni, que apresenta teores de, em média, 18% nos limiares entre alta e baixa dureza, apresentando crescimento quando se avança para a seção esquerda da varredura em linha. Acredita-se que, a partir desta concentração média em conjunto do decaimento do teor de Fe, a transformação martensítica seja desestabilizada durante o resfriamento. Logo, na interface, é promovida a formação de solução sólida de níquel em ferro ao invés de martensita, caracterizando austenita de Fe rica em Ni, com estrutura cristalina CFC, apresentando maior quantidade de sistemas de deslizamento de planos cristalográficos, assim como movimentação e deslizamento de discordâncias. O resultado desses fatores é um menor valor de microdureza, como mostrado nos mapeamentos.

Figura 32: Varreduras em linha horizontais realizados nas ZPM's da junta soldada de 9Ni com energia de soldagem de 0,7 kJ/mm: (a) região 1; (b) região 2.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Os linescans horizontais mostram que não somente existe gradiente de composição química na direção de solidificação, como também no sentido da interface substrato/zona fundida. Além dos efeitos mecânicos provocados pela poça de fusão durante o processo, acredita-se que, a depender da posição da região analisada, a soldagem multipasse tenha parcela de interferência, visto que um novo passe de soldagem venha a fundir novamente certa porção de um passe anterior, provocando novo ciclo térmico.

A respeito das regiões da amostra de energia de soldagem de 1,5 kJ/mm (Figuras 33 e 34), é possível identificar as morfologias de ilha de península (regiões 1 e 2 respectivamente),

pela alta concentração de ferro em suas localidades, ressaltando os demais elementos analisados, cujo teor aumentou nas regiões, indicando que houve difusão destes elementos de liga do metal de adição para o metal base correspondente a estas morfologias de martensita. A respeito do ferro, nota-se que as tonalidades da cor azul diferem ao longo da zona M, sendo aquelas mais escuras onde o ferro diminuiu em seu teor; ao passo que nos mesmos locais as tonalidades de cores correspondentes aos elementos Ni, Cr e Mo ficaram mais claras, indicando que houve enriquecimento. Na extremidade da ilha de martensita da região (1), na parte superior das imagens, ocorre mais uma vez a diminuição do teor de ferro seguida do enriquecimento de níquel e cromo, com um leve gradiente. Na região (2), ao analisar a extensão entre a península de martensita e a zona afetada pelo calor do aço 9Ni, percebe-se um alto grau de difusão do elemento ferro, além de um leve enriquecimento dos outros elementos em análise. Ao que tudo indica, existe uma solução sólida na região, onde o elemento Fe se encontra como solvente. O gradiente de composição química também é observado na extremidade da península em questão.

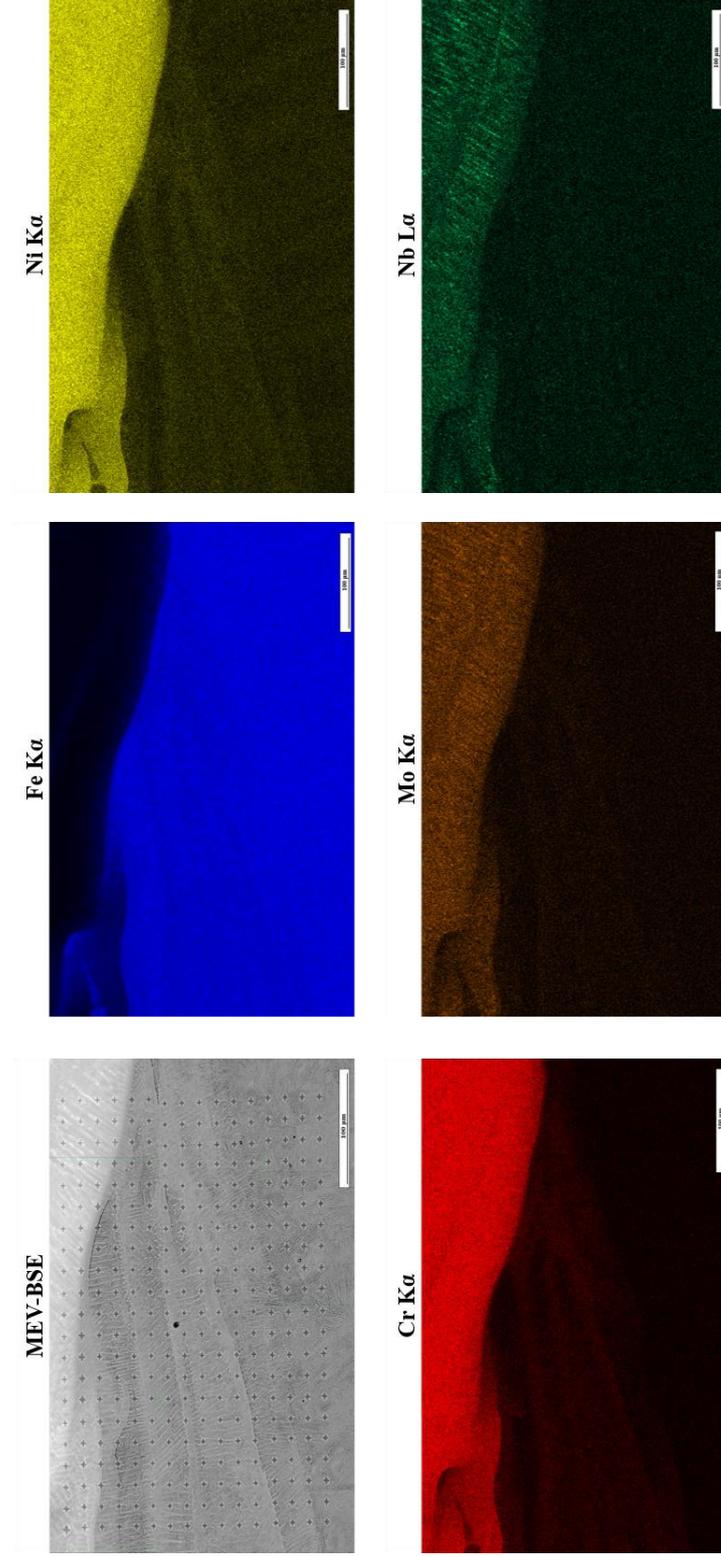
Os maiores valores de microdureza encontrados nas regiões da junta de 9Ni soldada com energia de 1,5 kJ/mm foram 479 e 454 HV, respectivamente, sendo maiores em relação à amostra de energia 0,7 kJ/mm. Em termos de tenacidade, estas ZPM's podem se tornar mais nocivas ao desempenho em ambientes mais severos. Estas informações se encontram melhor apresentadas na Figura 35 e na Tabela 7, que mostra os valores médios das ZAC's, ZF's e ZPM's.

Tabela 7: Valores médios de microdureza – junta soldada de 9Ni com energia de 1,5 kJ/mm.

<b>Amostra 1,5 kJ/mm</b>	<b>Região 1</b>	<b>Desvio Padrão</b>	<b>Região 2</b>	<b>Desvio Padrão</b>
ZAC (média)	344 HV	25,06	399 HV	31,14
ZPM-M (média)	414 HV	41,06	314 HV	79,69
ZF (média)	306 HV	32,13	314 HV	25,86

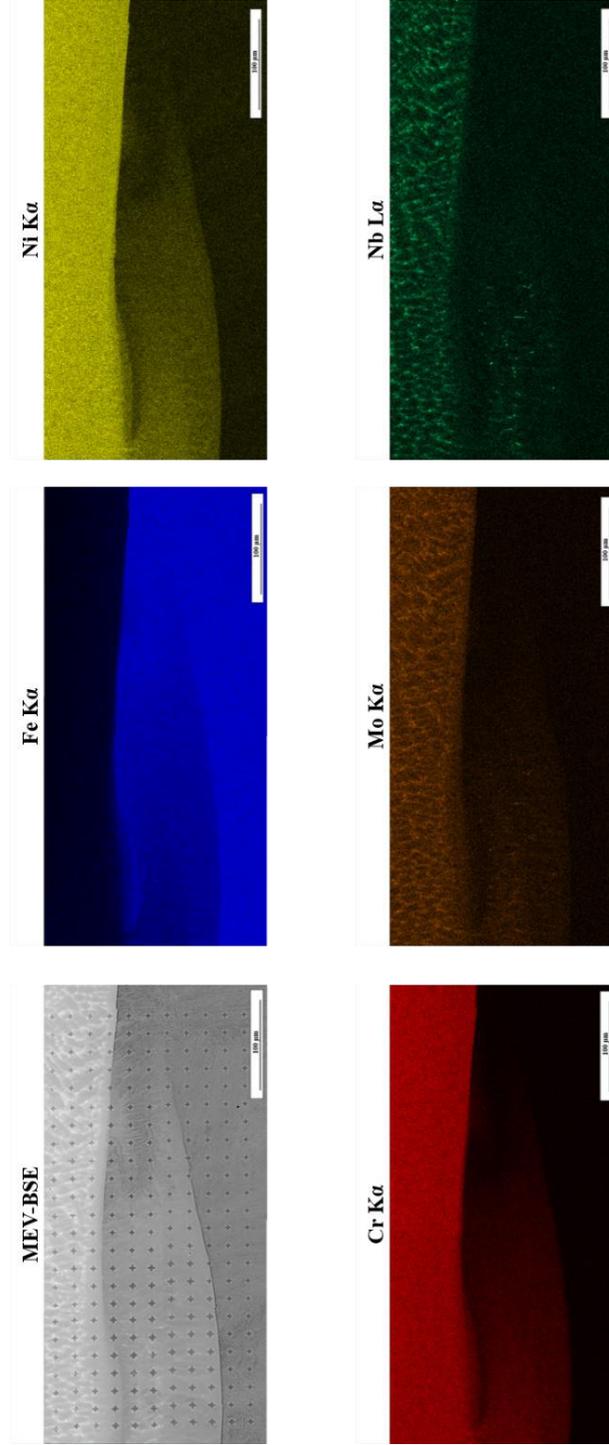
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 33- Mapeamentos de composição química realizados via MEV-EDS – região 1, amostra de 1,5 kJ/mm.



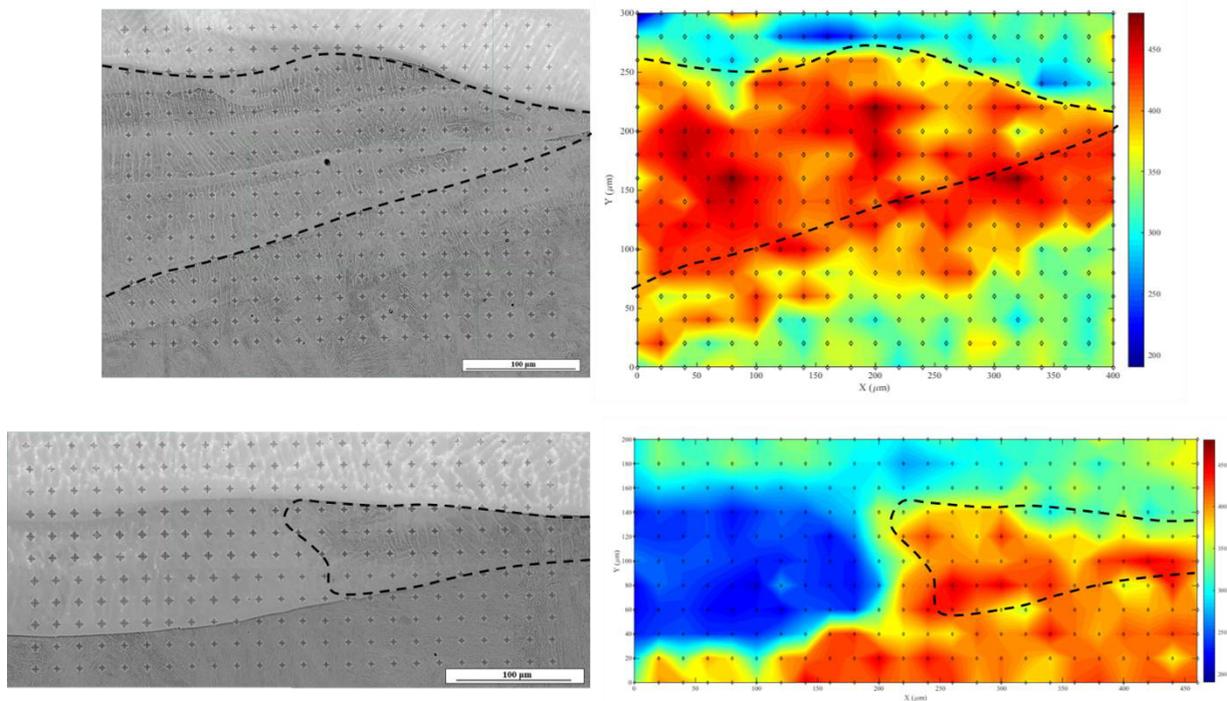
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 34 - Mapeamentos de composição química realizados via MEV-EDS – região 2, amostra de 1,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 35: Mapeamentos de microdureza das regiões analisadas da junta soldada com energia de 1,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

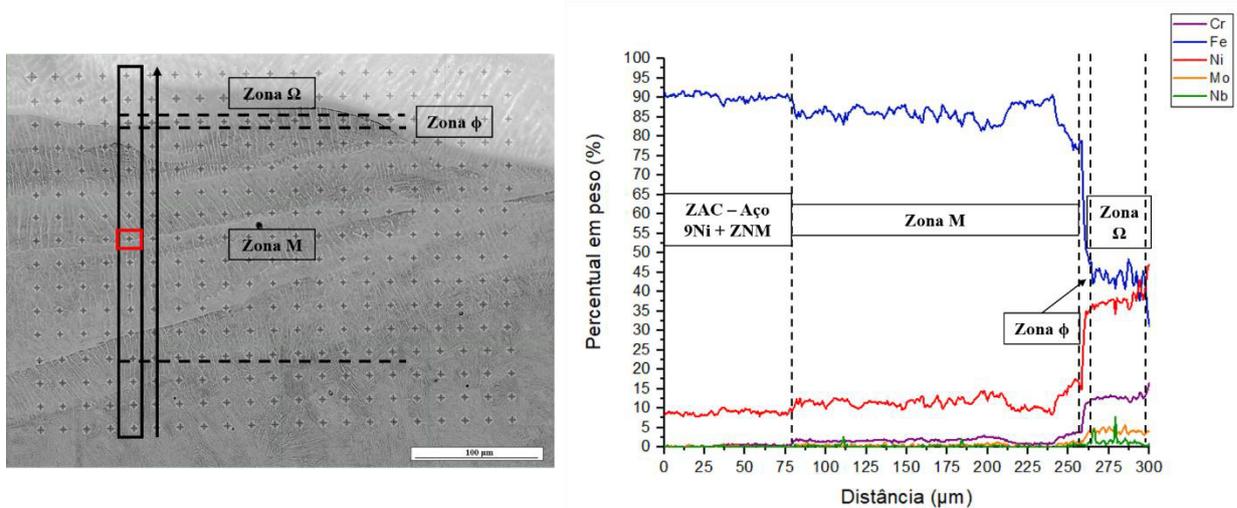
Também foram feitos linescans contemplando desde a ZAC até a zona fundida, com as ZPM's entre elas. É possível identificar as zonas M,  $\phi$  e  $\Omega$  através do gradiente de composição química. Na região (1), o teor de Fe na zona M se estabiliza entre 85 e 90%, enquanto o Ni possui um leve enriquecimento, chegando a valores até 15% no final da zona. No final da zona  $\Omega$  de crescimento celular, percebe-se um leve aumento na concentração de Fe, indicando que houve difusão deste elemento em direção à liga de adição.

A respeito da região (2), tem-se em destaque sua zona M, onde o ataque químico não se mostrou uniforme, entretanto, valores de microdureza altos foram encontrados no início da península. Logo no início desta região, existe um menor teor de ferro, seguido de aumento nos teores de Ni e Cr. Quando se avança alguns microns em direção ao centro da península, o Fe volta a ser dominante, subindo até 90% de percentual em peso. A localidade não revelada mostrou o maior valor de microdureza da região analisada, fruto do aumento da temperabilidade provocada pela microsegregação dos elementos de liga, tendo como destaque o Ni. Analisando

os dados de composição mostrados pelas varreduras em linha, acredita-se que após a zona de crescimento planar  $\phi$ , não exista zona  $\Omega$  de crescimento celular, pois a composição nesta região apresenta valores de Ni semelhantes aos do metal de adição.

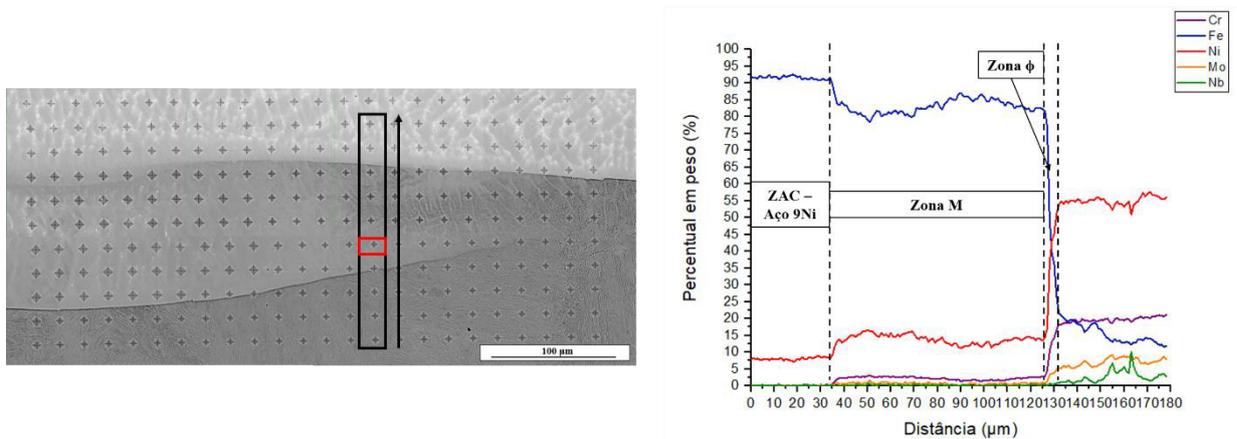
Os fatos deduzidos pelos linescans podem ser entendidos através da observação das Figuras 36 e 37.

Figura 36: Varredura em linha – região (1) da junta soldada de 1,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

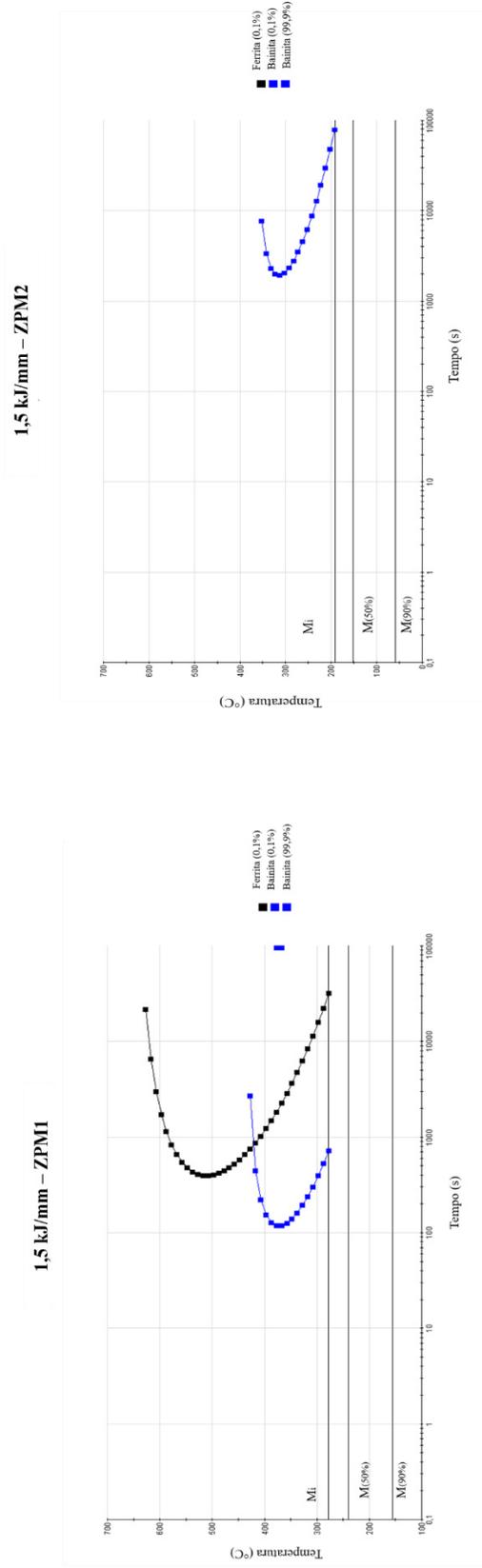
Figura 37: Varredura em linha – região (2) da junta soldada de 1,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

A composição química das áreas de maior microdureza é revelada na Tabela 8. Apesar de a região (1) apresentar menores concentrações de elementos de liga, seu valor de microdureza foi o maior observado em todo o estudo – 479 HV. A temperabilidade medida a partir destes dados também se mostra alta, como ilustram os diagramas TTT da Figura 38. Outra informação a ser destacada nesta discussão é a diminuição da temperatura de início de transformação martensítica –  $M_i$  – na região (2) em relação ao diagrama TTT da região 1, sendo um provável resultado da maior concentração dos elementos de liga Ni e Cr, como é observado na Tabela 8.

Figura 38 – Diagramas TTT - regiões de maior microdureza analisadas na junta soldada com energia de soldagem 1,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

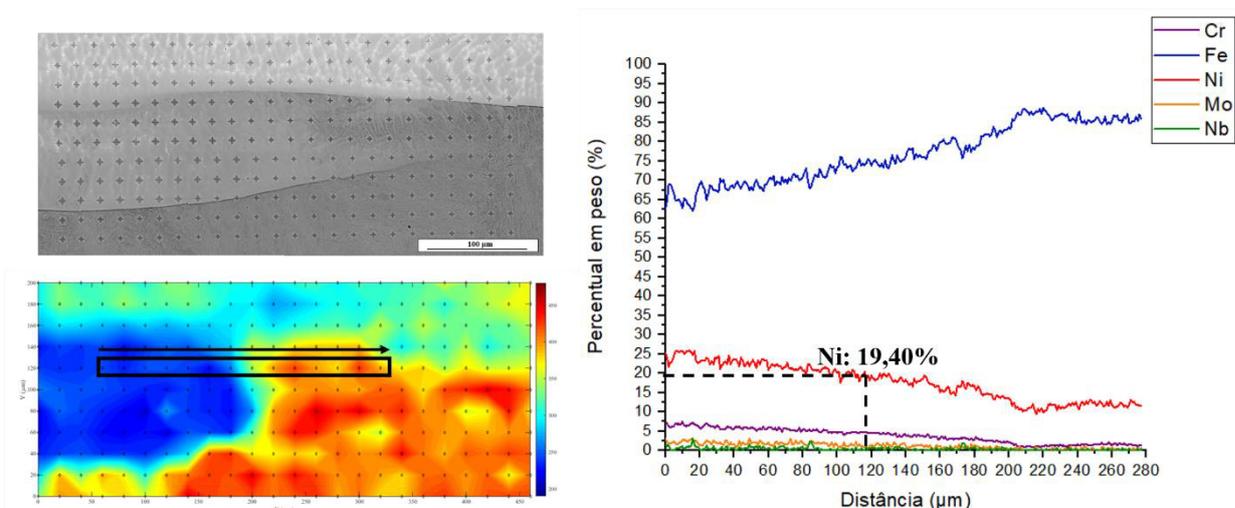
Tabela 8: Análises de EDS nas regiões de maior microdureza – junta soldada com energia de 1,5 kJ/mm.

Região (1,5 kJ/mm)	Cr (%wt)	Fe (%wt)	Ni (%wt)	Mo (%wt)	Nb (%wt)
ZPM 1	1,90	85,20	12,00	0,60	0,30
ZPM 2	2,80	80,80	15,3	0,80	0,30

Fonte: Elaborada pelo autor.

Percebe-se na região (2) uma queda abrupta dos valores de microdureza na região à esquerda de onde foi confirmada a presença de martensita. Na imagem de MEV-BSE, esta área apresenta uma morfologia que foi levemente atacada quimicamente. Um novo linescan horizontal confirma que o elemento Ni aumentou em concentração, com um valor de fronteira de 19,40% entre os valores mais altos e mais baixos de microdureza. Portanto, é deduzido que a fase austenita (CFC), cujo solvente é o Fe, rica em Ni seja predominante. Esta situação é semelhante àquelas observadas nas regiões da junta soldada com energia de soldagem de 0,7 kJ/mm.

Figura 39: Varredura em linha horizontal – região (2) da junta soldada de 9Ni com energia de soldagem de 1,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Concluindo a inspeção dos mapeamentos de EDS com as Zonas Parcialmente Misturadas da amostra de 2,5 kJ/mm – Figuras 40 e 41, na região (1) é possível identificar a península de martensita caracterizada na seção anterior, por meio do elemento ferro, o qual se encontra em alto teor. No entanto, nota-se uma maior homogeneidade na distribuição dos elementos estudados ao longo da região, indicando, portanto, um menor gradiente de composição química. Esta mesma constatação é observada na região (2), onde é possível reconhecer a ilha de martensita caracterizada anteriormente. Este menor gradiente está atribuído ao fato de a mistura entre metal base e metal de adição ser mais efetiva quando utilizada uma maior energia de soldagem. Além do mais, como já mencionado anteriormente, a permanência dos dois materiais em estado líquido por mais tempo permite menor velocidade de resfriamento na região. Deste modo, a difusão dos elementos de locais de maior concentração para menor concentração aumenta. Em regiões onde não houve revelação efetiva pelo ataque químico, a microsegregação dos elementos de liga estudados influencia o comportamento do mesmo (SILVA, 2010).

O resultado da combinação da mistura mais efetiva entre substrato e metal de adição e menor velocidade de resfriamento é a formação de martensita de menor dureza, como ilustrado nos mapeamentos de microdureza das respectivas regiões – Figura 42. Os maiores valores de microdureza encontrados em cada ZPM foram 384 e 358 HV, sendo menores que alguns dados encontrados da ZAC. A Tabela 9 mostra as médias de dureza das três regiões englobadas pelas indentações – ZAC, ZPM e ZF.

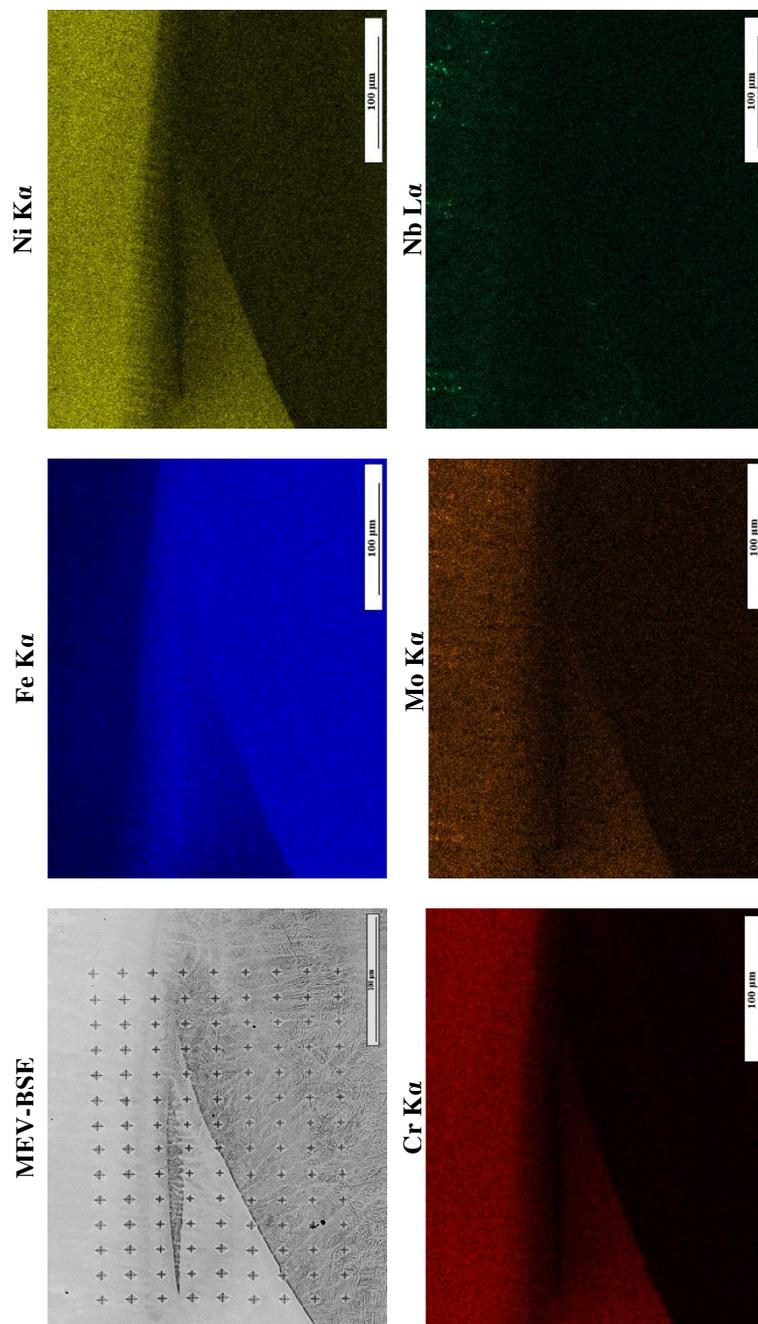
Tabela 9: Valores médios de microdureza – junta soldada de 9Ni com energia de 2,5 kJ/mm.

<b>Amostra 2,5 kJ/mm</b>	<b>Região 1</b>	<b>Desvio Padrão</b>	<b>Região 2</b>	<b>Desvio Padrão</b>
ZAC (média)	367 HV	33,78	382 HV	21,62
ZPM-M (média)	335 HV	63,73	258 HV	59,87
ZF (média)	276 HV	68,06	228 HV	15,43

Fonte: Elaborada pelo autor.

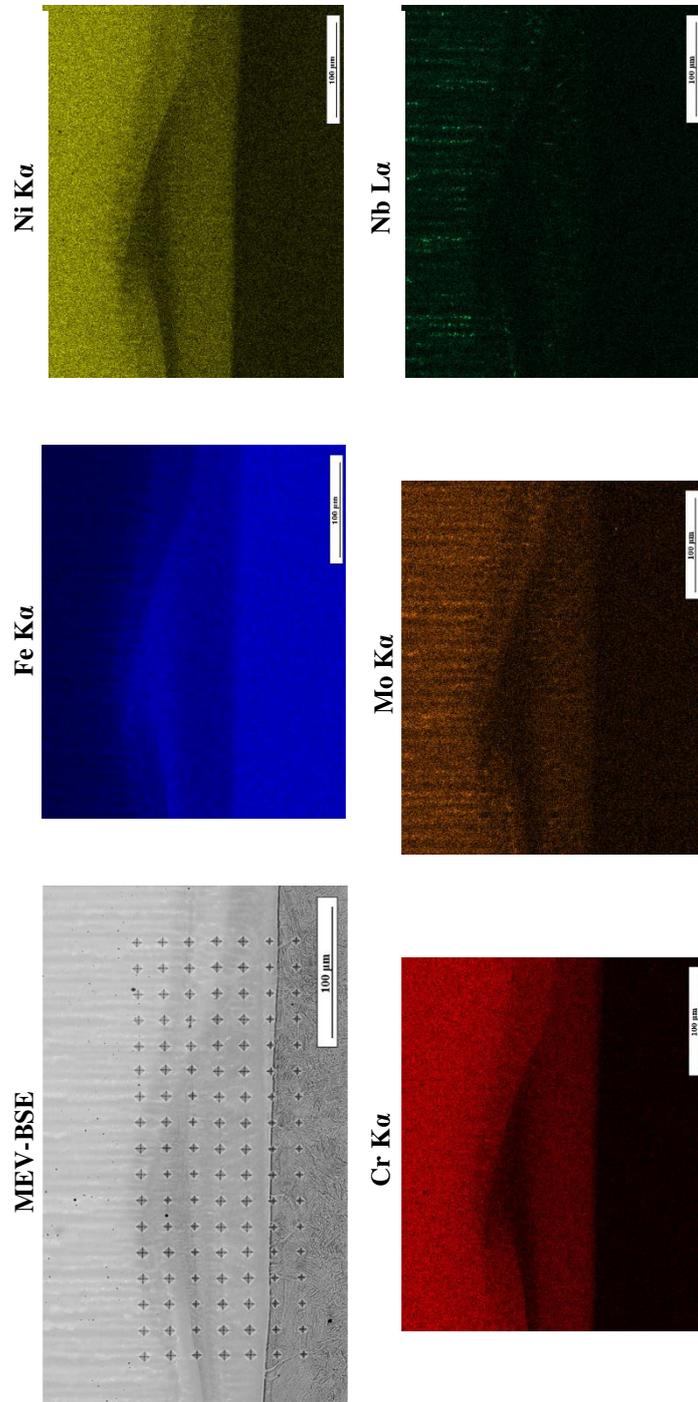
O alto desvio padrão encontrado nestas medidas, assim como nas outras amostras, indica que a composição química afeta diretamente nas propriedades mecânicas ao longo da ZPM, devido à formação de martensita ou austenita, as quais possuem valores de dureza discrepantes.

Figura 40 - Mapeamentos de composição química realizados via MEV-EDS – região 1, amostra de 2,5 kJ/mm.



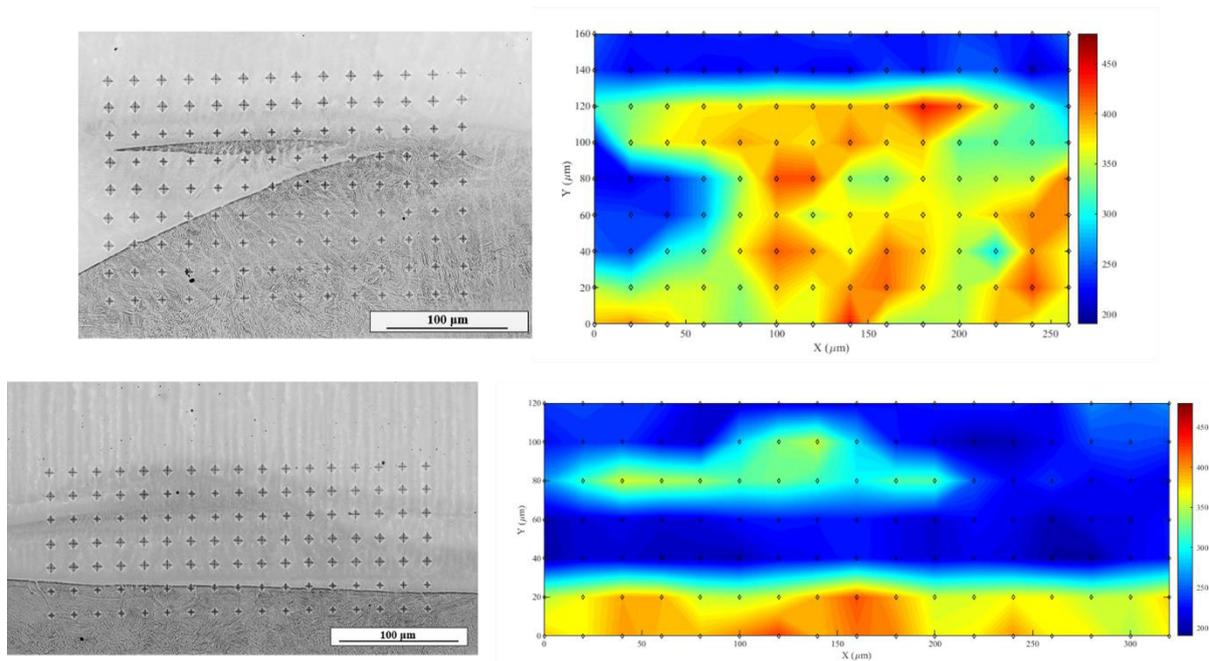
Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 41 - Mapeamentos de composição química realizados via MEV-EDS – região 2, amostra de 2,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 42: Mapas de microdureza das regiões analisadas da junta soldada com energia de 2,5 kJ/mm.



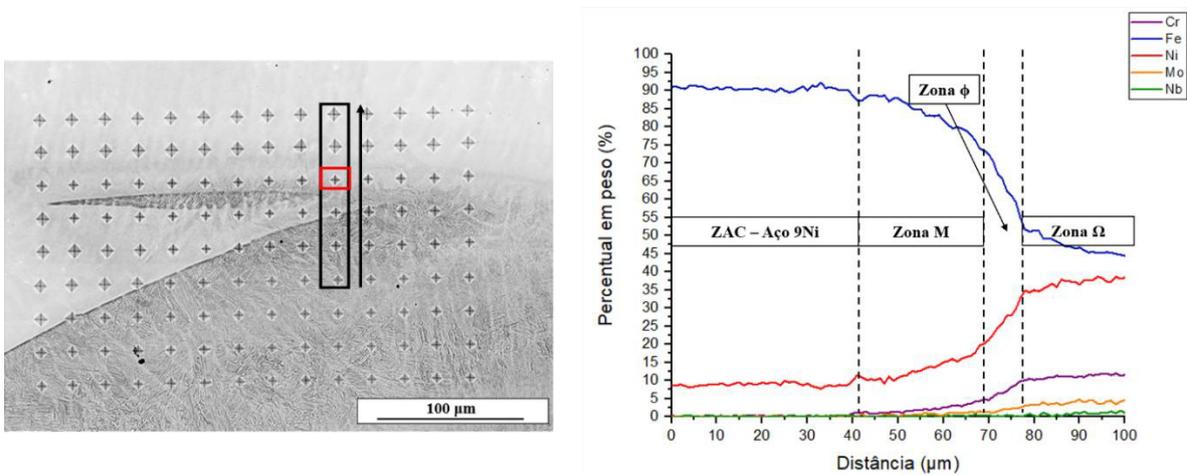
Fonte: Elaborada pelo autor.

A varredura de linescan feita na região de maior microdureza na ZPM da região (1) - Figura 43 - indicou um aumento gradativo do teor de Ni a partir da zona M. Esta taxa de crescimento é estabelecida praticamente constante. A zona  $\phi$  de crescimento planar possui menor gradiente de composição química, indicando maior homogeneidade de mistura dos dois materiais durante o processo de soldagem, no estado líquido. A zona de crescimento celular possui concentrações quase constantes de todos os elementos estudados. É previsto que após a zona  $\Omega$  o Ni se torne solvente, tendo como solutos Fe, Cr, Mo e Nb, caracterizando austenita, ainda de estrutura cristalina CFC.

A Figura 44 mostra a varredura de linescan realizada na região (2) onde foi encontrado o maior valor de microdureza na ZPM, facilmente detectado através dos mapeamentos de microdureza; afinal, é perceptível uma região a cerca de 60  $\mu\text{m}$  da interface substrato/metal de adição cuja dureza aumenta, provando que ali existe martensita do tipo ilha. Percebe-se a

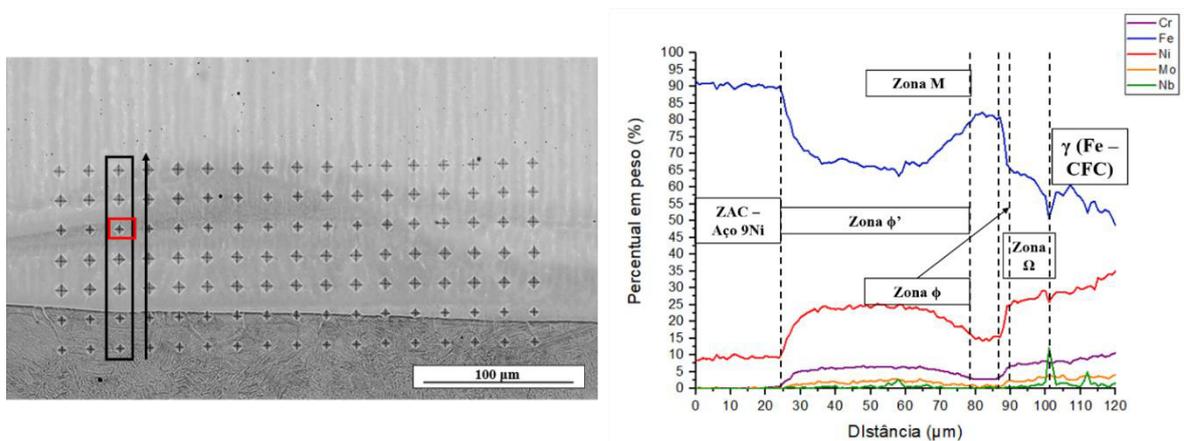
existência de uma região entre a ZAC do substrato e a zona M. Esta, chamada de zona  $\phi'$ , possui teores de ferro variando entre 65 e 75%. O teor de Ni, em particular, é mais elevado em relação às regiões da ZAC e zona M; e, diferente destas duas regiões, não se nota presença de martensita. Acredita-se que esta fase seja austenita, cujo Fe seja solvente, estabilizada pela presença de maiores concentrações de Ni. Após a zona  $\Omega$ , observa-se um novo pico de Fe. Ao combinar este resultado com o respectivo mapa de microdureza, cujos valores na localidade são da ordem de 220 HV, é possível deduzir que ali a fase austenita é presente, apenas com maior difusão de ferro.

Figura 43: Varredura em linha – região (1) da junta soldada de 2,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Figura 44: Varredura em linha – região (2) da junta soldada de 2,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

As regiões de maior microdureza das ZPM's, mais uma vez, tiveram sua temperabilidade aumentada pela adição de elementos de liga, destacando-se Ni e Cr, formando martensita. A Tabela 8 mostra a composição química das áreas mencionadas.

Tabela 10: Análises de EDS nas regiões de maior microdureza – junta soldada com energia de 2,5 kJ/mm.

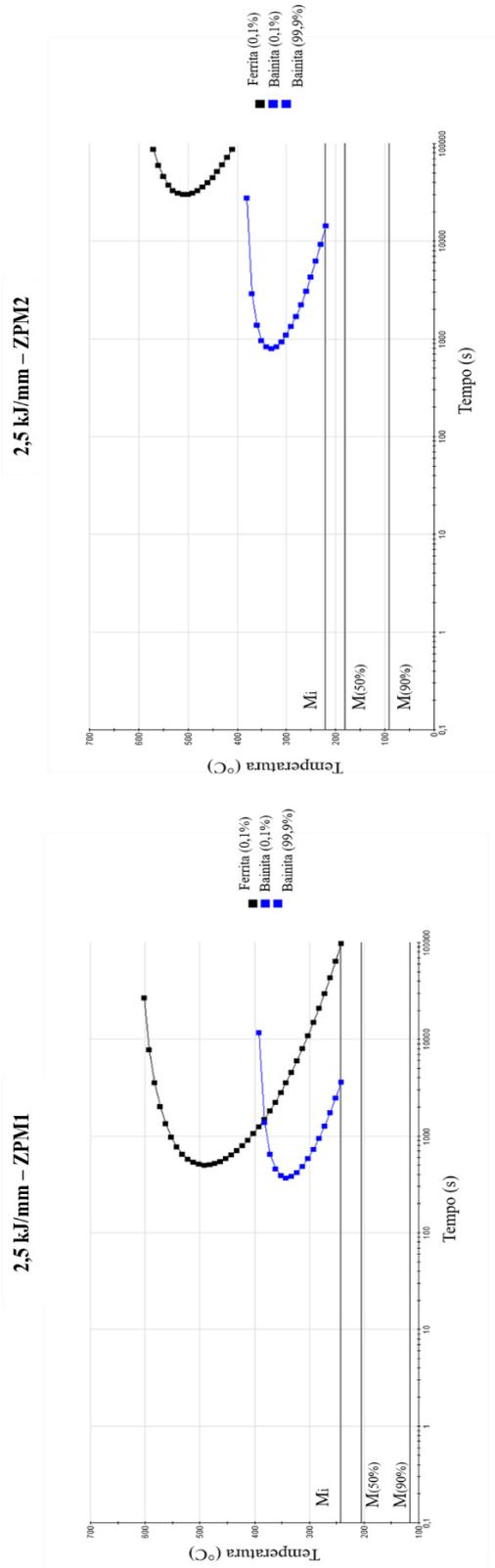
Região (2,5 kJ/mm)	Cr (%wt)	Fe (%wt)	Ni (%wt)	Mo (%wt)	Nb (%wt)
ZPM 1	2,14	83,24	14,25	0,37	0,00
ZPM 2	2,75	82,35	14,19	0,58	0,12

Fonte: Elaborada pelo autor.

Apesar de as regiões da junta soldada de 9Ni apresentarem maiores teores de Ni e Cr em relação às outras amostras, a dureza encontrada ali não se mostrou alta como as outras regiões analisadas no presente estudo, apesar de os diagramas TTT da Figura 45 transparecerem a alta temperabilidade. Um fator a ser considerado é a possibilidade da existência de certo percentual de austenita retida nas regiões, assim diminuindo a dureza; esta hipótese pode ser confirmada por uma análise mais detalhada na microestrutura estudada.

Outro fato a ser destacado, visto ao fazer uma varredura pelas demais interfaces das juntas soldadas, é de que as Zonas Parcialmente Misturadas com formação de martensita apresentam regiões de crescimento planar e celular –  $\phi$  e  $\Omega$  – maiores em relação àquelas que não formaram martensita. Esta constatação também foi feita por FARIAS *et al.* (2018) em seu trabalho envolvendo os mesmos materiais soldados. A presença de metal base agitado pela poça de fusão, ao se solidificar quando alcança sua temperatura *liquidus*, provoca um maior gradiente de temperatura na interface S/L, já que a liga Inconel 625 possui temperatura de solidificação mais baixa. De acordo com a relação de super resfriamento constitucional, este maior gradiente provoca estabilização da solidificação planar na interface; assim como quando se estabelece o modo de solidificação celular, através da segregação de soluto, e a diminuição da temperatura para abaixo da *liquidus*, ainda existirá maior gradiente quando comparado à ZPM sem a presença de martensita.

Figura 45 – Diagramas TTT - regiões de maior microdureza analisadas na junta soldada com energia de soldagem 2,5 kJ/mm.



Fonte: Elaborada pelo autor.

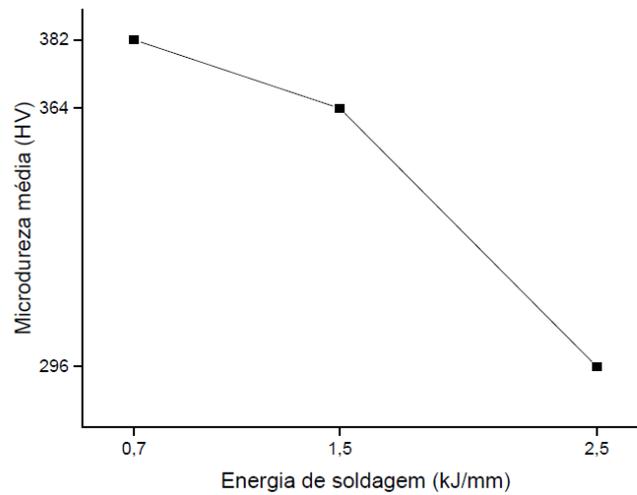
Os resultados obtidos e discutidos favorecem a afirmar que as regiões analisadas sejam Zonas Parcialmente Misturadas com regiões onde se formou martensita pela presença de substrato que se solidificou anteriormente ao restante da poça de fusão, combinado com os fenômenos de difusão e velocidades de resfriamento fora do equilíbrio característicos do processo de soldagem – caracterizando a zona M. Nas adjacências da zona M, a interface sólido/líquido é estável e permite solidificação planar. A segregação dos elementos Fe e Ni é dificultada pelo coeficiente de partição maior que 1 (KOU, 2003). Posteriormente, com certa mistura entre substrato e metal de adição, e a presença de elementos como Ni, Cr, Mo e Nb em maior concentração, tem-se a zona  $\Omega$  crescimento celular. Através de observações a respeito da composição química das zonas  $\phi$  e  $\Omega$ , acredita-se que elas sejam austeníticas, tendo o Fe como solvente, sendo esta fase estabilizada pelo elemento níquel.

Além disso, a respeito de composição química, pode-se observar que o Ni é o elemento mais influente para as variações encontradas no presente estudo. Sua presença em altos teores tanto no metal base como no metal de adição, em conjunto com os processos de difusão que a soldagem proporciona fazem com que as Zonas Parcialmente Misturadas apresentem comportamentos diferentes quanto à microestrutura e modos de solidificação.

De fato, os fatores que causam o gradiente de composição química nestas interfaces entre o aço 9Ni e a liga Inconel 625 estudados são: a difusão entre os dois líquidos durante a soldagem, a mistura entre estes, a qual não se mostra completa, além da segregação de soluto durante o processo de solidificação (YANG, 2007).

Em suma, para avaliar o efeito da energia de soldagem sobre as propriedades mecânicas das ZPM's, elaborou-se um gráfico, apresentado na Figura 46. Considerando os valores médios, temos que esta variável tende a diminuir com o aumento da energia de soldagem aplicada:

Figura 46: Gráfico energia de soldagem x microdureza vickers média das ZPM's.



Fonte: Elaborada pelo autor.

Na amostra soldada com energia de soldagem de 1,5 kJ/mm, foram encontrados os maiores valores de microdureza, levando a constatar a presença de martensita de altíssima dureza e resistência; porém, em termos de tenacidade, estas regiões podem ser bastante prejudiciais ao desempenho em aplicações criogênicas. Entretanto, os desvios padrões calculados mostram que não existe homogeneidade desta propriedade, pelo fato de a composição química não ser uniforme ao longo desta zona, como foi visto nas varreduras em linha horizontais. A presença de fases distintas nas Zonas Parcialmente Misturadas é resultado desta variação de microdureza.

A amostra soldada com energia de 2,5 kJ/mm mostrou-se positiva para as aplicações mencionadas no presente estudo, por durezas relativamente mais baixas e, portanto, maior tenacidade.

## 6 CONCLUSÕES

Após a análise dos resultados experimentais e de simulação apresentados no decorrer do presente trabalho, foi possível realizar as seguintes conclusões:

- A mistura incompleta entre os dois materiais no estado líquido, decorrente das condições de movimento convectivo no fundo da poça de fusão, difusão no líquido e velocidade de solidificação, são suficientes para provocar mudanças microestruturais na interface, formando assim as ZPM, as quais podem ser divididas em zonas M, com formação de martensita;  $\phi$  e  $\Omega$ . Com o aumento da energia de soldagem, é possível observar uma diminuição na extensão da zona  $\Omega$  nas regiões estudadas, tendo como principal razão o menor gradiente de temperatura imposto por esta condição, aumentando assim o grau de super resfriamento constitucional;
- A composição microquímica das ZPM-M's, avaliada por MEV-EDS, se mostrou não-uniforme ao longo de sua extensão, indicando decréscimo do percentual em peso de Fe seguindo a direção metal base  $\rightarrow$  metal de adição, acompanhado do crescimento dos teores de Ni, Cr, Mo e Nb. O gradiente de composição microquímica é responsável pelas mudanças microestruturais e de propriedades mecânicas. Os resultados de EDS apontam para uma maior homogeneidade de composição química na condição de maior energia de soldagem (2,5 kJ/mm), fruto da maior permanência dos dois materiais no estado líquido e, portanto, maior difusão;
- O principal elemento responsável por modificar as propriedades das ZPM-M's é o Ni. Além de elevar a temperabilidade na interface juntamente ao Cr, permite a formação de austenita em teores a partir de 18% em peso. Deste modo, as ZPM-M's não são constituídas completamente por martensita. Esta análise é inferida por meio das análises de varredura em linha horizontal;
- A condição de energia de soldagem de 0,7 kJ/mm apresentou, em média, os maiores valores de microdureza das ZPM-M's. Individualmente, a condição de 1,5 kJ/mm apresentou os maiores valores de microdureza nas zonas M. A condição de energia de soldagem de 2,5 kJ/mm apresentou os menores valores de

microdureza das ZPM's, pela maior homogeneidade de composição química apresentada, resultado de maior mistura entre os dois materiais durante maior permanência no estado líquido durante o processo de soldagem, permitindo assim a estabilização de fases mais macias.

O presente trabalho pode ser complementado com um estudo voltado à relação cristalográficas das Zonas Parcialmente Misturadas, através de Difração de Elétron Retroespalhados – EBSD, para verificar a existência de diferentes tipos de contornos de grão (I e II) e orientação cristalográfica entre possíveis fases diferentes nas zonas analisadas.

## REFERÊNCIAS

ANP. **Boletim de Recursos e Reservas de Petróleo e Gás Natural – 20 anos.** 2020.

ASKARI, M. *et al.* Downhole corrosion inhibitors for oil and gas production – a review. **Applied Surface Science Advance**, 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S266652392100074X?via%3Dihub>. Acesso em: 10 jan. 2022.

AZEVEDO, Alessandra Gois Luciano. **Aplicação da Técnica da Dupla Camada na Soldagem do Aço ABNT 1045.** Dissertação de Mestrado — Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal do Ceará (UFC). 2002. Disponível em: <https://repositorio.ufc.br/handle/riufc/2498>. Acesso em: 6 jan. 2022.

BALLESTEROS, Adriana Forero; GOMES, José Antônio Ponciano; BOTT, I.S. Corrosion Evaluation of SAW Welded API 5L X-80 Joints in H<sub>2</sub>S-Containing Solution. **Materials Research**, vol. 18(2), p. 417-426, 2015. Disponível em: [https://www.researchgate.net/publication/277917470\\_Corrosion\\_evaluation\\_of\\_saw\\_welded\\_API\\_5L\\_X-80\\_joints\\_in\\_H2S-containing\\_solution](https://www.researchgate.net/publication/277917470_Corrosion_evaluation_of_saw_welded_API_5L_X-80_joints_in_H2S-containing_solution). Acesso em: 29 nov. 2021.

BEAUGRAND, V.C.M.; SMITH, L.S.; GITTO, M.F. **Subsea dissimilar joints: Failure mechanisms and opportunities for mitigation.** Corrosion 2009. Research Gate, 2009. Disponível em: [https://www.researchgate.net/publication/238050270\\_Subsea\\_dissimilar\\_joints\\_Failure\\_mechanisms\\_and\\_opportunities\\_for\\_mitigation](https://www.researchgate.net/publication/238050270_Subsea_dissimilar_joints_Failure_mechanisms_and_opportunities_for_mitigation)

BELTRÃO, Ricardo L. Carneiro; SOMBRA, Cristiano; LAGE, Antonio. **SS: Pre-salt Santos basin - Challenges and New Technologies for the Development of the Pre-salt Cluster, Santos Basin, Brazil.** Research Gate, 2009. Disponível em: [https://www.researchgate.net/publication/254519864\\_SS\\_Pre-salt\\_Santos\\_basin\\_-\\_Challenges\\_and\\_New\\_Technologies\\_for\\_the\\_Development\\_of\\_the\\_Pre-salt\\_Cluster\\_Santos\\_Basin\\_Brazil](https://www.researchgate.net/publication/254519864_SS_Pre-salt_Santos_basin_-_Challenges_and_New_Technologies_for_the_Development_of_the_Pre-salt_Cluster_Santos_Basin_Brazil)

BOWMAN, John. **The greenhouse effect.** Land Use Policy, Volume 7, Issue 2, April 1990, Pages 101-108. Science Direct, 1990. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/026483779090002G?via%3Dihub>

CALLISTER, Willian D. **Ciência e Engenharia dos Materiais.** 8º ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

CHIAVERINI, Vicente. **Aços e Ferros Fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos.** 7º ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, 2015.

CHIAVERINI, Vicente. **Tratamentos Térmicos das Ligas Metálicas.** 1º ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, 2008.

COELHO, B.N.; LIMA, M.S.F.; CARVALHO, S.M. **A Comparative Study of the Heat Input During Laser Welding of Aeronautical Aluminum Alloy AA6013-T4.** J Aerosp Technol Manag, 10: e2918. doi: 10.5028/jatm.v10.925.

COSTA E SILVA, André Luís; MEI, Paulo Roberto. **Aços e Ligas Especiais.** 4° ed. Editora Blucher, 2021.

DING, Mingchen; YUAN, Fuqing; WANG, Yefei. **Oil recovery from a CO<sub>2</sub> injection in heterogeneous reservoirs: The influence of permeability heterogeneity, CO<sub>2</sub>-oil miscibility and injection pattern.** Journal of Gas Science and Engineering, Volume 44, Pages 140-149. Science Direct, 2017.

DUPONT, John N. **Welding Metallurgy and Weldability of Nickel-Base Alloys.** Wiley, 2009.

FARIAS, Francisco Werley Cipriano; FILHO, João da Cruz Payão; AZEVEDO, Luiz Maurício Barreto de. **Microstructural and Mechanical Characterization of the Transition Zone of 9%Ni Steel Cladded with Ni-Based Superalloy 625 by GTAW-HW.** *Metals*, 2018. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2075-4701/8/12/1007>.

FERNANDES, V.S.; FARIAS, F.W.C.; FILHO, J.C.P. **Fracture Toughness of a 9% Ni steel pipe girth welded with Ni-based superalloy 625 filler metal operating in a sour environment.** Journal of Materials Research and Technology. Research Gate. 2020. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/340392166>

JUNIOR, C.P.F.; ALVES, A.N.S.; CARVALHO, J.J. **Caracterização Mecânica e Microestrutural da Zona de Transição do Aço 9% Ni Revestido com Inconel 625.** Artigos Técnicos, Soldagem e Inspeção, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/0104-9224/SI26.04>

KAH, Paul; LAYUS, Pavel. **Influence of alloying elements on the low-temperature properties of steel.** Conference Paper. Research Gate, 2015. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/280575690>

KALPAKJIAN, Serope; SCHMID, Steven R. **Manufacturing Engineering and Technology.** 6° ed. Prentice Hall, 2009.

KANE, S.F.; FARLAND, A.L.; SIEWERT, T.A. **Welding Consumable Development for a Cryogenic (4 K) Application.** Research Gate, 1999. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/241928317>

KARIM, Md Abdul; PARK, Yeong-Do. **A Review on Welding of Dissimilar Metals in Car Body Manufacturing.** Journal of Welding and Joining. Research Gate, 2020. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/339364634>

KNOOPE, M.M.J; RAMÍREZ, A.; FAAIJ, A.P.C. **A state-of-the-art review of techno-economic models predicting the costs of CO<sub>2</sub> pipeline transport.** International Journal of Greenhouse Gas Control. Science Direct, 2012. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijggc.2013.01.005>

KOU, Sindo. **Welding Metallurgy.** 2nd Edition. Wiley Corp. 2003.

LEE, Yousub; NORDIN, Mark; BABU, Sudarsanam Suresh; FARSON, Dave F. **Effect of Fluid Convection on Dendrite Arm Spacing in Laser Deposition.** Metallurgical and Materials Transactions, Volume 45B. The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International, 2014. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11663-014-0054-7>

LIPPOLD, John C. **Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels.** Wiley Corp., 2005.

MESSLER, Jr., Robert W. **Principles of Welding: Processes, Physics, Chemistry and Metallurgy.** Wiley Corp., 2004.

MILLIAMS, D.E; KROESE, C. J. **Aqueous Corrosion of Steel by H<sub>2</sub>S and H<sub>2</sub>S/CO<sub>2</sub>.** Third International Conference on the Internal and External Protection of Pipes, 1979.

MODENESI, Paulo José. **Soldagem: Fundamentos e Tecnologia.** 3ª Edição Atualizada. Editora UFMG, 2011.

MOUNCE, William S. **Nine per cent nickel – 28 years of reliable service in liquefied natural gas environment.** Nickel Institute, 2002. Disponível em: [https://nickelinstitute.org/media/1752/ninepercentnickel\\_28yearsofreliableserviceinlngcontentment\\_10030\\_.pdf](https://nickelinstitute.org/media/1752/ninepercentnickel_28yearsofreliableserviceinlngcontentment_10030_.pdf)

MU, Weidong; LI, Yuzhang; CAI, Yan. **The cryogenic low-cycle fatigue performance of 9%Ni steel joint made by flux cored arc welding.** Materials Characterization. Science Direct, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.02.039>

MURATA, T.; MATSUHASHI, R.; TANIGUCHI, T.; YAMAMOTO, K. **The Evaluation of H<sub>2</sub>S Containing Environments from the Viewpoint of OCTG and Linepipe for Sour Gas Applications.** Offshore Technology Conference, 1979. Disponível em: <https://search.spe.org/i2kweb/SPE/doc/onepetro:E84913CE>. Acesso em: 08 dez. 2021.

NELSON, Tracy W. **Investigation of boundaries and structures in dissimilar metal welds.** Science and Technology of Welding and Joining. Research Gate, 1998. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/233690100>

NELSON, Tracy W. **Nature and evolution of the fusion boundary in ferritic-austenitic dissimilar metal welds - Part 2: On-cooling transformations.** Welding Journal. Research Gate, 2000. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/289482407>

OMAR, A.A. **Effects of welding parameters on hard zone formation at dissimilar metal welds.** Welding Journal. v. 87 n. 2, p 86-93. 1998.

PATEL, Dilip. **Developments in LNG Storage: Overview of LNG Storage Tanks**. Conference Paper. Research Gate, 2000. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/337736415>

PENSE, A.W.; STOUT, R.D. **Fracture Toughness and Related Characteristics of the Cryogenic Nickel Steels**. Distributed by Nickel Institute, 1983. Disponível em: [https://nickelinstitute.org/media/8d91946da11b491/ni\\_inco\\_1232\\_fracturetoughnessandrelatedcharacteristicsofthecryogenicnickelsteels.pdf](https://nickelinstitute.org/media/8d91946da11b491/ni_inco_1232_fracturetoughnessandrelatedcharacteristicsofthecryogenicnickelsteels.pdf)

PETROBRAS. **Processos de Refino**. Adaptado do Material Original de Elie Abadie. PETROBRAS, 2002. Disponível em: [https://www.academia.edu/4155339/Apostila\\_Petrobras\\_Processos\\_de\\_Refino](https://www.academia.edu/4155339/Apostila_Petrobras_Processos_de_Refino). Acesso em: 19 nov. 2021.

RIOS, M.C.G.; FILHO, J.C.P.; FARIAS, F.W.C. **Microstructural characterization of the physical simulated and welded heat-affected zone of 9% Ni steel pipe**. Journal of Materials Science and Technology. Science Direct, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2238785422001892>

RODRIGUES, Clóvis Ribeiro. **Avaliação das Transformações de Fase do Aço com 9% de Níquel e das Zonas Termicamente Afetadas Simuladas *in situ* com Difração de Raios-X Síncroton**. Tese de Doutorado. Escola de Engenharia, UFF, 2016.

ROGNE, T. **Internal Corrosion Offshore Pipelines, Aqueous Corrosion of Steel in H<sub>2</sub>S and H<sub>2</sub>S/CO<sub>2</sub> Containing Solutions**. SINTEF Report STF-16A82015, 1982.

ROWE, M.D.; NELSON, Tracy W.; LIPPOLD, J.C. **Hydrogen-Induced Cracking along the Fusion Boundary of Dissimilar Metal Welds**. Welding Journal. Research Gate, 1999. Disponível em: [https://www.researchgate.net/publication/241920360\\_Hydrogen-Induced\\_Cracking\\_along\\_the\\_Fusion\\_Boundary\\_of\\_Dissimilar\\_Metal\\_Welds](https://www.researchgate.net/publication/241920360_Hydrogen-Induced_Cracking_along_the_Fusion_Boundary_of_Dissimilar_Metal_Welds)

SAURAW, A.; SHARMA, A.K.; FYDRYCH, D. **Study on Microstructural Characterization, Mechanical Properties and Residual Stress of GTAW Dissimilar Joints of P91 and P22 Steels**. Materials **2021**, 14, 6591. <https://doi.org/10.3390/ma14216591>

SAVAGE, W.F.; NIPPES, E.F.; SZEKERES, E.S. **A study of fusion boundary phenomena in a low alloy steel**. Welding Journal. Research Gate, 1976. Disponível em: [https://www.researchgate.net/publication/298627809\\_STUDY\\_OF\\_WELD\\_INTERFACE\\_PHENOMENA\\_IN\\_A\\_LOW\\_ALLOY\\_STEEL](https://www.researchgate.net/publication/298627809_STUDY_OF_WELD_INTERFACE_PHENOMENA_IN_A_LOW_ALLOY_STEEL)

SHARMA, Satish Kumar; MAHESHWARI, Sachin. **A review on welding of high strength oil and gas pipeline steels**. Journal of Natural Gas Science and Engineering, vol. 38, p. 203-217, 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1875510016309398>. Acesso em: 13 dez. 2021.

SILVA, C.C. **Revestimentos de ligas de níquel depositados pelo processo TIG com alimentação de arame frio – aspectos operacionais e metalúrgicos**. Programa de Pós-

Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais. UFC, 2010. Disponível em:  
<https://repositorio.ufc.br/handle/riufc/15941>

SILVA, C.C.; MIRANDA, H.C.; FARIAS, J.P. **Chemistry and Crystallographic Evaluation of Ni-based Alloy and Steel Dissimilar Interface**. Trends in Welding Research. ASM, 2012.

SILVA, C.C.; MIRANDA, H.C.; MOTTA, M.F.; FARIAS, J.P. **Influence of Welding in Operational Conditions on the Partial Mixed Zone Formation in Ni-Based Dissimilar Weld Overlay**. Trends in Welding Research. ASM, 2012.

SILVA, William Constantino. **Avaliação microestrutural de Zonas Parcialmente Diluídas obtidas por soldagem dissimilar empregando os metais de adição Inox 309L e Inconel 625**. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, UFRN, 2018. Disponível em: <https://repositorio.ufrn.br/jspui/handle/123456789/26824>

SMITH, Stephen N.; JOOSTEN, Michael. **Corrosion of Carbon Steel By H<sub>2</sub>S in CO<sub>2</sub> Containing Oilfield Environments**. 61st Corrosion NACEExpo. NACE International, 2006. Disponível em:  
[https://www.researchgate.net/publication/261177321\\_Corrosion\\_of\\_Carbon\\_Steel\\_by\\_H2S\\_in\\_CO2\\_Containing\\_Oilfield\\_Environments](https://www.researchgate.net/publication/261177321_Corrosion_of_Carbon_Steel_by_H2S_in_CO2_Containing_Oilfield_Environments). Acesso em: 28 nov. 2021.

SOYSAL, T.; KOU, S.; TAT, D. **Macrosegregation in dissimilar-metal fusion welding**. *Acta Materialia*. Science Direct, 2016. Disponível em:  
<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1359645416301458?via%3Dihub>

SWARTZENDRUBER, L.J.; ITKIN, V.P.; ALCOCK, C.B. **The Fe-Ni (Iron-Nickel) System**. Journal of Phase Equilibria Vol. 12 No. 3. SpringerLink, 1991. Disponível em:  
<https://link.springer.com/article/10.1007/BF02649918>

THARBY, R.H.; HEATH, D.J.; FLANNERY, J.W. **Welding of 9% Nickel Steel – a review of the current practices**. Conference of Welding Low Temperature Containment Plant. Welding Institute, 1973. Disponível em:  
[https://nickelinstitute.org/media/8d91ba67f30a551/ni\\_inco\\_1208\\_welding9\\_nickelsteel\\_areviewofthecurrentpractices.pdf](https://nickelinstitute.org/media/8d91ba67f30a551/ni_inco_1208_welding9_nickelsteel_areviewofthecurrentpractices.pdf)

X'WU, Y; PATCHETT, B.M. **Formation of crack-susceptible structures of weld overlay of corrosion resistant alloys**. pp. 206-219, 31st Metallurgist Conference of CIM, Edmonton, Canada, 1992.

YANG, J. ZHENG, Q.; SUN, X.F. **Topologically close-packed phase precipitation in a nickel-base superalloy during thermal exposure**. Materials Science and Engineering. Science Direct, 2007. Disponível em: 10.1016/j.msea.2007.01.152

YANG, Jie; WANG, Lei. **Optimizing the Local Strength Mismatch of a Dissimilar Metal Welded Joint in a Nuclear Power Plant**. Metals Journal. MDPI, 2018. Disponível em:  
<https://www.mdpi.com/2075-4701/8/7/494/pdf/1>

YANG, Y.K.; KOU, S. **Macroseggregation mechanisms in arc welds made with dissimilar filler metals**. Science Technology of Welding and Joining. Research Gate, 2013. Disponível em:

[https://www.researchgate.net/publication/249844061\\_Macroseggregation\\_mechanisms\\_in\\_arc\\_welds\\_made\\_with\\_dissimilar\\_filler\\_metals](https://www.researchgate.net/publication/249844061_Macroseggregation_mechanisms_in_arc_welds_made_with_dissimilar_filler_metals)

YAO, Chengwu; XU, Binshi; ZHANG, Xiancheng. **Interface microstructure and mechanical properties of laser welding copper–steel dissimilar joint**. Optics and Lasers in Engineering. Science Direct, 2009. Disponível em: 10.1016/j.optlaseng.2009.02.004

ZHANG, C.Q.; ROBSON, J.D.; PRANGNELL, P.B. **Dissimilar ultrasonic spot welding of aerospace aluminum alloy AA2139 to titanium alloy TiAl6V4**. Journal of Materials Processing Technology. Science Direct, 2016. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.01.008>