



CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE
AFETADA DO AÇO BAIXA LIGA 2,25Cr-1Mo REVESTIDO COM ERNiCrMo-3 E
AMATEIGADO COM ER80S-D2

Tatiane Oliveira Campos

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Rio de Janeiro

Março de 2015

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE
AFETADA DO AÇO BAIXA LIGA 2,25Cr-1Mo REVESTIDO COM ERNiCrMo-3 E
AMANTEIGADO COM ER80S-D2

Tatiane Oliveira Campos

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO
LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA
(COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE
DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE
EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

Prof. João da Cruz Payão Filho, Dr.-Ing.

Prof^a Rafaella Martins Ribeiro, D.Sc.

Prof. Sérgio Souto Maior Tavares, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL

MARÇO DE 2015

Campos, Tatiane Oliveira

Caracterização Microestrutural da Zona Termicamente Afetada do Aço Baixa Liga 2,25Cr-1Mo Revestido com ERNiCrMo-3 e Amanteigado com ER80S-D2/ Tatiane Oliveira Campos. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2015.

XIX, 164 p.: il., 29,7 cm.

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Dissertação (mestrado) – UFRJ/COPPE/Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2015.

Referências Bibliográficas: p. 159-164.

1. ZTA do aço 2,25Cr-1Mo. 2. Caracterização microestrutural. 3. Evolução de carbonetos. I. Filho, João da Cruz Payão. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

*À minha mãe Vera Lúcia,
seu amor, apoio, exemplo e enorme sorriso sempre me deram
coragem e força para eu dar o meu melhor e persistir.*

Agradecimentos

À Deus, pela constante presença e por ter me dado paz, força, ânimo e tantas pessoas queridas para me auxiliar na conclusão deste trabalho.

À minha amada família, constituída por minha mãe Vera Lúcia e por meu irmão Tiago, que sempre me apoiaram e vibraram com as minhas conquistas.

Ao Professor João Payão, pela orientação, confiança, compreensão e amizade.

Ao CEPEL, em especial à Roberta, ao Gláucio e ao Sr. Elias pela preparação, operação e cessão dos recursos de microscopia ótica e eletrônica de varredura e transmissão, além de todo carinho verdadeiro e plenamente recíproco.

Ao IME, principalmente o Joel pelo carinho e atenção com o qual dispensou inúmeros dias de trabalho em prol deste projeto operando de modo brilhante o MEV.

Ao CBPF, na pessoa do Professor André Pinto, ao me auxiliar cedendo o MET e horas de trabalho para a conclusão da parte experimental.

Ao IEN, em especial à Elizabeth pelo apoio inicial em operações com o MEV.

À PROPMEC, especialmente o Leandro por toda a disponibilidade e auxílio com o THERMOCAL e a Mônica por sempre ter me auxiliado com o microdurômetro com um enorme sorriso.

Ao Laboratório de Superfícies e Filmes Finos, sala F-209, em especial o William Viana, pois sem seu auxílio, carinho e amizade na reta final me faltariam forças para persistir e concluir este trabalho, e a Amal pelos ensaios de nanodureza.

Aos técnicos do PEMM, Sr. Oswaldo, Sr. Nelson e Marcos pela ajuda imensurável na parte experimental e preparação de amostras deste projeto.

À Professora Rafaella Ribeiro, por sempre me confortar com doces palavras, além das preciosas correções desta dissertação.

Ao Marcio Sampaio, que me auxiliou com as simulações computacionais com profunda maestria e dedicação.

Ao Aldecir Araújo, pelo apoio, amizade e horas dispensadas com o planejamento das simulações computacionais deste projeto.

À FMC, por ter fornecido todo o material a ser analisado e os Engenheiros Fabio Alves, Gustavo Brandolin e Bruno Brandolin pelas incessantes reuniões em prol deste projeto.

Aos amigos da Sala da Pós-Graduação F-218 pela torcida, caféquentinho, momentos de descontração e pensamentos positivos em especial a Aline Raquel e Emanuel Seixas pela franca amizade e por sempre vibrarem comigo.

Ao Professor Vicente Trindade - UFOP, pela confiança, encaminhamento e apoio para a carreira na área acadêmica.

Aos amigos do LNTSold, pela disposição e presença quando necessitei.

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

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE AFETADA DO AÇO BAIXA LIGA 2,25Cr-1Mo REVESTIDO COM ERNiCrMo-3 E AMANTEIGADO COM ER80S-D2

Tatiane Oliveira Campos

Março/2015

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Componentes estruturais subaquáticos da indústria de óleo e gás de aço baixa liga 2,25Cr-1Mo (ASTM A182 F22) têm processo de fabricação que envolve conformação mecânica seguida de soldagem de revestimento com liga de níquel similar ao Inconel 625 (ERNiCrMo-3) sendo, por vezes, amanteigado previamente com aço baixo carbono (ER80S-D2). Tratamento térmico pós-soldagem (TTPS) de alívio de tensões a 650 °C durante 5 h tem objetivo, dentre outros, de obter dureza inferior ao patamar de 22 HC (250 HV) na zona termicamente afetada (ZTA) de modo a evitar falhas em serviço. No entanto, tem-se observado que, mesmo após o TTPS, este patamar de dureza tem sido extrapolado quando o aço baixa liga é soldado com liga de níquel na região de grãos grosseiros (GG), a aproximadamente 340 µm de distância da linha de fusão (LF). Avaliou-se por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura e transmissão aspectos microestruturais das ZTA's nos estados como soldado e após TTPS, assim como ensaios de microdureza e nanodureza, de modo a identificar as possíveis causas para a elevada dureza remanescente. O revestimento e o amanteigamento foram confeccionados com processo de soldagem GTAW com diferentes parâmetros gerando microestruturas e perfis de dureza distintos nas respectivas ZTA's. No amanteigamento ocorreu a formação de bainita granular de alta dureza e carbonetos pouco estáveis quando submetidos ao ciclo térmico de soldagem. Após TTPS reduziu-se drasticamente sua dureza. Já na ZTA do revestimento com liga de níquel observou-se a formação de uma microestrutura bainítica com carbonetos mais estáveis em temperatura de revenimento, com decaimento mais modesto da dureza.

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

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF A HEAT AFFECTED ZONE OF
2,25Cr-1Mo LOW ALLOY STEEL CLADDED WITH ERNiCrMo-3 AND BUTTERY
WITH ER80S-D2

Tatiane Oliveira Campos

March/2015

Advisor: João da Cruz Payão Filho

Department: Metallurgical and Materials Engineering

Offshore structural components of the oil&gas industry with low alloy steel 2,25Cr-1Mo (ASTM A182 F22) have a manufacturing process that involves mechanical forming followed by coating with a welding similar the nickel alloy Inconel 625 (ERNiCrMo-3) and by times previously buttered with low carbon steel (ER80S-D2). Post-weld heat treatment (PWHT) for relieving stress at 650 °C for 5 h purpose is, among others, to obtain hardness less than 22 HC (250 HV) in the heat affected zone (HAZ) in order to avoid service failures. However, it has been observed that even after PWHT, this hardness level has been extrapolated when the low alloy steel is welded with nickel alloy forming coarse grains (CG) in the region about 340 µm away from the fusion line (LF). It was evaluated, by optical microscopy, scanning electron microscopy and transmission electron microscopy. HAZ's microstructural aspects were analysed as welded and after PWHT, as well as hardness and nanohardness tests in order to identify possible causes for the remaining high hardness. The cladding and the buttering were welded with GTAW with different welding parameters generating microstructures and hardness profiles different in their HAZ's. After buttering occurred the formation of granular bainite and high-hardness carbides unstable when welding thermal cycle. After PWHT the hardness was reduced. In the HAZ's cladding was observed the formation of bainitic microstructure with stable carbides at the tempering with more modest decay of hardness.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	xi
LISTA DE TABELAS	xviii
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	xix
1. INTRODUÇÃO	1
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	3
2.1. AÇO 2,25Cr-1Mo	3
2.1.1. Efeito da Adição de Elementos de Liga	7
2.1.1.1. Mecanismo de endurecimento por solução sólida	10
2.1.1.2. Mecanismo de endurecimento por precipitação.....	10
2.2. Efeito do Tratamento Térmico de Revenimento no Aço 2,25Cr-1Mo ...	14
2.2.1. Sequências de Precipitação de Carbonetos.....	16
2.3. Influência do Tamanho de Grão da Austenita Prévia na Termperabilidade do Aço 2,25Cr-1Mo	18
2.4. Efeito do Ciclo Térmico de Soldagem na Microestrutura do Aço 2,25Cr-1Mo	21
2.4.1. Caracterização microestrutural da ZTA na condição como soldada	22
2.4.1.1. Região intracrítica.....	23
2.4.1.2. Região de grãos finos.....	24
2.4.1.3. Região de grãos grosseiros.....	24
2.4.1.4. Interface da solda dissimilar do aço baixa liga com liga de níquel	25
2.4.2. Efeito do TTPS na microestrutura da ZTA.....	26
2.4.2.1. Difusão na Interface	26
3. MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	28
3.1. Materiais	29
3.1.1. Metal de Base	29
3.1.2. Metais de Adição	30
3.2. Processos de Confecção das Juntas Soldadas	31
3.2.1. Procedimento de Soldagem	31
3.2.2. Tratamento Térmico Pós-Soldagem	31

3.3.	Preparação das Amostras e Ataques Metalográficos	32
3.4.	Ensaio de Microdureza Vickers	33
3.5.	Nanodureza	33
3.6.	Microscopia Ótica	34
3.7.	Microscopia Eletrônica de Varredura	34
3.8.	Microscopia Eletrônica de Transmissão	35
4.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	36
4.1.	Microdureza, Temperatura Máxima e Velocidade Máxima de Resfriamento	36
4.2.	Mapas de Nanodureza	39
4.3.	Tamanho de Grão da Austenita Prévia	42
4.4.	Caracterização Microestrutural	44
4.4.1.	Metal de base	44
4.4.2.	Caracterização da ZTA do aço 2,25Cr-1Mo no estado como soldado	52
4.1.2.1.	Região subcrítica	54
4.1.2.3.	Região de grãos finos	68
4.1.2.4.	Região de grãos grosseiros	68
4.1.2.4.1.	Região de maior dureza a 340 µm da Linha de Fusão	80
4.1.3.	Caracterização da interface no estado como soldado	95
4.1.3.1.	Interface entre o aço 2,25r-1Mo e a liga de níquel ERNiCrMo-3	95
4.1.3.2.	Interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e o aço carbono ER80S-D22 101	101
4.1.4.	Caracterização microestrutural da ZTA do aço 2,25Cr-1Mo após TTPS	106
4.1.4.1.	Região subcrítica	106
4.1.4.2.	Região intercrítica	106
4.1.4.3.	Região de grãos finos	119
4.1.4.4.	Região de grãos grosseiros	119
4.1.4.4.1.	340 µm da LF	134
4.1.5.	Caracterização da Interface após TTPS	152
4.1.5.1.	Interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e a liga de níquel ERNiCrMo-3	152
6.	REFERÊNCIAS	159

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- (a) Diagrama típico de resfriamento contínuo para o aço baixa liga Grau 22; (b) Diagrama TRC para o aço 2,25Cr1Mo com 0,1% C (F = ferrita; P = perlita; M = martensita; B = bainita) [Adaptado de (GANDY, 2005)].	4
Figura 2 – Diagrama ternário Cr-Fe-Mo a (a) 1100 °C; (b) 815 °C [Adaptado de (RAYNOR et al., 1987)].	5
Figura 3 – Microestrutura típica de um aço baixa liga Grau 22 mostrando (a) microestrutura predominantemente bainítica resultante de um rápido resfriamento e (b) microestrutura predominantemente ferrítica devido a um resfriamento lento [Adaptado de (GANDY, 2005)].	6
Figura 4 – Média do fator multiplicativo do efeito dos elementos de liga no endurecimento dos aços (0,15-0,25%C) [Adaptado de (SIEBERT et al., 1977)].	8
Figura 5 – Representação esquemática de um sítio octaédrico intersticial em uma estrutura CCC [Adaptado de (HULL et al., 2001)].	10
Figura 6 – Energia livre de um precipitado em função do seu raio [Adaptado de (REED-HILL et al., 1982)].	11
Figura 7 – Efeito da temperatura de precipitação sobre a energia livre de um precipitado em função do seu raio [Adaptado de (REED-HILL et al., 1982)].	12
Figura 8 – Variação do limite de escoamento de uma liga com o tempo de envelhecimento [Adaptado de (HULL et al., 2001)].	13
Figura 9 – Micrografia de MET do metal base do aço ferrítico 2,25Cr-1Mo [Adaptado de (LAHA et al., 2011)].	13
Figura 10 – Micrografia mostrando a distribuição dos carbonetos no aço baixa liga 2,25Cr1Mo em serviço a 550 °C [Adaptado de (GANDY, 2005)].	14
Figura 11 – Influência da martensita e de diferentes carbonetos na dureza do aço [Adaptado de (ASM METALS HANDBOOK, 2005)].	15

Figura 12 – Endurecimento secundário de um aço com 0,35% de carbono submetido ao revenimento [Adaptado de (ASM METALS HANDBOOK, 2005)].	15
Figura 13 – Diagrama isotérmico do aço 2,25Cr-1Mo mostrando a sequência de formação dos carbonetos em função do tempo de revenimento em um aço 2,25Cr1Mo [Adaptado de (REED-HILL et al., 1982)].	17
Figura 14 – Espectro de EDS característico de carbonetos precipitados encontrados em aços 2,25Cr-1Mo. (a) Mo ₂ C; (b) M ₃ C; (c) M ₇ C ₃ ; (d) M ₂₃ C ₆ ; (e) M ₆ C [Adaptado de (PILLING, 1982)].	17
Figura 15 – Efeito do tamanho de grão da austenita prévia na resistência de aços baixa liga com microestrutura martensítica [Adaptado de (RAYNOR, 1987)].	19
Figura 16 – Variação da dureza em função da temperatura e do tempo dada pela relação de Holloman-Jaffe (Tabela 3). [Adaptado de (GANDY, 2005)].	20
Figura 17 – Efeito do pré-aquecimento na resistência de um aço Alta Resistência Baixa Liga (ARBL) (KOU, 2003).	21
Figura 18 – Representação esquemática das diferentes regiões da ZTA.	22
Figura 19 – Microestrutura da região intercrítica; (a) microscopia ótica (b) MEV (5000X) [Adaptado de (SAGHAFIFAR; 2011)].	23
Figura 20 – (a) Microestrutura do aço 2,25Cr1Mo na região de grãos finos; e (b) MEV evidenciando blocos de carbonetos formados a partir de carbonetos parcialmente dissolvidos (5000X) [Adaptado de (SAGHAFIFAR; 2011)].	24
Figura 21 – Micrografias da ZTA próximas do revestimento; (a) MO e (b) MEV mostrando microestrutura uniforme [Adaptado de (SAGHAFIFAR, 2011)].	24
Figura 22 – (a) Microscopia ótica, (b) MEV da interface entre o aço ferrítico 9Cr-1Mo e uma liga de níquel [Adaptado de (LAHA et al., 2011)].	25
Figura 23 – MEV com elétrons secundários do aço 2,25Cr1Mo após revenimento a 650 °C durante 24 h; (a) região de grãos grosseiros; (b) região de grãos finos [Adaptado de (SAGHAFIFAR, 2011)].	26

Figura 24 – Interface do aço baixa liga 2,25Cr-1Mo revestido com Inconel 182; (a) CS; (b) após TTPS a 700°C durante 1h, evidenciando a formação de regiões clara e escuras (c) perfil de microdureza [Adaptado de (LAHA et al., 2011)].	27
Figura 25 – Corpo de prova retirado do protótipo após amanteigamento (Região A) e revestimento (Região B).	28
Figura 26 – Histórico esquemático dos tratamentos térmicos realizados no aço 2,25Cr-1Mo.	30
Figura 27 – Histórico esquemático da soldagem GTAW seguida de TTAT.	32
Figura 28 – Padrão de contagem <i>Cross and Circles</i> segundo a norma ASTM E112-099 (ASTM, 2013).	34
Figura 29 – Perfis de microdureza no estado CS correlacionados com a temperatura máxima atingida ao longo da ZTA. (a) do revestimento com ERNiCrMo e (b) ER80S-D2.	37
Figura 30 – Perfis de microdureza após TTPS (a) do revestimento com ERNiCrMo e (b) ER80S-D2.	38
Figura 31 - Velocidade de resfriamento máxima atingida ao longo da ZTA.	39
Figura 32– Mapas de nanodureza a 340 µm da LF da ZTA do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a) ERNiCrMo-3 CS; (b) ERNiCrMo-3 TTPS; (c) ER80S-D2 CS e (d) ER80S-D2 TTPS.	41
Figura 33 – MEV (a) em baixo aumento evidenciando o tamanho de grão ao longo da ZTA do substrato revestido com liga de níquel; (b) contornos de grão revelados para padrão de contagem <i>Cross and Circles</i> , segundo a norma ASTM E112-13 (ASTM, 2013).	43
Figura 34 – Fotomicrografias do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a) liga de níquel e (b) aço carbono, revelando as respectivas espessuras das ZTAs.	45
Figura 35 – Substrato do aço 2,25Cr-1Mo; (a-d) MO, (e-h) MEV.	49

Figura 36 – (a) Diagrama NPM em função da temperatura para as fases de equilíbrio do aço 2.25Cr-1Mo; (b) reação eutetóide; (c) reação peritética.	51
Figura 37 – Diagrama de equilíbrio do aço 2,25Cr-1Mo evidenciando formação de $M_{23}C_6$ e M_6C a 650 °C.....	52
Figura 38 – Bandeamento encontrado na ZTA do aço 2,25Cr-1Mo.	53
Figura 39 – MO em diferentes magnitudes da região subcrítica do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.	58
Figura 40 – MEV em diferentes magnitudes da região subcrítica do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel.	60
Figura 41 – MO em diferentes magnitudes da região intercrítica do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a-d) liga de níquel e (e,f) aço carbono.	64
Figura 42 – (a-f) MEV em diferentes magnitudes da região intercrítica do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel.	67
Figura 43 – MO em diferentes magnitudes da região grãos finos do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a,b) liga de níquel e (c,d) aço carbono.....	70
Figura 44 – MEV em diferentes magnitudes de grãos finos do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel.....	73
Figura 45 – MO em diferentes magnitudes da região GG do aço 2,25Cr-1Mo, adjacente a LF, revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.....	77
Figura 46 – MEV em diferentes magnitudes de grãos grosseiros do aço 2.25Cr-1Mo, adjacente a LF, revestido com liga de níquel.	79
Figura 47 – MO em diferentes magnitudes da região grãos grosseiros do aço 2,25Cr-1Mo, a 340 μ m da LF, revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.....	84
Figura 48 – MO em diferentes magnitudes da região grãos grosseiros do aço 2,25Cr-1Mo, a 340 μ m da LF, revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.....	88

Figura 49 – MET na região de GG a 340 µm da LF do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel. (a) Identificação dos campos a serem analisados; (b) Campo1 no CG; (c) Campo 2 no CG; (d) Campo 3 no interior do grão; (e) EDS característico dos carbonetos M_3C encontrados nos Campos 1,2 e 3.....	91
Figura 50 – MET na região de GG a 340 µm da LF do aço 2.25Cr-1Mo revestido com aço carbono. (a) Identificação dos campos a serem analisados; (b) Campo1 no interior do grão; (c) Campo 2 no CG; (d) Campo 3 no interior do grão; (e) EDS característico do carboneto M_3C e (f) EDS característico do M_2C	94
Figura 51 – (a) EDS em linha indicando mudança composicional entre os materiais de solda dissimilar compostos por liga de níquel e pelo aço baixa liga 2,25Cr-1Mo. (b) MEV da interface entre o revestimento de liga de níquel e o aço 2,25Cr-1Mo mostrando as regiões de praia e ZPD.	96
Figura 52 – Mapas da composição química da interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e o revestimento de liga de níquel. (a) multicomposicional; (b) Cr; (c) Ni; (d) Fe; (e) Mo; (f) Ti; (g) Nb; (h) C.	100
Figura 53 – (a) EDS em linha e (b) MEV da interface do aço 2,25Cr-1Mo amanteigado com aço carbono no estado como soldado.	101
Figura 54 – Mapas da composição química da interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e o amanteigamento com aço carbono. (a) multicomposicional; (b) Cr; (c) Ni; (d) Fe; (e) Mo; (f) Ti; (g) Nb; (h) C.....	105
Figura 55 – MO em diferentes magnitudes da região subcrítica do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.	110
Figura 56 – MEV em diferentes magnitudes da região subcrítica do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel.....	112
Figura 57 – MO em diferentes magnitudes da região intercrítica do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.	116
Figura 58 – MEV em diferentes magnitudes da região intercrítica do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel.....	118

Figura 59 – MO em diferentes magnitudes da região grãos finos do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.	123
Figura 60 – MEV em diferentes magnitudes de grãos finos do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel.	126
Figura 61 – MO em diferentes magnitudes da região grãos grosseiros do aço 2,25Cr-1Mo, adjacente a LF, revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.	130
Figura 62 – MEV em diferentes magnitudes de grãos grosseiros do aço 2.25Cr-1Mo, adjacente a LF, revestido com liga de níquel.	133
Figura 63 – MO em diferentes magnitudes da região grãos grosseiros do aço 2,25Cr-1Mo, a 340 µm da LF, revestido com liga de níquel e aço carbono.	138
Figura 64 – MEV em diferentes magnitudes da região grãos grosseiros do aço 2,25Cr-1Mo, a 340 µm da LF, revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.	142
Figura 65 – MET da região de GG, a 340 µm da LF, do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel no (a,b) interior do grão; e no (c-e) CG.	147
Figura 66 – MET da região de GG, a 340 µm da LF, do aço 2.25Cr-1Mo revestido com aço carbono. (a) Identificação dos campos a serem analisados; (b) Campo 1 no CG; (c) Campo 2 no interior do grão; (d) Campo 3 no CG; (e) EDS característico do M_3C ; (f) EDS característico do M_7C_3 ; (g) EDS característico do $M_{23}C_6$	151
Figura 67 – EDS em linha e da interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e o revestimento de liga de níquel.	153
Figura 68 – Mapas da composição química da interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e o revestimento com liga de níquel. (a) multicomposicional; (b) Cr; (c) Ni; (d) Fe; (e) Mo; (f) Ti; (g) Nb; (h) C.	157

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Influência da taxa de resfriamento na microestrutura e na dureza do aço 2,25Cr1Mo (GANDY, 2005).....	7
Tabela 2 – Efeito dos elementos de liga nos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento (ASM METALS HANDBOOK, 2005).	8
Tabela 3 – Relação entre a condição inicial de um aço 2,25Cr-1Mo e a estrutura e/ou tamanho de grão (GANDY, 2005).	20
Tabela 4 – Composição química do aço 2,25Cr-1Mo.	29
Tabela 5 – Propriedades mecânicas especificadas para o aço 2,25Cr-1Mo.	29
Tabela 6 – Composição química dos metais de adição.	30
Tabela 7 – Parâmetros de soldagem.	31
Tabela 8 – Condições de temperatura e tempo no TTPS.	32
Tabela 9 – Parâmetros utilizados no ensaio de nanodureza.	34
Tabela 10 – Tamanho de grão em diferentes regiões da ZTA.....	42

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
A-M	Austenita-Martensita
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
AWS	<i>American Welding Society</i>
CCC	Cúbico de corpo centrado
CFC	Cúbico de face centrada
CG	Contorno de grão
CS	Como soldado
EDS	<i>Energy Dispersive Spectroscopy</i>
GF	Grão refinado
GG	Grão grosseiro
GP	<i>Guinier-Preston</i>
GTAW	<i>Gas Tungsten Arc Welding</i>
IC	Intercrítica
IIW	Instituto Internacional de Soldagem
LF	Linha de fusão
MB	Metal de base
MET	Microscópio eletrônico de transmissão
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
MO	Microscópio ótico

MS	Metal de solda
NACE	<i>National Association of Corrosion Engineers</i>
NPM	Diagramas multifásicos de fração molar
SC	Subcrítica
STEM	<i>Scanning Transmission Electron Microscopy</i>
TRS	Transformação de resfriamento contínuo
TTAT	Tratamento térmico de alívio de tensões
TTT	Transformação tempo-temperatura
ZL	Zona de ligação
ZPD	Zona Parcialmente Diluída
ZTA	Zona termicamente afetada
α	Ferrita- α
γ	Austenita
δ	Ferrita- δ

1. INTRODUÇÃO

Com a descoberta do pré-sal e os avanços da exploração de petróleo e gás natural, ocorreu um aumento na demanda por materiais mais resistentes em estruturas *offshore* em função das grandes solicitações mecânicas em baixas temperaturas (aproximadamente 4 °C) (OLIVEIRA, 2013) e da possibilidade de fragilização por hidrogênio quando submetido à soldagem de revestimento com liga de níquel (AWS ERNiCrMo-3) (AWS, 2015), que confere ao material resistência à corrosão, ou em juntas amanteigadas com aço carbono (AWS ER80SD-2) (AWS, 2015), que permitem a transição entre válvulas, reguladores de fluxo, conectores, entre outros. O aço baixa liga e baixo carbono 2,25Cr-1Mo (ASTM A182F22) (ASTM, 2015) tem sido uma opção para fabricação desses componentes estruturais, substituindo o AISI 8630 de médio carbono, por apresentar melhor soldabilidade e, conseqüentemente, uma zona termicamente afetada (ZTA) com menor dureza (OLIVEIRA, 2013).

Segundo a norma NACE MR0175 (NACE, 2009), a aplicação do aço 2,25Cr-1Mo em estruturas subaquáticas exige que, após o processo de soldagem de revestimento ou amanteigamento, seja submetido a tratamento térmico pós-soldagem (TTPS) para alívio de tensões da junta, controle microestrutural e diminuição de dureza ao patamar máximo de 22 HC (250 HV) na ZTA. Porém, o que se observa após o tratamento térmico de alívio de tensões (TTAT) do aço revestido com AWS ERNiCrMo-3 a 650 °C durante 5 h é que na região de grãos grosseiros da ZTA, a aproximadamente 340 µm, este patamar máximo de dureza é extrapolado chegando a valores de 263 HV. O mesmo não ocorre quando o aço 2,25Cr-1Mo é amanteigado com aço carbono (AWS ER80SD-2) nas mesmas condições de TTAT descritas acima, obtendo-se valores de dureza na ZTA sempre abaixo de 250 HV.

Neste contexto, objetiva-se identificar as possíveis causas que levam a ZTA do mesmo material, o aço 2,25Cr-1Mo, a apresentar comportamentos diferentes em relação à dureza quando soldado com materiais distintos após o TTAT. Sabendo-se que, o que interfere na dureza do material é o tamanho de grão da austenita prévia, pois é diretamente proporcional à temperabilidade do aço, a microestrutura e a precipitação/coalescimento de precipitados, será realizada uma análise microestrutural da ZTA do aço 2,25Cr-1Mo soldado com ERNiCrMo-3 e ER80SD-2 nos estados como

soldado (CS) e após TTPS, de modo a identificar o(s) fator(es) causador(es) da elevada dureza resultante na ZTA do material revestido com liga de níquel.

Além de caracterizar toda a extensão da ZTA e suas diferentes regiões do material soldado com os distintos metais de adição, a zona de ligação (ZL) e o metal de base (MB) também foram analisados, bem como a evolução microestrutural destas regiões após TTAT. Para isto, utilizou-se microscópio ótico (MO) e microscópio eletrônico de varredura (MEV) para caracterização microestrutural e determinação do tamanho de grão da austenita prévia, e microscópio eletrônico de transmissão (MET) para identificação e análise quantitativa de carbonetos precipitados a 340 μm de distância da linha de fusão (LF) das diferentes amostras nos estados CS e após TTPS.

De modo a auxiliar na interpretação dos resultados obtidos, utilizou-se o software Thermo-Calc, que previu as fases resultantes do aço 2,25Cr-1Mo ao ser tratado, em equilíbrio, a 650 °C. Além disso, foram realizados ensaios de nanodureza na ZTA do aço 2,25Cr-1Mo a 340 μm da LF das amostras revestidas e amanteigadas nos estados CS e após TTAT. Cálculos da velocidade máxima de arrefecimento dos ciclos térmicos e a temperatura máxima atingida em função da distância da LF também auxiliaram na interpretação dos resultados.

A 340 μm de distância da LF do aço baixa liga amanteigado com aço carbono foi observado, por MEV, a formação de bainita granular constituída de ferrita, martensita e austenita retida derivada de alta taxa de arrefecimento. Nesta mesma região, correspondente ao material revestido com liga de níquel, há a formação de uma microestrutura mais estável de bainita com carbonetos do tipo M_3C . Credita-se, portanto, a esta diferença de microestrutura no estado CS, o comportamento distinto nos perfis de dureza em resposta ao TTPS derivados da utilização dos diferentes parâmetros de soldagem.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1. AÇO 2,25Cr-1Mo

O aço baixa liga 2,25Cr-1Mo apresenta composição química nominal em massa de 0,1% de carbono, 1,9-2,6% de cromo que confere resistência à corrosão até temperaturas próximas a 600 °C e 0,8-1,13% de molibdênio que concede níveis necessários de resistência à fluência (SONG et al., 2000).

A microestrutura resultante é dependente da composição química e do tratamento térmico a ser exposto o material. Taxas mais lentas de arrefecimento, geram microestruturas mais próximas do equilíbrio como a ferrita. Já em taxas de resfriamento mais rápidas tendem a gerar bainita ou martensita. A microestrutura formada pode ser identificada através de diagramas de transformação-tempo-temperatura (TTT), como ilustrado na **Figura 1(a)** (GANDY, 2005).

De modo semelhante, as curvas de transformação de resfriamento contínuo (TRC) retratadas na **Figura 1(b)** podem ser utilizadas para se obter as microestruturas desejadas através do controle de ciclos térmicos, uma vez que a resistência mecânica e à corrosão dependem de sua microestrutura (GOJIC et al., 1998).

As temperaturas de transformação de fases para o referido aço são (GANDY, 2005):

AC1 – temperatura em que a austenita começa a se formar durante o aquecimento, entre 799-821 °C.

AC3 – temperatura que ocorre a completa transformação da ferrita em austenita (871 °C).

AR1 – completa transformação da austenita em ferrita ou em ferrita mais cementita durante o resfriamento (721 °C).

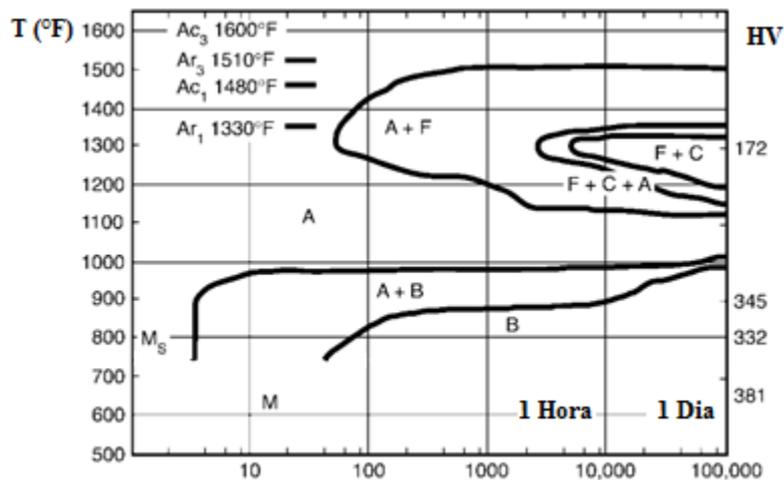
AR3 – temperatura de início da transformação da austenita em ferrita no resfriamento (821 °C).

AR4 – transformação da ferrita delta em austenita quando o aço é resfriado.

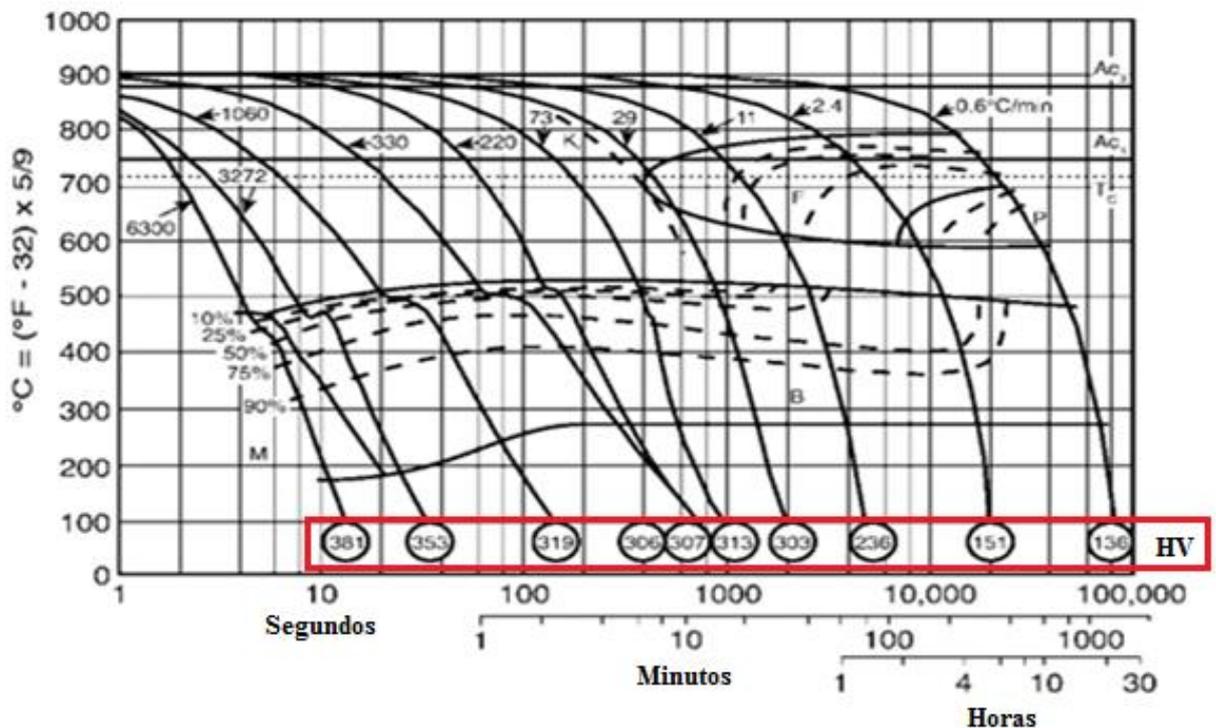
M(s) – temperatura que se inicia a transformação da austenita em ferrita no resfriamento do aço, próximo a 393 °C.

M(f) – fim da transformação da austenita em ferrita no resfriamento (204°C).

Composição: 0,10% C – 0,42% Nb – 0,25% Si – 0,018% P – 0,013% S – 0,27% Ni – 2,16% Cr – 0,96% Mo. Tamanho de grão 5-6 austenitizado a 1015°C (1860°F) por 45 minutos.



(a)

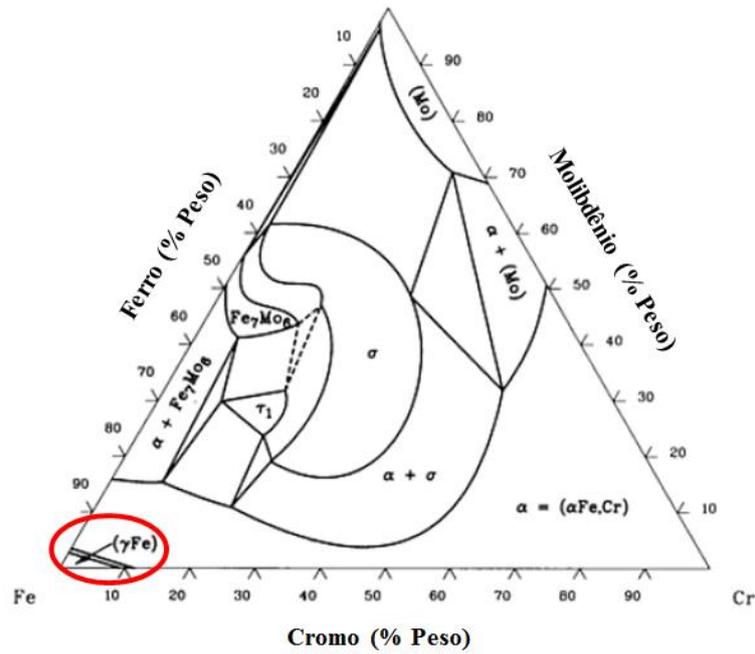


(b)

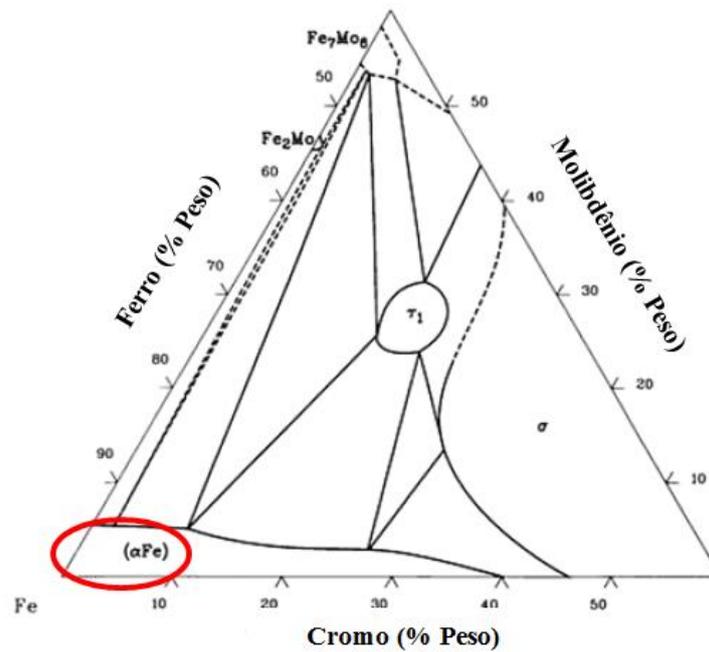
Figura 1- (a) Diagrama típico de resfriamento contínuo para o aço baixa liga Grau 22; (b) Diagrama TRC para o aço 2,25Cr1Mo com 0,1% C (F = ferrita; P = perlita; M = martensita; B = bainita) [Adaptado de (GANDY, 2005)].

Os diagramas abaixo representam o sistema ternário Fe-Cr-Mo, em que, aços baixa liga Cr-Mo apresentam estrutura austenítica CFC (cúbica de face centrada) a 1110°C

(Figura 2(a)), e ferrítica CCC (cúbica de corpo centrado) a 815 °C, abaixo de AC_3 (Figura 2(b)), como se esperava de acordo com o diagrama TRC da Figura 1(b).



(a)



(b)

Figura 2 – Diagrama ternário Cr-Fe-Mo a (a) 1100 °C; (b) 815 °C [Adaptado de (RAYNOR et al., 1987)].

A maior vantagem metalúrgica do aço 2,25Cr-1Mo é a extensa gama de temperaturas possíveis para a transformação da microestrutura em bainita durante o resfriamento. Desta forma, quando revenido, esse metal base contém muitos carbonetos precipitados, agindo como partículas endurecedoras do material. Em geral, estes precipitados esféricos originalmente estão presentes na bainita, predominantemente M_3C (M=Cr, Fe, Mo) e pequenas agulhas incoerentes compostas de Mo_2C (BHADESHIA, 2001).

As **Figura 2(a,b)** mostram as microestruturas resultantes em distintas taxas de resfriamento. Em aplicações práticas, altas taxas de resfriamento normalmente são associadas com o ciclo térmico de soldagem de modo que a zona termicamente afetada apresente estrutura tipicamente bainítica, como na **Figura 3(a)**, o resfriamento mais lento ocorre muitas vezes após o tratamento térmico de componentes de grandes seções de espessuras, sendo observada estrutura de ferrita proeutetóide em meio à bainita (LAHA et al., 2011) como na **Figura 3(b)**. A influência da taxa de arrefecimento no aço 2,25Cr-1Mo em relação à dureza e a microestrutura formada está descrita na Tabela 1.

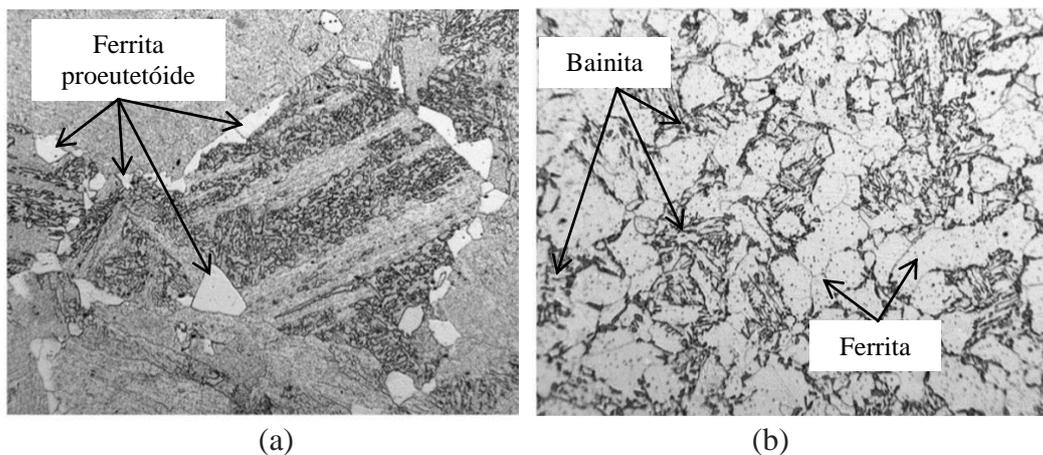


Figura 3 – Microestrutura típica de um aço baixa liga Grau 22 mostrando (a) microestrutura predominantemente bainítica resultante de um rápido resfriamento e (b) microestrutura predominantemente ferrítica devido a um resfriamento lento [Adaptado de (GANDY, 2005)].

Tabela 1 – Influência da taxa de resfriamento na microestrutura e na dureza do aço 2,25Cr1Mo (GANDY, 2005).

Taxa de resfriamento (°C/h)	Microestrutura		Dureza Vickers
	Bainita	Ferrita	
8871	99%	1%	305
816	55%	45%	215
71	30%	70%	160
66	20%	80%	150

2.1.1. Efeito da Adição de Elementos de Liga

O efeito dos elementos de liga na temperabilidade de um aço baixa liga estão listados na **Tabela 2**. Esta propriedade é determinada pela profundidade e distribuição de martensita formada induzida por têmpera, sendo este o critério mais importante para a seleção de um aço baixa liga. Para garantir adequada temperabilidade, os elementos de liga devem ser solubilizados na austenita de modo a retardar a transformação da austenita em ferrita/perlita, que são transformações microestruturais controladas por difusão. Isto permite que uma peça, em arrefecimento mais lento, não gere produtos de transformação indesejáveis (ASM METALS HANDBOOK, 2005).

Em geral, são necessários menores adições de elementos α -gênicos (Mn, Ni, Cu) que γ -gênicos (Mo, Si, Ti, V, W, Nb) para se obter equivalente aumento da temperabilidade. Porém, com maiores teores de elementos de liga estabilizadores de ferrita α também ocorre maior precipitação de carbonetos, diminuindo conseqüentemente o teor de elementos de liga e carbono em solução sólida reduzindo a temperabilidade. Além disto, a precipitação de carbonetos provoca o refinamento de grão, o que também implica na diminuição da temperabilidade.

A **Figura 4** mostra, através de fatores multiplicativos, que o molibdênio é o elemento que mais influencia na temperabilidade de um aço baixo carbono, tendo seu efeito potencializado na presença de níquel. Já o cromo tem um crescimento exponencial de sua influência em concentrações acima de 1%.

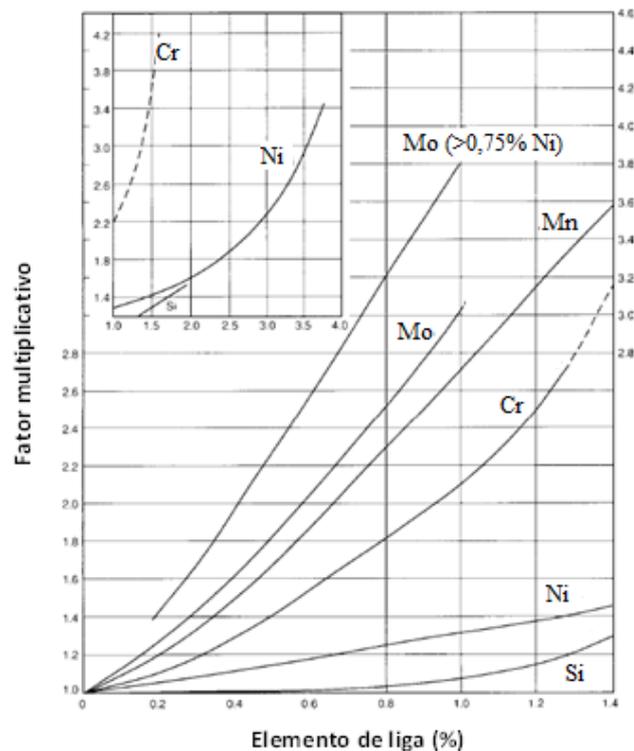


Figura 4 – Média do fator multiplicativo do efeito dos elementos de liga no endurecimento dos aços (0,15-0,25%C) [Adaptado de (SIEBERT et al., 1977)].

Tabela 2 – Efeito dos elementos de liga nos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento (ASM METALS HANDBOOK, 2005).

	Têmpera	Revenimento
Mn	Contribui com a temperabilidade do aço em teores acima de 0,8%.	Aumenta a dureza da martensita revenida por retardar o coalescimento de carbonetos, que previne o crescimento de grão na matriz ferrítica.
Ni	Tem efeito similar ao do Mn quando adicionado em baixo teor. Ni adicionado em conjunto com Mn diminui consideravelmente a temperatura de formação da γ (AC_1).	Tem pouca influência na dureza final do material revenido. Devido este elemento não formar carbonetos, ele auxilia no aumento da resistência por solução sólida.

Cu	<p>É normalmente adicionado para aumentar a resistência a corrosão e garantir melhores níveis de endurecimento por precipitação. Seu efeito na temperabilidade é aproximadamente o mesmo do Ni.</p>	<p>Ocorre a precipitação de cobre quando o aço é aquecido em temperaturas entre 425-650 °C, aumentando o endurecimento por precipitação.</p>
Si	<p>Influencia de forma mais efetiva que o Mn na temperabilidade do aço quando em níveis abaixo de 1%. Seu efeito também varia em relação à presença de carbono, sendo menos efetivo em aços com baixo teor de carbono.</p>	<p>Aumenta a dureza da martensita revenida independentemente da temperatura que ocorra o revenimento, porém a 316 °C seu efeito é mais efetivo devido o Si inibir a transformação de δ-carboneto em cementita.</p>
Mo	<p>É o elemento que mais influencia no aumento da temperabilidade do material, se tornando ainda mais efetivo em aços com médio teor de carbono. Na presença de cromo decai o seu fator multiplicador na temperabilidade, o contrário ocorre na presença de Ni.</p>	<p>Retarda a diminuição da dureza do material exposto ao revenimento, pois a 540 °C ocorre numerosa precipitação de finos carbonetos.</p>
Cr	<p>O comportamento do cromo é semelhante ao do molibdênio, sendo potencializado com a presença de maior teor de carbono no aço.</p>	<p>É um forte formador de carbonetos, retardando o efeito de diminuição da dureza proporcionado pelo revenimento. Também, por substituir alguns elementos de Fe na cementita, além de retardar o coalescimento deste precipitado.</p>

2.1.1.1. Mecanismo de endurecimento por solução sólida

Soluções sólidas são misturas homogêneas de duas ou mais espécies atômicas e podem ser de dois tipos distintos, intersticial e substitucional. A atmosfera de átomos de soluto, em torno de uma discordância, impede sua movimentação, sendo necessária uma tensão de escoamento superior àquela necessária para movimentar as discordâncias na matriz para liberá-la de sua atmosfera (REED-HILL et al., 1982).

No caso do aço, o aumento do limite de escoamento por solução sólida é do tipo intersticial à temperatura ambiente e está ligada à adições de elementos como carbono, nitrogênio e níquel (REED-HILL et al., 1982). Isso acontece devido a cada átomo intersticial distorcer o arranjo ordenado de átomos de ferro, restringindo a movimentação de discordâncias ocasionada pelas interações do campo de deformação da rede cristalina (CALLISTER, 2006).

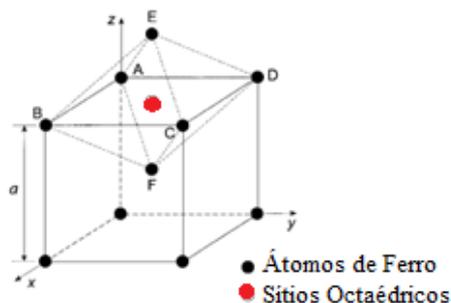


Figura 5 – Representação esquemática de um sítio octaédrico intersticial em uma estrutura CCC [Adaptado de (HULL et al., 2001)].

2.1.1.2. Mecanismo de endurecimento por precipitação

O mecanismo de endurecimento por precipitação se inicia com a formação de arranjos de partículas muito pequenas e uniformemente distribuídas, conhecidas como *Zonas de Guinier-Preston* (zonas de G.P.), de composição e estruturas definidas, sendo substituídas posteriormente por fases mais estáveis (REED-HILL et al., 1982).

Um precipitado pode nuclear-se a partir de defeitos cristalinos (discordâncias, nós de discordâncias, partículas de impurezas ou descontinuidades nos contornos de grão). Esse processo é conhecido como nucleação heterogênea, que consiste na formação mais fácil de uma partícula de segunda fase a partir de defeitos cristalinos. Já a nucleação homogênea ocorre quando os átomos de soluto se agrupam no reticulado da matriz e iniciam a formação do precipitado (REED-HILL et al., 1982).

A variação de energia livre do sistema, que acompanha formação da partícula de segunda fase por nucleação homogênea, pode ser expressa pela **Erro! Fonte de eferência não encontrada.** (REED-HILL et al., 1982).

$$\Delta G = -\Delta Gv + \Delta Gs + \Delta Gm \quad (\text{Equação 1})$$

ΔGv = Energia associada à formação de certo volume de precipitado;

ΔGs = Energia da superfície criada entre a matriz e a partícula de segunda fase;

ΔGm = Energia de formação da partícula.

Como a energia de formação da partícula (ΔGm) representa a energia de deformação devida à formação da partícula de segunda fase, variando diretamente com o volume da partícula precipitada, bem como a energia livre volumétrica (ΔGv), o termo de energia de deformação pode ser considerado como um modificador do valor da energia livre volumétrica. Pode-se então considerar qualitativamente que ΔGm seja igual a zero (REED-HILL et al., 1982).

Desta forma, a variação da energia livre do sistema pode ser descrita na Equação 2, considerando uma partícula esférica, onde A_1 e A_2 são constantes e r é o raio da partícula. A **Figura 6** mostra graficamente essa equação (REED-HILL et al., 1982).

$$\Delta G = -A_1 r^3 + A_2 r^2 \quad (\text{Equação 2})$$

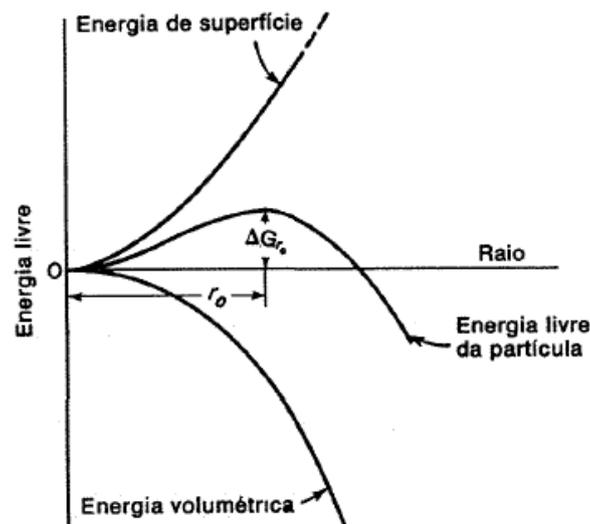


Figura 6 – Energia livre de um precipitado em função do seu raio [Adaptado de (REED-HILL et al., 1982)].

O raio r_0 é chamado de raio crítico onde, abaixo desse valor, o núcleo do precipitado diminui sua energia livre pelo decréscimo de seu tamanho. Nessas condições, os solutos tendem ficar em solução sólida. Porém, em núcleos maiores que r_0 ocorre o decréscimo de energia livre, tornando-se estáveis os precipitados e tendendo ao coalescimento. Para que o precipitado consiga ultrapassar o limite inferior de r_0 são necessárias flutuações térmicas. O efeito da temperatura na energia livre de precipitação em função do raio está apresentado na **Figura 7** que, em menores temperaturas, r_0 diminui, bem como a energia livre (ΔG_{r_0}) necessária para a formação de um embrião crítico, favorecendo a precipitação homogênea por super-resfriamento (REED-HILL et al., 1982).

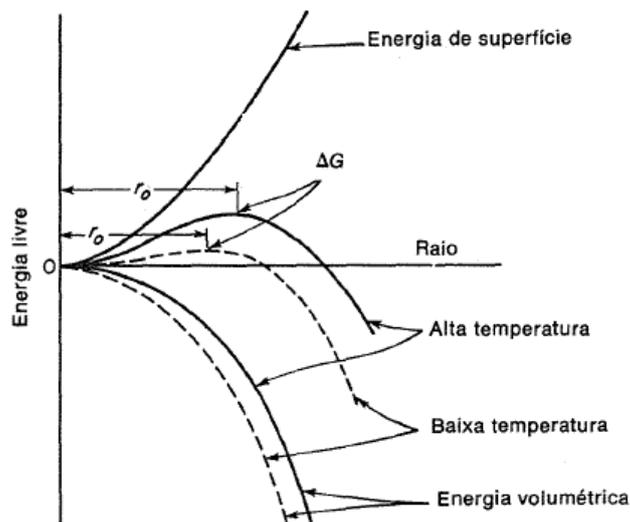


Figura 7 – Efeito da temperatura de precipitação sobre a energia livre de um precipitado em função do seu raio [Adaptado de(REED-HILL et al., 1982)].

A estrutura de interface entre os precipitados e a matriz é regida pela cinética de nucleação e crescimento, onde os primeiros carbonetos a serem formados são denominados de coerentes. Esses elementos de segunda fase, ao iniciar o crescimento devido à energia térmica fornecida ao material, faz com que a energia elástica associada ao precipitado coerente na matriz seja diminuída devido à transição de precipitados coerentes para semicoerentes. Neste caso, os precipitados semicoerentes permanecem com algumas faces coerentes com a matriz, porém não todas. Esta é a condição que implica em maior limite de escoamento por apresentar resistência à movimentação de discordâncias, sendo seguido pelo decaimento da resistência com o coalescimento e dispersão de precipitados incoerentes com a matriz, como observado na **Figura 8** (HULL et al., 2001).

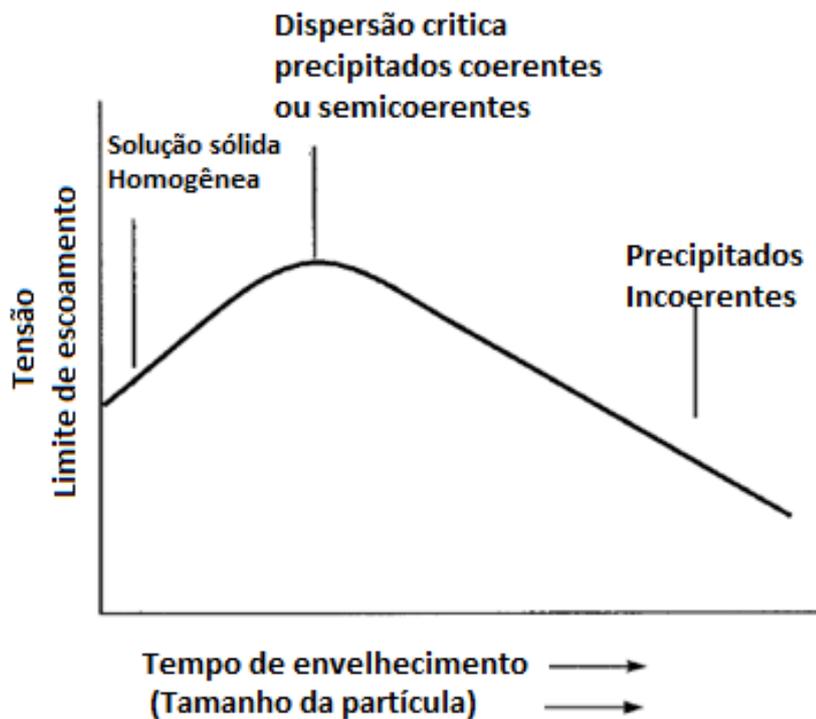


Figura 8 – Variação do limite de escoamento de uma liga com o tempo de envelhecimento [Adaptado de (HULL et al., 2001)].

Micrografia de MET, do aço 2,25Cr-1Mo, revela uma microestrutura de bainita revenida com alta densidade de discordâncias em meio a precipitados do tipo M_2C , impedindo a movimentação de discordâncias (**Figura 9**).

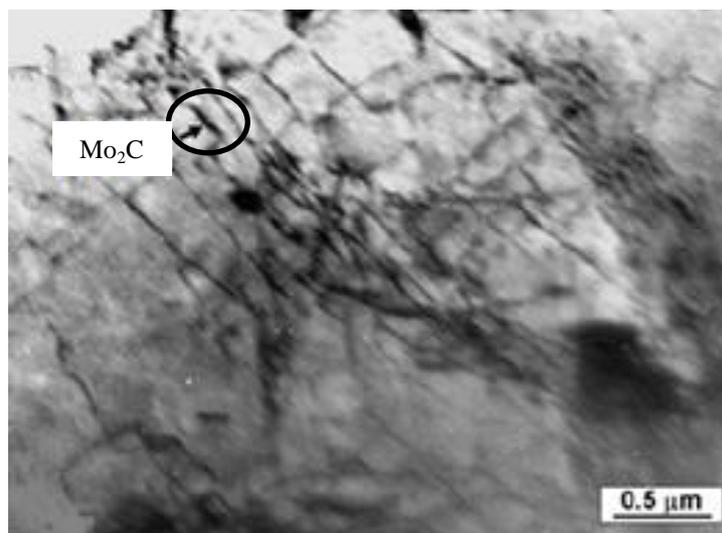


Figura 9 – Micrografia de MET do metal base do aço ferrítico 2,25Cr-1Mo [Adaptado de (LAHA et al., 2011)].

2.2.Efeito do Tratamento Térmico de Revenimento no Aço 2,25Cr-1Mo

O tratamento térmico de revenimento é realizado em temperaturas subcríticas, abaixo de AC_1 , de modo a melhorar a tenacidade do material, aumentando a ductilidade e consequente perda de resistência. Esta diminuição de dureza é decorrente do coalescimento de precipitados e redução da densidade de discordâncias.

Durante o revenimento, ocorre difusão de elementos de liga, principalmente nos contornos de grão, uma vez que a difusão entre os grãos tende a ser mais rápida que em seus contornos, coalescendo os precipitados. A **Figura 10** mostra a distribuição dos precipitados contidos no aço baixa liga 2,25Cr-1Mo a 550 °C. Neste observa-se uma zona livre de carbonetos nas adjacências dos contornos de grão (GANDY, 2005).

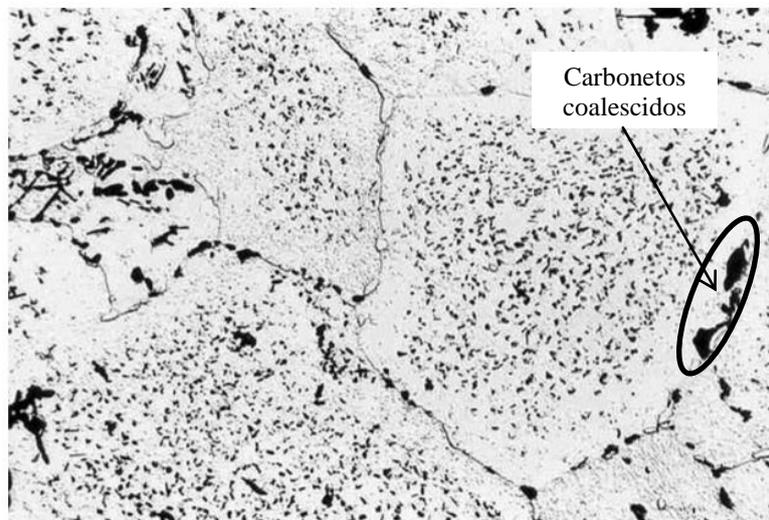


Figura 10 – Micrografia mostrando a distribuição dos carbonetos no aço baixa liga 2,25Cr1Mo em serviço a 550 °C [Adaptado de (GANDY, 2005)].

A relação entre a difusão (D) dos elementos de liga com a temperatura (T) em Kelvin é descrita na Equação 3, em que Q é a energia de ativação para a difusão ($Jmol^{-1}$), R é a constante universal dos gases ($8,31Jmol^{-1}K^{-1}$) (GANDY, 2005).

$$D = cte * exp^{-\left(\frac{Q}{RT}\right)} \quad \text{(Equação 3)}$$

Porém, a formação de carbonetos com difusão controlada pode reduzir a taxa de amolecimento durante o revenimento, sendo esta influenciada também pelo teor de elementos de liga formadores de carbonetos. A **Figura 11** compara a dureza máxima dos diversos tipos de carboneto com a microestrutura martensítica mostrando que o

carboneto M_2C , normalmente presente no aço baixa liga 2,25Cr-1Mo, é o elemento de segunda fase que concede maior dureza ao material.

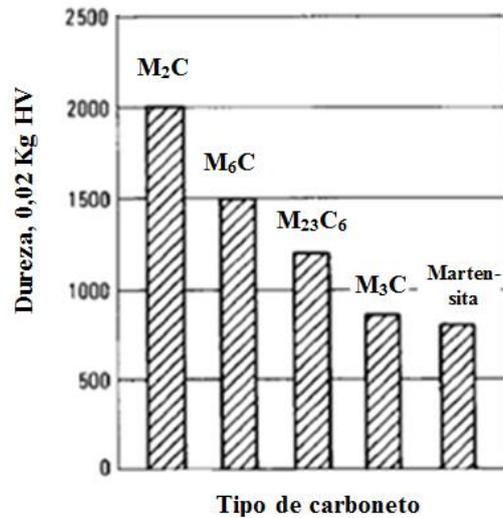


Figura 11 – Influência da martensita e de diferentes carbonetos na dureza do aço [Adaptado de (ASM METALS HANDBOOK, 2005)].

Em alguns casos, teores elevados de elementos de liga durante o revenimento provocam o aumento da dureza do material. A este efeito dá-se o nome de endurecimento secundário. Isto ocorre em temperaturas suficientemente elevadas de revenimento de modo a conceder energia necessária para maior difusão dos elementos de liga com posterior formação de carbonetos. A **Figura 12** mostra o endurecimento secundário para diferentes teores de molibdênio em um aço com 0,35% em peso de carbono em função da temperatura.

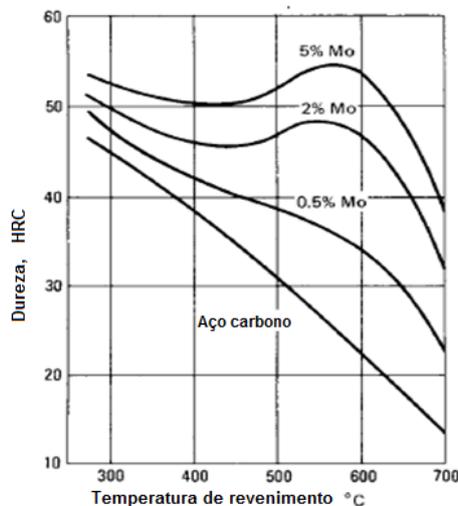
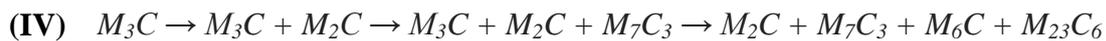
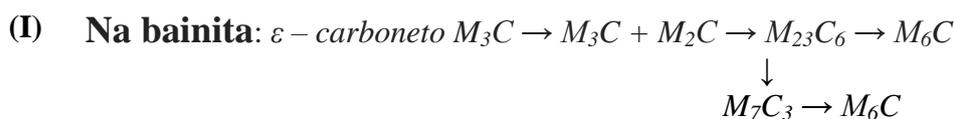


Figura 12 – Endurecimento secundário de um aço com 0,35% de carbono submetido ao revenimento [Adaptado de (ASM METALS HANDBOOK, 2005)].

2.2.1. Sequências de Precipitação de Carbonetos

A microestrutura inicial do aço baixa liga 2,25Cr-1Mo é constituída de bainita e ferrita contendo numerosos carbonetos finamente dispersos e coerentes com a matriz do tipo M_2C rico em molibdênio, sendo este o maior responsável pela resistência do material. Além deste carboneto, existem também carbonetos tipo ϵ e M_3C ricos em ferro. A nucleação e coalescimento destes precipitados são sensíveis à presença de elementos microligantes. Estes sofrem alterações na composição química, na distribuição e na morfologia em função do tempo e da temperatura (CHANG et al., 1990). Tamanho de grão e o teor de carbono também influenciam de forma significativa no envelhecimento deste aço (PARAMESWARAN et al., 1993).

A sequência de precipitação neste material foi proposta de maneiras distintas por diversos pesquisadores. Um trabalho amplamente referenciado é o de Baker e Nutt (BAKER et al., 1959) onde eles acreditam, juntamente com outros pesquisadores (ORR et al., 1978), que o carboneto de equilíbrio do aço 2,25Cr-1Mo é o M_6C e que existem velocidades e sequências distintas para se atingir este equilíbrio entre uma microestrutura bainítica e ferrítica (I; II). Para Nobuhiro *et al.* (NOBUHIRO et al., 2002) e Gandy (GANDY, 2005), a sequência da precipitação de carbonetos no aço 2,25Cr-1Mo a 600°C se dá de acordo com as sequências apresentadas em (III) e (IV), respectivamente.



O aumento no tempo de exposição do aço em temperaturas típicas de revenimento resulta na redução do número de partículas de segunda fase na microestrutura em detrimento do crescimento de carbonetos preferenciais, impulsionados pela redução da energia de superfície (GANDY, 2005). Os carbonetos finais, de acordo com o diagrama isotérmico da **Figura 13**, podem ser o $M_{23}C_6$ e M_6C . No entanto, alguns pesquisadores

afirmam que dois carbonetos não podem coexistir em equilíbrio no aço 2,25Cr1Mo, o que leva a crer que os carbonetos, ao atingirem o equilíbrio, podem ser ricos em Mo (M_6C) ou em Cr ($M_{23}C_6$) (SAGHAFIFAR; 2011).

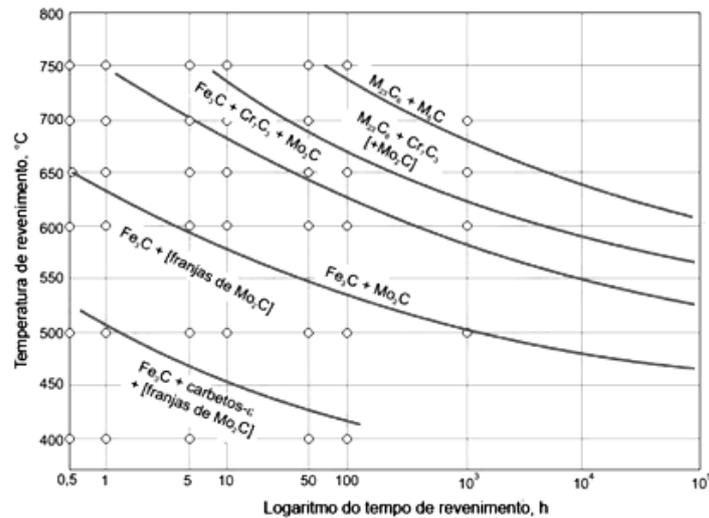


Figura 13 – Diagrama isotérmico do aço 2,25Cr-1Mo mostrando a sequência de formação dos carbonetos em função do tempo de revenimento em um aço 2,25Cr1Mo [Adaptado de (REED-HILL et al., 1982)].

Os espectros de Raios-X característicos dos precipitados presentes no aço 2,25Cr-1Mo, obtido por *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS) acoplado a um microscópio eletrônico de transmissão podem ser vistos na **Figura 14**.

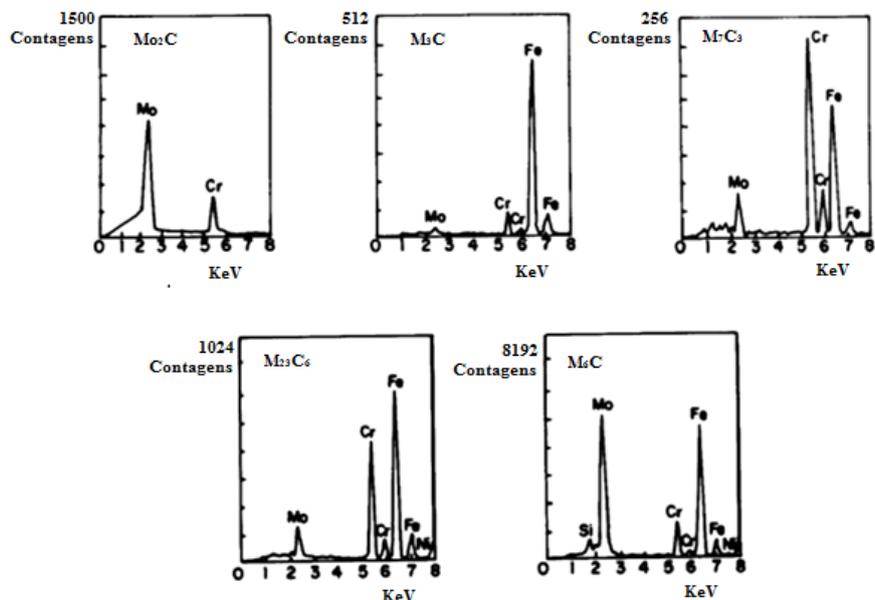


Figura 14 – Espectro de EDS característico de carbonetos precipitados encontrados em aços 2,25Cr-1Mo. (a) Mo_2C ; (b) M_3C ; (c) M_7C_3 ; (d) $M_{23}C_6$; (e) M_6C [Adaptado de (PILLING, 1982)].

2.3. Influência do Tamanho de Grão da Austenita Prévia na Temperabilidade do Aço 2,25Cr-1Mo

Embora a microestrutura final seja determinada pela taxa de resfriamento, como observado na Tabela 1, a temperatura de pico e tempo de enxarque utilizado para o tratamento térmico de normalização vai influenciar no tamanho de grão da austenita, que implica de maneira direta na temperabilidade do aço.

Em geral, este tamanho pode ser controlado de duas formas (GANDY, 2005):

- Através da temperatura de austenitização;
- Através do tempo de permanência em uma dada temperatura.

Em uma variação de temperatura de pico entre 955-1390 °C realizado por Alberry e Jones (ALBERRY, 1977) para uma tubulação de um aço baixa liga, resultou em um aumento do tamanho de grão de 20-200 microns (tamanho de grão ASTM 8,3-1,6). Além disto, para uma dada temperatura, o tamanho de grão aumenta exponencialmente de acordo com o tempo. Esta relação é descrita pela Equação 4 (ALBERRY, 1977):

$$D_t^2 - D_o^2 = constante * exp^{(-Q_c/RT)t} \quad \text{(Equação 4)}$$

D_o = Tamanho inicial do grão;

D_t = Tamanho final do grão;

T = Temperatura [K];

R = 8,31 Jmol⁻¹K⁻¹;

Q_c = Energia de ativação [Jmol⁻¹].

O carbono é o elemento que tem maior influência na temperabilidade, mas influencia negativamente em outras propriedades do aço, como soldabilidade e tenacidade (RAYNOR, 1987). A relação entre o tamanho de grão austenítico e a resistência da martensita em dois materiais distintos é mostrada na **Figura 15**.

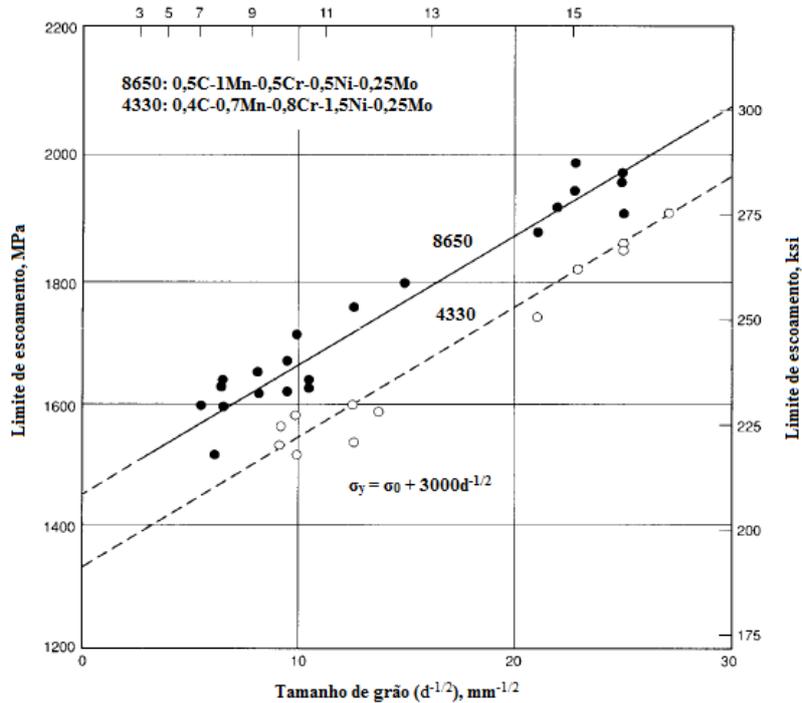


Figura 15 – Efeito do tamanho de grão da austenita prévia na resistência de aços baixa liga com microestrutura martensítica [Adaptado de (RAYNOR, 1987)].

Ao variar o tamanho de grão ocorre também variação na área de contornos de grão (CG), que são regiões com desajustes atômicos que funcionam como fortes barreiras para a movimentação de discordâncias. Além disto, quanto maior a área de CG, ou seja, menor tamanho de grão, maiores são as acomodações por deformação plástica de um cristal sobre os grãos adjacentes, aumentando, portanto, a resistência mecânica do material em baixas temperaturas (HULL, 2001).

Experimentalmente, o limite de escoamento do material pode ser medido pela equação de *Hall-Petch* (Equação 5) em função do tamanho de grão, onde $n = 0,5$; $k_y = cte$; $\sigma_0 =$ tensão inicial e $d =$ tamanho de grão.

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-n} \quad (\text{Equação 5})$$

A **Figura 16** mostra a relação da dureza do aço 2,25Cr1Mo com o envelhecimento, em relação ao tempo (t) e à temperatura (T) de exposição através do parâmetro de Larson Miller que é dado pela relação da Equação 6, onde C é uma constante, neste caso $C=20$ (GANDY, 2005).

$$P = T (C + \log t) \quad (\text{Equação 6})$$

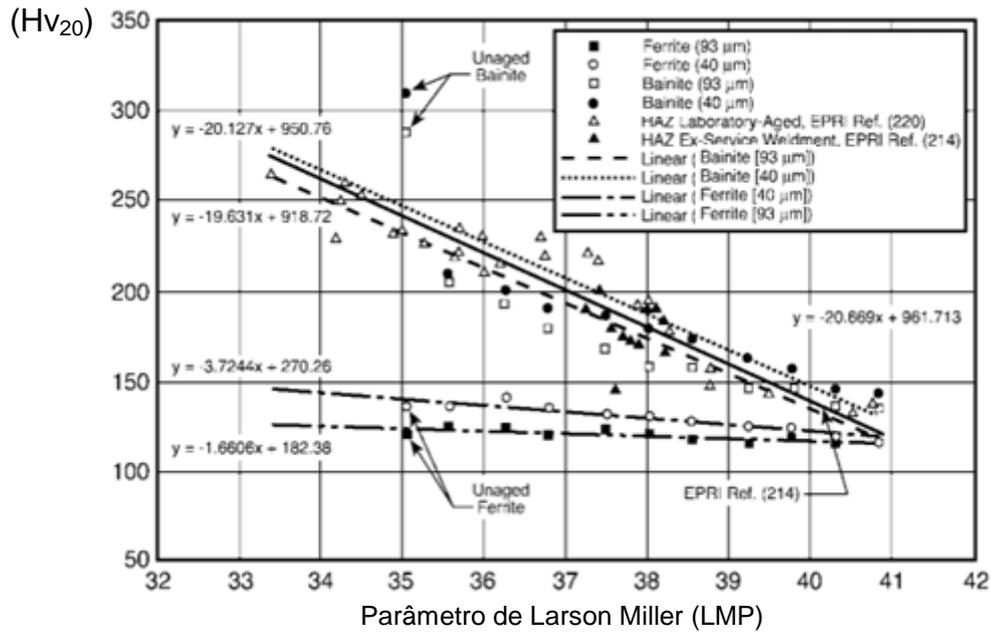


Figura 16 – Variação da dureza em função da temperatura e do tempo dada pela relação de Holloman-Jaffe (**Tabela 3**). [Adaptado de (GANDY, 2005)].

Os dados obtidos na **Figura 16** são mostrados na **Tabela 2**. Estes, advindos das amostras bainíticas são considerados razoáveis, bem como quando comparados ao tamanho de grão, uma vez que quanto maior o seu tamanho menor a resistência mecânica, mostrando uma tendência na diminuição da dureza. O comportamento da ZTA é próximo ao da estrutura bainítica, mostrando a semelhança entre as microestruturas.

Tabela 3 – Relação entre a condição inicial de um aço 2,25Cr-1Mo e a estrutura e/ou tamanho de grão (GANDY, 2005).

Condição Inicial	Estrutura/ Tamanho de grão	Relação
Temperado	Bainita	$Hv = -2.0669 \times 10^{-2}P + 961.7$
Temperado e revenido	Bainita / 40 µm (ASTM GS 6.3)	$Hv = -3.7244 \times 10^{-2}P + 270.3$
Temperado e revenido	Bainita / 93 µm (ASTM GS 3.9)	$Hv = -1.661 \times 10^{-2}P + 182.4$
Resfriado lentamente e revenido	Ferrita / 40 µm (ASTM GS 6.3)	$Hv = -2.013 \times 10^{-2}P + 950.8$
Resfriado lentamente e revenimento	Ferrita / 93 µm (ASTM GS 3.9)	$Hv = -1.963 \times 10^{-2}P + 918.7$

2.4. Efeito do Ciclo Térmico de Soldagem na Microestrutura do Aço 2,25Cr-1Mo

O ciclo térmico de soldagem a arco elétrico altera a microestrutura da região próxima da solda, passando a ser constituída por uma microestrutura complexa denominada de zona termicamente afetada (ZTA) levando a variações nas propriedades do material (PARAMESWARAN et al., 2004). Trincas de reaquecimento e a frio na ZTA e ZF (zona de fusão) são, por vezes, observadas neste aço. Estes problemas podem ser minimizados com pré-aquecimento ou utilizando baixo aporte de calor com soldagem multipasse, de modo a reduzir o tamanho de grão da austenita e formar uma microestrututa bainítica de grãos finos (BERGQUIST et al., 2005). A influência da temperatura de pré-aquecimento na resistência da junta soldada pode ser vista na **Figura 17**.

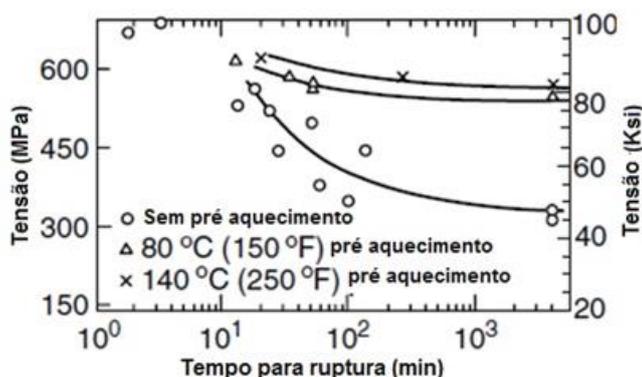


Figura 17 – Efeito do pré-aquecimento na resistência de um aço Alta Resistência Baixa Liga (ARBL) (KOU, 2003).

As microestruturas da ZTA e do metal de adição dependem do processo de soldagem ao qual foi submetido, do aporte de calor e do tratamento térmico pós-soldagem (TTPS). Este último tem a finalidade de aliviar tensões provocadas pela soldagem e reaver a microestrutura (GANDY, 2005).

A microestrutura da ZTA adjacente à linha de fusão é composta basicamente por microestrutura bainítica, que consiste em ripas de ferrita com carbonetos alinhados, e martensita (LAHA et al., 2001) (ANAND et al., 2010), produtos de elevada dureza. Devido à exposição ao calor gerado durante a soldagem e a ausência de precipitados que auxiliam na inibição do crescimento de grão, os grãos mais próximos da linha de fusão tornam-se grosseiros, diminuindo gradualmente sua dimensão em regiões mais afastadas da linha de fusão (LAHA et al., 2001) (BUCHMAYER et al., 1989).

Segundo Peddle *et al.* (PEDDLE; PICKLES, 2000), o comportamento da martensita e da bainita no aço baixa liga 2,25Cr-1Mo são diferentes quando submetidos a TTPS. Durante o revenimento, a martensita forma carbonetos dispersos devido à saturação de carbono na matriz. Estes carbonetos coalescem rapidamente, levando à drástica diminuição da dureza. Já na bainita superior, carboneto do tipo M_3C já se precipita durante o resfriamento da soldagem, na transformação da austenita para bainita. Isto decresce a concentração de carbono na matriz, diminuindo a precipitação, bem como ocorrendo vagarosamente o coalescimento dos precipitados. Ou seja, os carbonetos da bainita durante o revenimento tendem a ser mais estáveis em altas temperaturas que os de estrutura de martensita revenida.

O número de carbonetos na zona de grãos refinados é maior que nas demais regiões e estes tendem a coalescerem (MIRANDA et al., 1989). Portanto, as mudanças microestruturais destas distintas regiões da ZTA após TTPS ou em serviço ocorrem de maneiras diferentes. Isto pode ser consequência da diferença do tamanho da austenita prévia, da morfologia da bainita e do tamanho e distribuição dos carbonetos precipitados devido à velocidade de resfriamento e composição química do material (SAGHAFIFAR, 2011).

2.4.1. Caracterização microestrutural da ZTA na condição como soldada

A ZTA de um aço baixa liga consiste em regiões de grãos grosseiros, grãos finos, microestrutura intercrítica e subcrítica, no sentido da interface com o metal de solda até o metal de base não afetado pelo calor, podendo ser visualizadas esquematicamente na **Figura 18** (LAHA et al., 1990). Em seguida, esses diferentes produtos derivados do ciclo térmico de soldagem e suas respectivas influências sobre o material serão abordado.

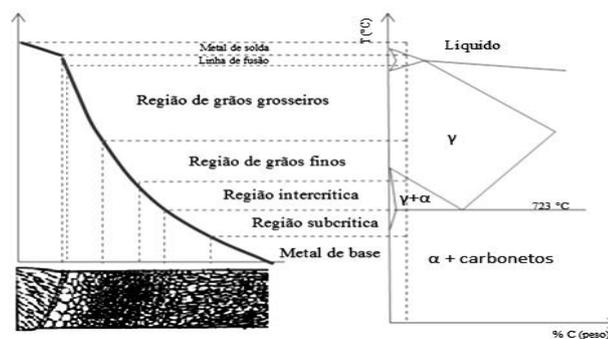


Figura 18 – Representação esquemática das diferentes regiões da ZTA.

2.4.1.1.Região intracrítica

A região intercrítica apresenta uma microestrutura bimodal devido ao aquecimento em temperaturas entre AC_1 e AC_3 . Encontra-se adjacente à região subcrítica não austenitizada, que atinge temperaturas típicas de revenimento. A parcial austenitização da região intercrítica consiste de carbonetos não uniformemente distribuídos na fase ferrítica (bainita revenida/ferrita) e os produtos da transformação da austenita (γ) (LAHA et al., 2001). Tais produtos da austenita podem ser martensita ou bainita e ocorrem durante o rápido resfriamento do ciclo térmico de soldagem (SAGHAFIFAR, 2011).

Nessa zona de transição, a transformação de produtos derivados da reaustenitização é dependente das taxas de aquecimento e arrefecimento do ciclo térmico de soldagem e do pico da temperatura alcançado na região. Além disso, sugere-se que os domínios preferencialmente austenitizados são os baníticos em comparação com os grãos de ferrita (SAGHAFIFAR; 2011). Fenômeno este devido à maior saturação de carbono e elementos de liga em solução sólida no constituinte, diminuindo a temperatura AC_3 .

As micrografias de MET, **Figura 19**(a,b), evidenciam a região intercrítica da ZTA dos aços 2,25Cr-1Mo, onde ocorre coalescimento de alguns carbonetos em detrimento da dissolução de finos precipitados, em sua maioria do tipo $M_{23}C_6$, com reduzida densidade de precipitados aciculares de Mo_2C (LAHA et al., 2001) e estruturas martensíticas em ripa com alta densidade de discordâncias (LAHA et al., 2011).

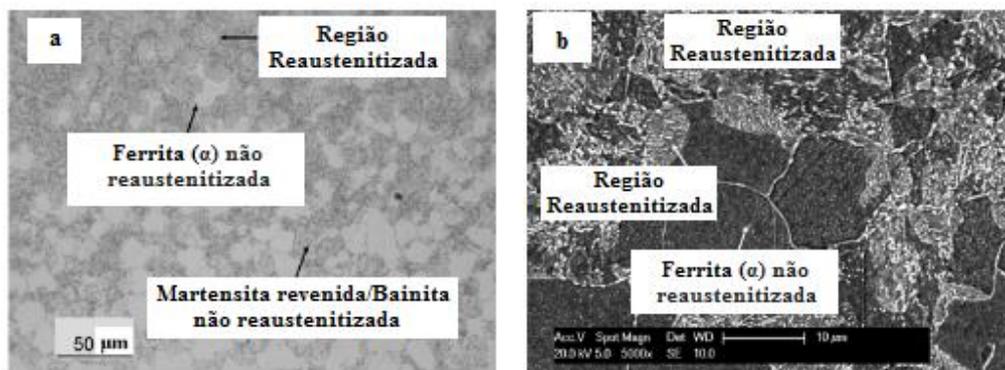


Figura 19 – Microestrutura da região intercrítica; (a) microscopia ótica (b) MEV (5000X) [Adaptado de (SAGHAFIFAR; 2011)].

2.4.1.2.Região de grãos finos

Na região de grãos finos não se observa uma estrutura uniforme em ripas. Isto é decorrente da parcial dissolução de carbonetos na austenita durante a soldagem, **Figura 20(a,b)**, devido a esta zona atingir temperaturas mais modestas de austenitização quando comparada com a região de grãos grosseiros, que é função da distância da interface.

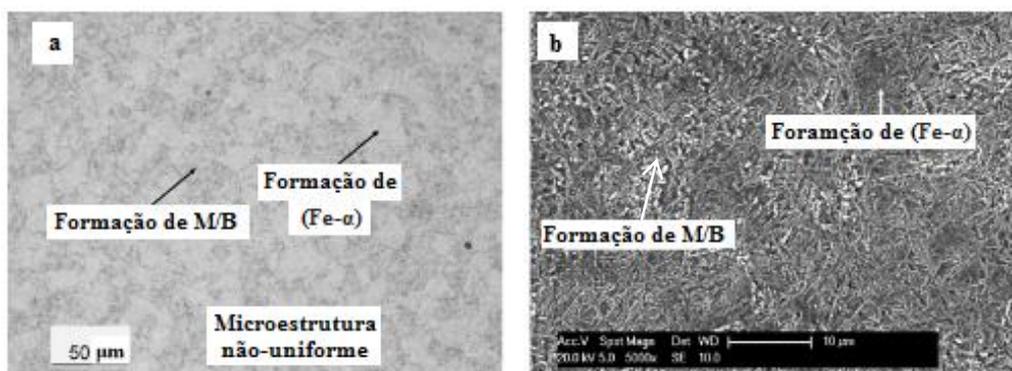


Figura 20 – (a) Microestrutura do aço 2,25Cr1Mo na região de grãos finos; e (b) MEV evidenciando blocos de carbonetos formados a partir de carbonetos parcialmente dissolvidos (5000X) [Adaptado de (SAGHAFIFAR; 2011)].

2.4.1.3.Região de grãos grosseiros

Apresenta uma microestrutura uniforme, com carbonetos completamente dissolvidos durante a austenitização. A estrutura em ripas é notada próximo da interface, característico do rápido resfriamento da austenita (SAGHAFIFAR, 2011).

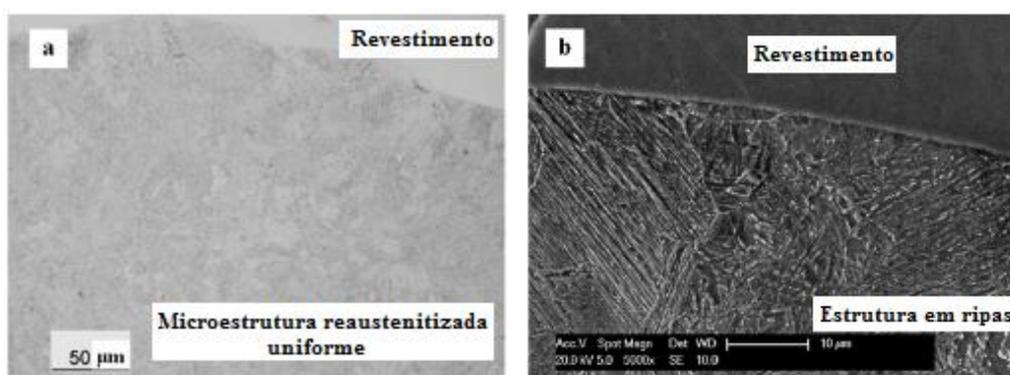


Figura 21 – Micrografias da ZTA próximas do revestimento; (a) MO e (b) MEV mostrando microestrutura uniforme [Adaptado de (SAGHAFIFAR, 2011)].

2.4.1.4. Interface da solda dissimilar do aço baixa liga com liga de níquel

Ocorre a formação da ZPD (zona parcialmente diluída), visualizada na **Figura 22(a,b)**, cuja microestrutura lamelar não foi possível ser revelada pelo ataque utilizado pelo Laha et al. (LAHA et al., 2011) (LAHA et al., 2001) devido à alta concentração de níquel e cromo a cerca da interface entre aço 2,25Cr1Mo e a liga de níquel como resultado da diluição do metal base durante a soldagem. Alguns pesquisadores estimam que as concentrações de níquel e cromo na ZPD é de 20% e 10% em massa, respectivamente. Segundo o diagrama de equilíbrio Cr-Ni (EISENHITTENLEUTE, 1993), para as dadas concentrações de níquel e cromo, apenas a formação de austenita é esperada. Além disso, a presença de níquel também abaixa a temperatura inicial de formação da martensita (M_s) para -8°C segundo a Equação 7 (ANAND et al., 2010). A formação de austenita retida durante a soldagem apresenta uma interface α/γ no aço baixa liga, introduzindo assim um gradiente de atividade de carbono.

$$M_s(^{\circ}\text{C}) = 539 - 423C - 30,4Mn - 12,1Cr - 17,7Ni - 7,5Mo \quad (\text{Equação 7})$$

A largura desta faixa varia ao longo da interface entre os materiais de solda dissimilar, sendo mais larga próximo às regiões de sobreposição que ocorrem durante passes subsequentes de soldagem, ou seja, zonas de maior diluição. Partículas de segunda fase na ZTA, a $01\ \mu\text{m}$ de distância da interface, foram analisadas quimicamente através da técnica de réplicas de carbono, em que se constataram a presença de carbonetos do tipo $M_{23}C_6$ ricos em cromo. Esta análise foi feita tanto no aço 2,25Cr-1Mo, quanto no 9Cr-1Mo, sendo neste encontradas partículas mais finas do carboneto (LAHA et al., 2011).

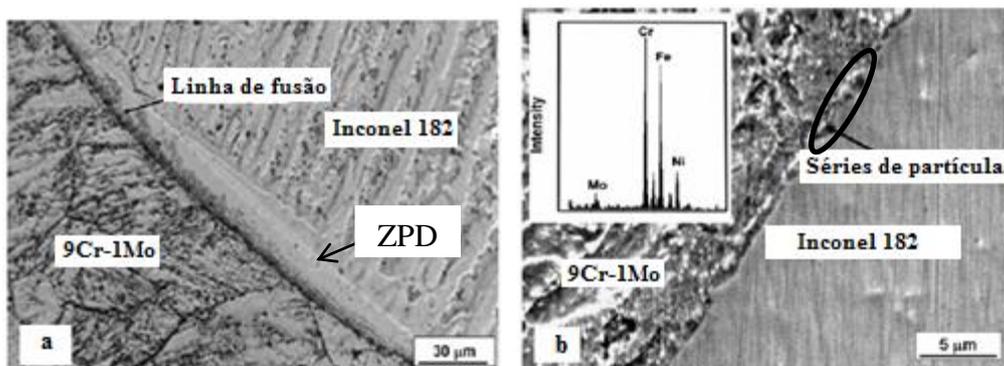


Figura 22 – (a) Microscopia ótica, (b) MEV da interface entre o aço ferrítico 9Cr-1Mo e uma liga de níquel [Adaptado de (LAHA et al., 2011)].

2.4.2. Efeito do TTPS na microestrutura da ZTA

O tratamento térmico pós-soldagem (TTPS) é utilizado para alívio de tensões do material que, para a maioria dos aços, ocorre entre 590-675 °C. Este tratamento térmico auxilia também na difusão do hidrogênio pela peça, minimizando a possibilidade de ocorrer fratura frágil (BERGQUIST, et al., 2005)].

Nas primeiras horas de TTPS ocorre uma ligeira redução da dureza do substrato como resultado do revenimento. Já na microestrutura não é possível observar mudanças significativas (ANAND et al., 2010).

No trabalho de Saghafifar (SAGHAFIFAR, 2011), micrografias de MEV mostram a evolução microestrutural da ZTA nas regiões de grãos grosseiros e grãos finos após 24 h de TTPS a 650°C. A **Figura 23(a)** mostra uma microestrutura revenida e uniforme com finos precipitados na ZTA próxima da interface. Já na ZTA de grãos finos (**Figura 23(b)**) se observam dois diferentes tipos de precipitados, um coalescido, formado nas áreas de bainita e/ou martensita revenida, e o outro finamente disperso na matriz advindo do grão ferrítico.

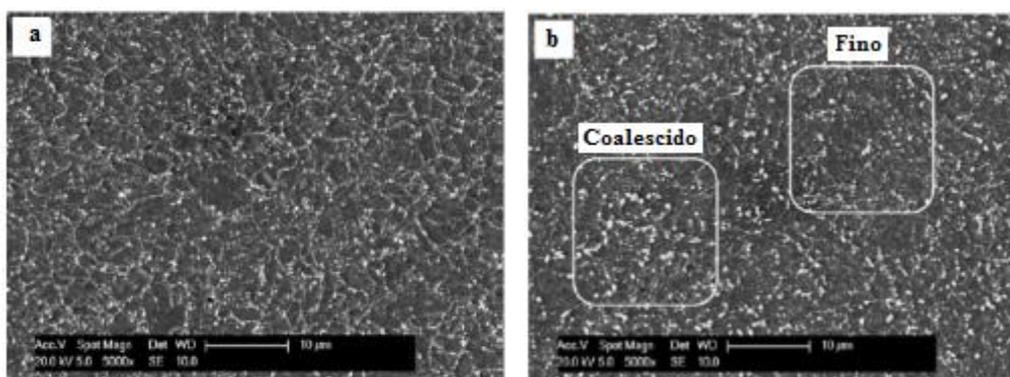


Figura 23 – MEV com elétrons secundários do aço 2,25Cr1Mo após revenimento a 650 °C durante 24 h; (a) região de grãos grosseiros; (b) região de grãos finos [Adaptado de (SAGHAFIFAR, 2011)].

2.4.2.1. Difusão na Interface

As juntas dissimilares são mais propensas à difusão de elementos de liga durante o TTPS ou em serviço. Isto ocorre devido ao gradiente de composição química contido entre os materiais. A região de alta difusão na interface é mais observada na ZPD onde ocorre maior diluição do substrato no metal de solda.

Alterações dos potenciais químicos dos elementos podem causar precipitação ou dissolução de fases e mudança das zonas de difusão ao longo da interface (SPOUSEK et al., 2003) (LI et al., 2001). Sendo assim, sabe-se que a migração de carbono, através da interface da solda, ocorre a partir do aço de baixo teor de cromo para o material rico em cromo devido à diferença de potencial do carbono nestes materiais, formando uma região escurecida (SUDHA et al., 2002).

Estas regiões escuras na ZPD ocorrem em detrimento ao empobrecimento de carbono na região de grãos grosseiros da ZTA do aço baixa liga adjacente à interface, formando regiões claras e de baixa dureza. O perfil de microdureza da solda dissimilar através da junta do aço 2,25Cr-1Mo e uma liga de níquel apresenta um gradual aumento da dureza a partir da ZTA do aço 2,25Cr-1Mo, atingindo o seu maior patamar na ZPD. Após TTPS, ocorre difusão e posterior precipitação nesta região, formando zonas escurecidas e diminuindo o pico de dureza nesta região, bem como a dureza da ZTA como um todo. Este comportamento pode ser visto na **Figura 24**.

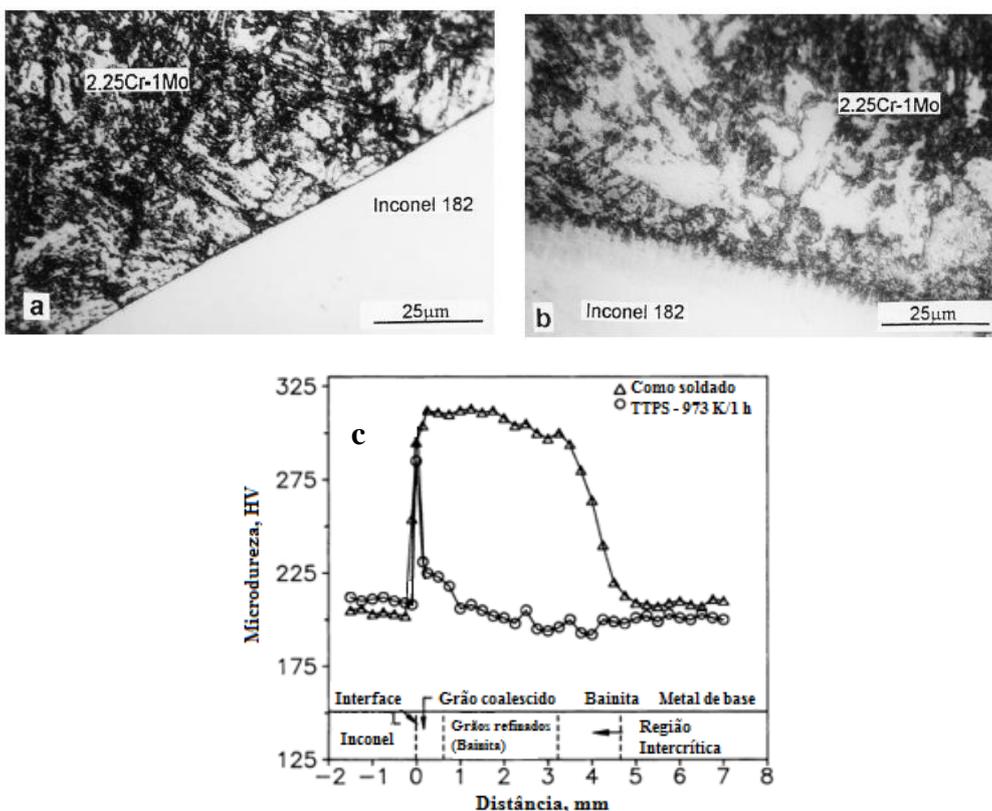


Figura 24 – Interface do aço baixa liga 2,25Cr-1Mo revestido com Inconel 182; (a) CS; (b) após TTPS a 700°C durante 1h, evidenciando a formação de regiões clara e escuras (c) perfil de microdureza [Adaptado de (LAHA et al., 2011)].

3. MATERIAIS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Para o estudo da ZTA do aço 2,25Cr-1Mo foi confeccionado um protótipo cilíndrico revestido com aço carbono (Região A) e liga de níquel (Região B), como pode ser observado na **Figura 25**. A fim de se verificar as distintas regiões da ZTA e a sua evolução microestrutural, bem como da interface e do MB, foram retiradas para análises metalográficas, amostras das regiões A e B na condição como soldada e após TTAT.

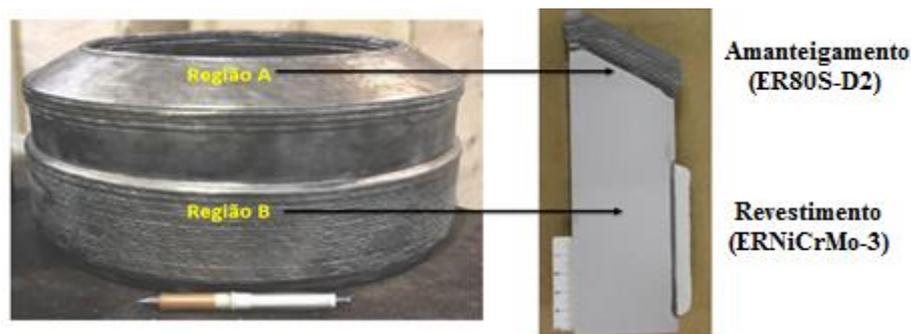


Figura 25 – Corpo de prova retirado do protótipo após amanteigamento (Região A) e revestimento (Região B).

Tais análises foram realizadas com o auxílio de microscópio ótico (MO), microscópio eletrônico de varredura (MEV) e microscópio eletrônico de transmissão (MET) após a realização do ensaio de microdureza, onde ocorreu levantamento da distribuição dos valores de dureza desde o metal de solda até o metal de base com intuito de avaliar o efeito do tratamento térmico pós-soldagem de alívio de tensões (TTAT) no aço 2,25Cr-1Mo revestido com os diferentes metais de adição (**Tabela 7**) e condições de soldagem (**Tabela 8**).

As indentações do ensaio de microdureza e seus correspondentes valores serviram como referência para observações no MO, MEV e MET. Todas as amostras foram inicialmente observadas por microscopia ótica, sendo posteriormente as mesmas regiões analisadas no MEV, que, além de possibilitar aumentos muito maiores que no MO, também foram feitas análises químicas por EDS em mapa e em linha na região da interface entre os materiais dissimilares. Com o MET foi possível identificar e quantificar os precipitados da ZTA da região de grãos grosseiros (GG) das amostras antes e após o TTAT.

3.1. Materiais

3.1.1. Metal de Base

Como metal de base foi utilizado um aço ASTM A182 F22, classificado como 2,25Cr-1Mo, com baixo teor de elementos de liga. A análise da composição química e as propriedades mecânicas especificadas são apresentadas na **Tabela 4** e **Tabela 5**, respectivamente.

A Equação 8, fornecida pelo Instituto Internacional de Soldagem (IIW), representa o efeito dos diversos elementos de liga na temperabilidade do material, em termos do teor de carbono equivalente (Ceq) (AWS, 2010).

$$Ceq = \%C + \frac{\%Mn}{6} + \frac{\%Cr + \%Mo + \%V}{5} + \frac{\%Ni + \%Cu}{15} \quad (\text{Equação 8})$$

Tabela 4 – Composição química do aço 2,25Cr-1Mo.

Elemento	% em peso	Elemento	% em peso
C	0,13	Si	0,20
Mn	0,45	Ni	0,27
Cr	2,12	V	0,01
Mo	1,04	Nb	<0,01
P	0,007	Al	0,017
S	0,002	Cu	0,10
Ceq = 0,86%			

Tabela 5 – Propriedades mecânicas especificadas para o aço 2,25Cr-1Mo.

σ_{LR}	645 MPa
σ_{LE}	517 MPa
Dureza, máx	22 HC

Onde, σ_{LR} = Limite de Resistência; σ_{LE} = Limite de Escoamento.

Os tratamentos térmicos utilizados no processo de fabricação para conferir ao aço 2,25Cr-1Mo as propriedades mecânicas exigidas foram normalização (940°C; 4h40min) seguido de resfriamento ao ar, sendo posteriormente temperado a 920°C por 3h e resfriado em água. O revenimento se deu a 665°C durante 10h10min com arrefecimento

ao ar, como previsto na norma ASTM A182. A **Figura 26** mostra, esquematicamente, os tratamentos térmicos descritos acima.

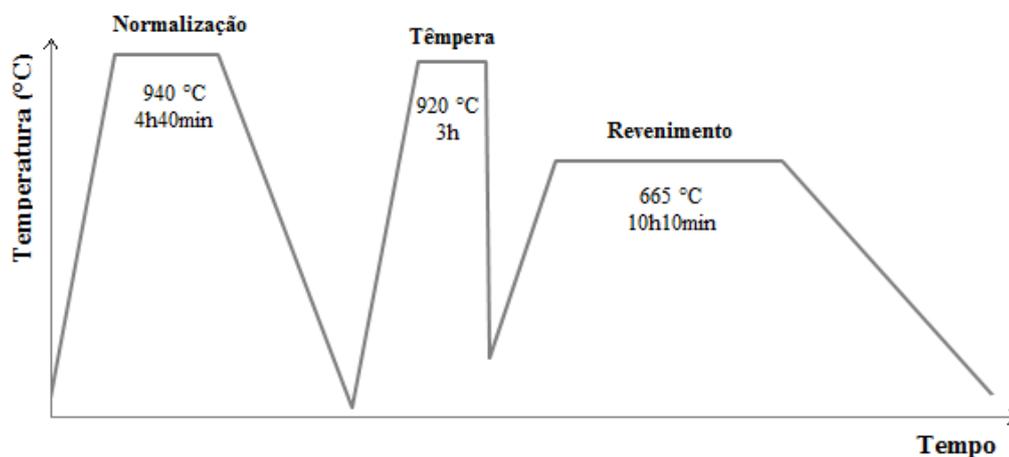


Figura 26 – Histórico esquemático dos tratamentos térmicos realizados no aço 2,25Cr-1Mo.

3.1.2. Metais de Adição

A aplicação do aço 2,25Cr-1Mo em ambientes subaquáticos exige que o mesmo seja revestido com liga de níquel (AWS ERNiCrMo-3) para conceder resistência à corrosão, sendo depois submetido a um TTPS para alívio de tensões na junta e controle microestrutural da ZTA.

O ER80S-D2 é utilizado como alternativa de amanteigamento do aço 2,25Cr-1Mo. O objetivo de sua utilização é minimizar o elevado gradiente de carbono encontrado entre o MB e o ERNiCrMo-3. As composições químicas dos materiais de revestimento e amanteigamento são apresentadas na **Tabela 6**.

Tabela 6 – Composição química dos metais de adição.

	C	Mn	Cr	Mo	P	S	Si	Ni	Fe	Nb	Ti	Al	Cu
ERNiCrMo-3	0,01	<0,01	22,1	8,85	0,003	<0,001	0,09	64,81	0,10	3,56	0,20	0,28	0,01
	C	Mn	Cu	Mo	P	S	Si	Ni					
ER80S-D2	0,086	1,85	0,18	0,05	0,009	0,007	0,69	0,05					

3.2. Processos de Confeção das Juntas Soldadas

3.2.1. Procedimento de Soldagem

Após a fabricação do protótipo forjado de aço 2,25Cr-1Mo, o material foi revestido na direção circunferencial com os parâmetros de soldagem mostrados na **Tabela 7**. O processo de soldagem utilizado foi o *Gas Tungsten Arc Welding* (GTAW) com eletrodo de tungstênio (3,2 mm de diâmetro), bocal de cerâmica de 11,3-30 mm, distância entre o eletrodo e a peça de 12,7 mm e proteção gasosa com 99,9% de argônio a uma vazão de 20-25 L/min.

Tabela 7 – Parâmetros de soldagem.

Parâmetro	REGIÃO A (ER80S-D2)	REGIÃO B (ERNiCrMo-3)
Corrente de Soldagem [I]	240/160 A	260/160 A
Tensão [U]	12 V	12 V
Velocidade de soldagem [VS]	23 cm/min	30 cm/min
Número de camadas	05	02
Temperatura interpasse [Ti]	370 °C	350 °C
Aporte de calor [AC]	651 J/mm	889 J/mm

3.2.2. Tratamento Térmico Pós-Soldagem

O tratamento térmico realizado na junta de revestimento (ERNiCrMo-3) e amanteigamento (ER80S-D2) consistiu em um TTAT, em temperatura abaixo da crítica de austenitização por algumas horas (**Tabela 8**), de modo que não ocorresse dissolução de carbonetos nem aumento do tamanho de grão e conseqüente perda de resistência mecânica do material, sendo, em seguida, resfriado em velocidade controlada. Com isto, objetivou-se controlar a dureza resultante na ZTA promovendo um patamar máximo de 250 HV (22 HC) estabelecido pela norma NACE MR0175, minimizando a possibilidade de ocorrer fragilização da junta ocasionada pelo H₂S ou por hidrogênio.

Neste trabalho, as juntas de aço 2,25Cr-1Mo revestido com liga de níquel e amanteigado com aço carbono passaram pelas mesmas condições de TTAT, como

podem ser vistas na **Tabela 8** e na representação esquemática do processo de soldagem seguido de TTPS da **Figura 27**.

Tabela 8 – Condições de temperatura e tempo no TTPS.

Amostra	Temperatura (°C)	Tempo (h)
REGIÃO A (ER80S-D2)	650	05
REGIÃO B (ERNiCrMo-3)	650	05

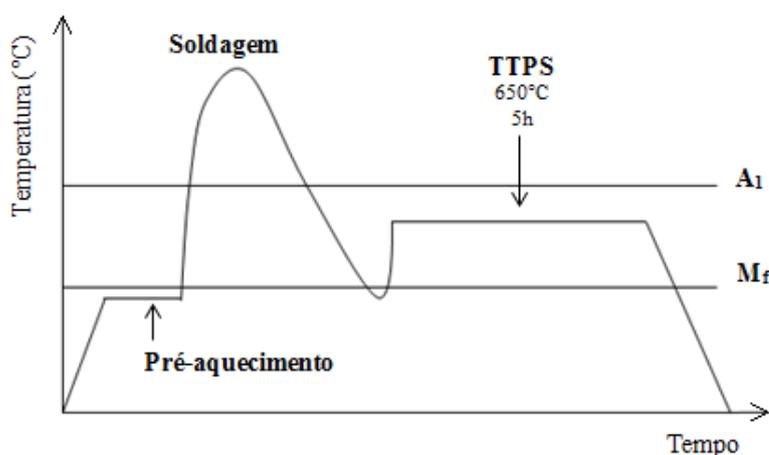


Figura 27 – Histórico esquemático da soldagem GTAW seguida de TTAT.

3.3. Preparação das Amostras e Ataques Metalográficos

Após a realização do processo de soldagem, foram confeccionadas amostras em cortes transversais à direção circunferencial da soldagem, sendo preparadas para análises microestruturais do MB, da ZTA e da interface do aço 2,25Cr-1Mo revestido com liga de níquel e amanteigado com aço carbono, tanto na condição como soldada (CS) como após TTPS.

Para isto, as amostras passaram por processo de lixamento com lixas d'água de 100, 200, 320, 400, 600, 1200 e 2500 mesh, seguido de polimento com pasta de diamante de 3 e 1 μm .

Para revelar e analisar a microestrutura do aço 2,25Cr-1Mo, bem como a influência do processo de soldagem nas condições como soldada e após TTPS neste material, as

amostras revestidas e amanteigadas nos estados CS e após TTPS foram atacadas por imersão com Nital (2%) por aproximadamente 20s.

3.4. Ensaio de Microdureza Vickers

Para identificar as regiões de interesse e correlacionar com os resultados metalográficos apresentados, foram realizadas medições de microdureza Vickers das amostras de aço 2,25Cr-1Mo revestidos com ER80S-D2 e ERNiCrMo-3 desde o MS até o MB, passando pela interface e ZTA das amostras, nos estados como soldado e após tratamento térmico de alívio de tensões.

Para isto, foi utilizado um microdurômetro da marca Zwick/Roell, modelo Indenc ZH μ -MkII-M, do laboratório PROPMEC do PEMM/COPPE, com carga de 0,1 Kgf durante 30s de modo a alcançar a máxima deformação causada pela indentação correspondente à carga aplicada, formando indentações espaçadas em aproximadamente 300 μ m.

Para a execução do ensaio as superfícies das amostras foram preparadas metalograficamente, como descrito no Item 3.3, para revelar as áreas de interesse.

3.5. Nanodureza

Para determinação da dureza foram realizadas nanoindentações com o nanoindentador MTS-Agilent G200 do Laboratório de Superfícies e Filmes Finos do PENt/COPPE. O método consiste em um penetrador com ponta de diamante em escala nanométrica, produzindo uma curva força versus deslocamento. A preparação das amostras foi feita com lixamento seguido de polimento com pasta de diamante de 3 e 1 μ m.

A distância entre as indentações foi de 5 μ m, em uma matriz 10x10, cobrindo uma área de 2500 μ m². Com auxílio do programa *Origin 85* foram feitos mapeamentos de dureza por nanoindentação das amostras da ZTA do aço 2,25Cr-1Mo soldado com ER80S-D2 e ERNiCrMo-3 nos estados CS e após TTPS a 340 μ m da ZL.

Tabela 9 – Parâmetros utilizados no ensaio de nanodureza.

Número de indentações	100
Matriz	10 x 10
Ponta	Berkovich
Carga máxima	250 mN
Distância entre as indentações	5 μm

3.6. Microscopia Ótica

As amostras foram caracterizadas por microscopia de luz visível num banco ótico de platina invertida com aumentos de 200, 500, 1000 e 2000X. Para isto, foi utilizado o microscópio *Olympus GX71*, do laboratório de Microscopia do CEPEL, com câmera acoplada a um microcomputador para obtenção de imagem digitalizada.

3.7. Microscopia Eletrônica de Varredura

Ao utilizar o MEV FEG QUANTA 250 do IME foi possível caracterizar em maiores aumentos, no modo de operação com elétrons secundários, as microestruturas observadas no MO auxiliando na identificação e interpretação das imagens obtidas, além de possibilitar a execução de análises químicas por EDS (espectrometria por dispersão de energia de raios-X) em linha e mapa das interfaces dissimilares.

Para a determinação do tamanho de grão da austenita prévia nas regiões de grãos grosseiros e no MB do aço revestido com liga de níquel, foram realizadas micrografias no MEV ZEISS EVO 40 do CEPEL, com aumento de 1000X para permitir melhor definição dos contornos de grão com padrão de contagem *Cross and Circles*, segundo a norma ASTM E112-13 (ASTM, 2013). A solução utilizada para revelar os contornos de grão da austenita prévia foi composta por 2g de ácido pícrico, 1g de *sodium tridecylbenzene sulfonate* e 100 mL de água.

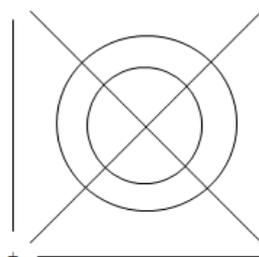


Figura 28 – Padrão de contagem *Cross and Circles* segundo a norma ASTM E112-099 (ASTM, 2013).

3.8. Microscopia Eletrônica de Transmissão

Para caracterização de precipitados nos contornos e entre os grãos da ZTA das amostras no estado CS a após TTPS do revestimento e do amanteigamento a 340 μm de distância da linha de fusão foi utilizado microscópio eletrônico de transmissão FEI TECNAI G20, do CEPTEL e o JEOL 2100F 200 KV (FEG) do CBPF.

Ao se comparar os diferentes tipos de carbonetos identificados por EDS após o TTPS, é possível estabelecer uma relação entre a precipitação/coalescimento de carbonetos com a dureza da região analisada (LIMA, 2007). Para isto, foi realizado um tratamento de imagem utilizando o programa Adobe Photoshop CS2, de modo que cada precipitado teve a correspondente cor: M_2C – verde, M_3C – azul, M_7C_3 – amarelo, M_{23}C_6 – preto, M_6C – vermelho; seguido de contagem da área total, em pixels, de cada tipo de precipitado, pelo programa *Image Pro 4.5*.

As amostras para observação em MET foram obtidas por técnica de réplica de extração, seguindo-se o procedimento (RIGUEIRA, 2010):

- 1) Lixamento e polimento, como descritos no Item 3.3, seguido de ataque por imersão com Nital 10% durante 30 s;
- 2) Preparação de réplicas de extração das amostras revestidas e amanteigadas (CS e após TTPS), com deposição de filme de carbono de espessura aproximada de 1000 μm , vácuo a 10 mbar e corrente elétrica de 60 A, com equipamento de recobrimento Polaron SC 500;
- 3) Ataque por imersão com duração de 120 s com reagente Vilella para extração do filme depositado;
- 4) Imersão das amostras em água destilada para captura dos filmes de carbono com uma grade de cobre com 3 mm de diâmetro e 100 mesh.

3.9. Thermo-Calc

Utilizou-se o software Thermo-Calc para simulação do diagrama de equilíbrio do aço 2,25Cr-1Mo (**Tabela 4**), cujas fases de equilíbrio a 650°C foram descritas e quantificadas. As temperaturas das reações eutética e peritética foram visualizadas nos diagramas multifásicos de fração molar (NPM).

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1. Microdureza, Temperatura Máxima e Velocidade Máxima de Resfriamento

A microestrutura e os elementos de segunda fase ao longo das diferentes regiões da zona afetada pelo calor está intimamente relacionada com o perfil de microdureza correspondente a cada região, a repartição térmica ao longo da ZTA, e sua velocidade máxima de arrefecimento. Sabe-se que, o pico de temperatura da taxa de resfriamento decresce com o aumento da distância com a LF, tendo como produto da soldagem uma variedade de microestruturas fora do equilíbrio na ZTA (LAHA et al., 1990).

Para cálculo da temperatura máxima atingida ao longo da ZTA pelo processo de soldagem foi necessário definir a potência específica (P_{esp}) ou intensidade da fonte de energia de acordo com a Equação 9 (MODENESI, 2007).

$$P_{esp} = \frac{\eta H}{t \cdot A_0} \left[\frac{W}{m^2} \right] \quad \text{Equação 9}$$

Onde H é o rendimento térmico da fonte, ou seja, a fração de energia transferida para a peça, t é o tempo de operação, A_0 é a área que a fonte atua no referido tempo. η é a eficiência térmica deste processo de acordo com a seguinte expressão (KOU, 2003):

$$\eta = \frac{H}{UI} \quad \text{Equação 10}$$

E, considerando-se uma fonte planar de calor atuando na superfície de uma chapa muito espessa, a distribuição das temperaturas na chapa é dada por (MODENESI, 2007).

$$T - T_0 = \frac{P_{esp}}{k} \sqrt{\frac{\alpha t}{\pi}} \left[\exp\left(-\frac{z^2}{4\alpha t}\right) - z \sqrt{\frac{\pi}{4\alpha t}} \operatorname{erfc}\left(\frac{z}{\sqrt{4\alpha t}}\right) \right] \quad \text{Equação 11}$$

Sendo erfc a função erro complementar, α é a difusividade, k é a condutividade térmica, T_0 admitida como a temperatura de pré-aquecimento e z é a distância da ZTA em relação à linha de fusão. Para difusividade (α) e condutividade térmica (k) do aço 2,25Cr-1Mo foram admitidos os valores $1,15 \times 10^{-5}$ [m²/s] e 70 [W/mK], respectivamente. Os demais parâmetros de soldagem necessários para o cálculo da temperatura máxima atingida e a velocidade máxima de resfriamento pontual na ZTA se encontram na **Tabela 7**.

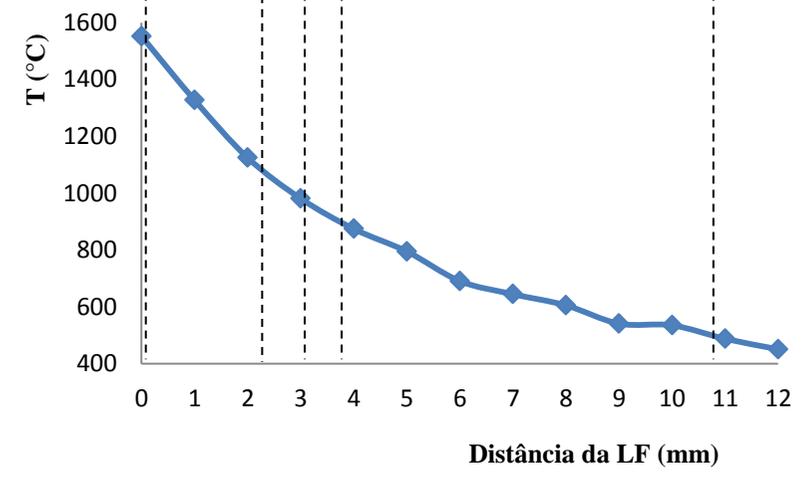
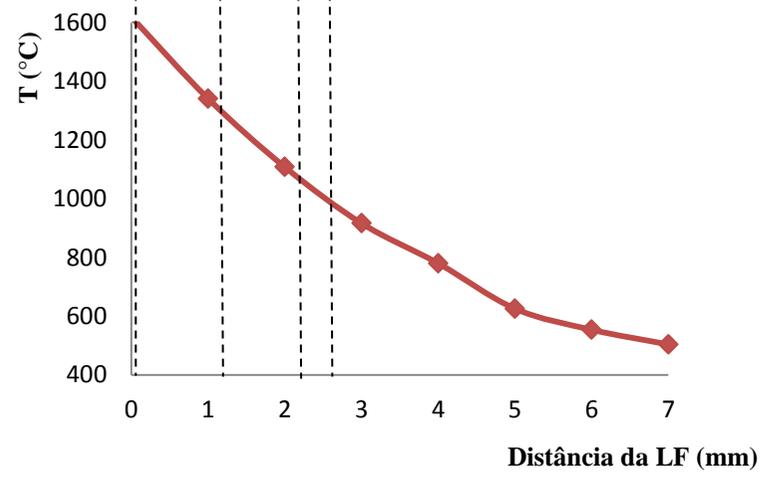
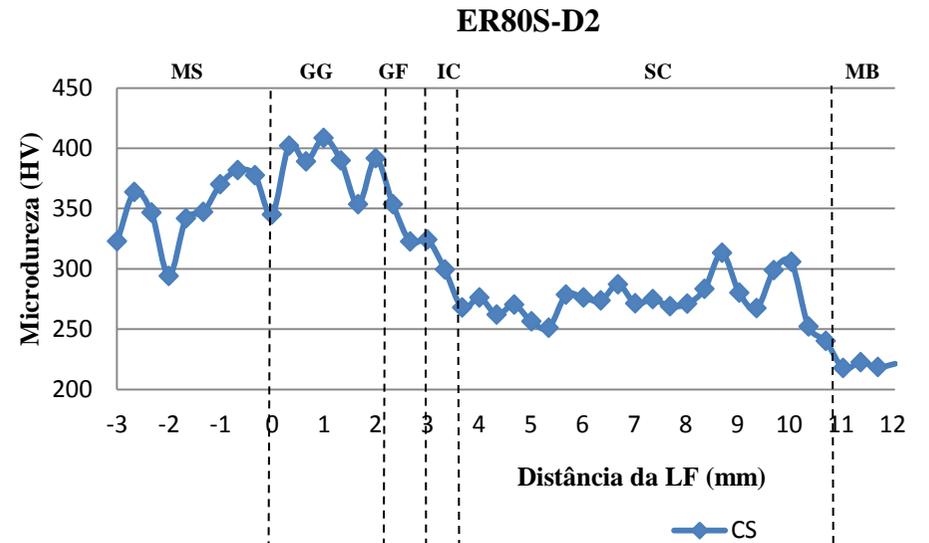
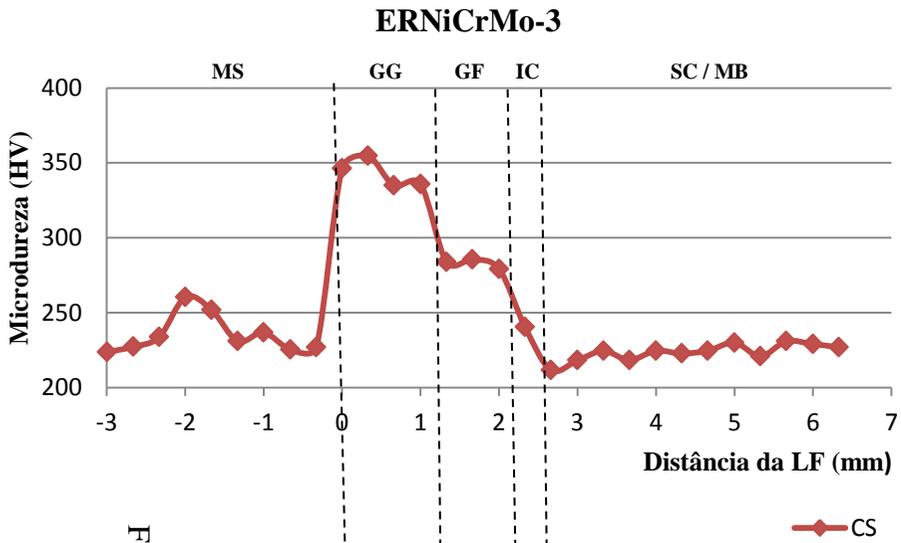


Figura 29 – Perfis de microdureza no estado CS correlacionados com a temperatura máxima atingida ao longo da ZTA. (a) do revestimento com ERNiCrMo e (b) ER80S-D2.

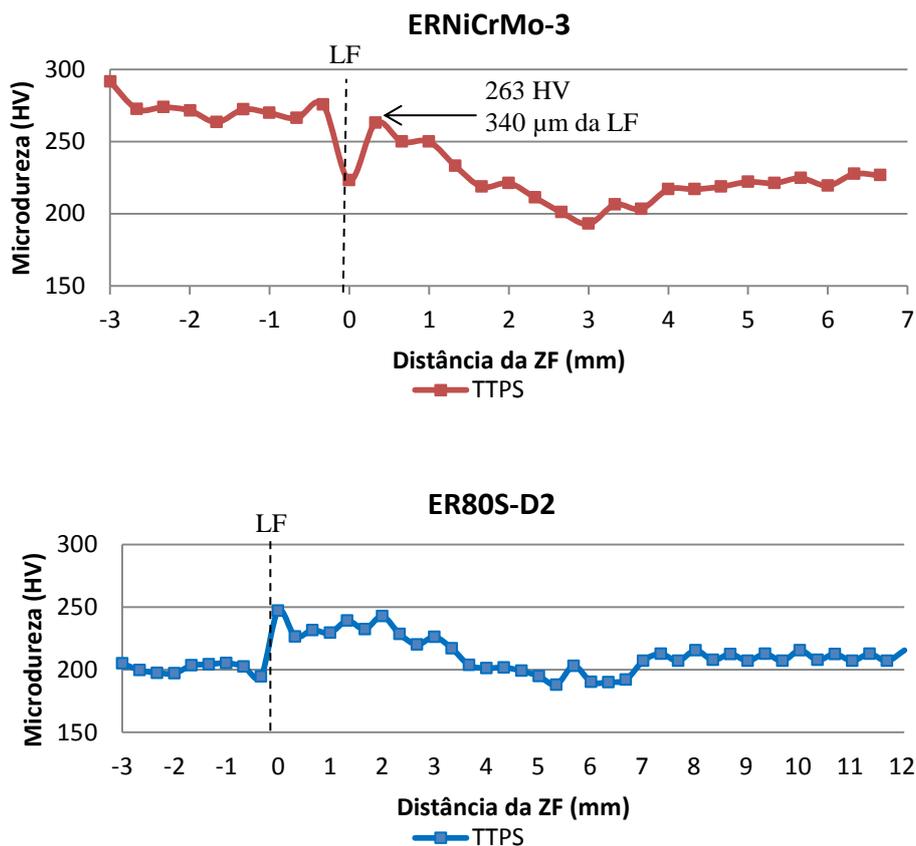


Figura 30 – Perfis de microdureza após TTPS (a) do revestimento com ERNiCrMo e (b) ER80S-D2.

Os perfis de temperatura máxima atingida em diversos pontos das ZTA's mostraram que o amanteigamento com aço carbono atinge patamares próximos de 450°C a 11 mm de distância da LF, enquanto que no revestimento com liga de níquel este patamar já é alcançado com 7 mm. Isto confirma os valores de microdureza com maior extensão de ZTA do aço amanteigado com ER80S-D2 (Figura 29).

Para o cálculo da velocidade de resfriamento (V_T), em função da máxima temperatura atingida em cada ponto analisado da ZTA pela Equação 11, utilizou-se a seguinte expressão (REBELLO, 2013):

$$V_T = \frac{2\pi k(T - T_0)^2}{H} \quad \text{Equação 12}$$

Percebe-se que a V_T é inversamente proporcional ao aporte de calor sofrido pelo material. Desta forma, maiores valores da velocidade de resfriamento correspondem ao aço 2,25Cr-1Mo amanteigado com aço carbono, esperando-se, portanto, estruturas mais endurecidas derivadas de uma têmpera mais intensa. E, de fato, o que se nota na Figura

29 ao se comparar com o perfil de microdureza no estado CS do amanteigamento e resfriamento é que em todas as diferentes regiões da ZTA o patamar alcançado de dureza do material amanteigado com aço carbono é superior ao revestido com liga de níquel.

Por microscopia eletrônica de varredura também se percebeu, a 340 μm de distância da LF do aço amanteigado com aço carbono uma estrutura típica de maiores taxas de resfriamento quando comparada com a mesma região correspondente do aço revestido com liga de níquel.

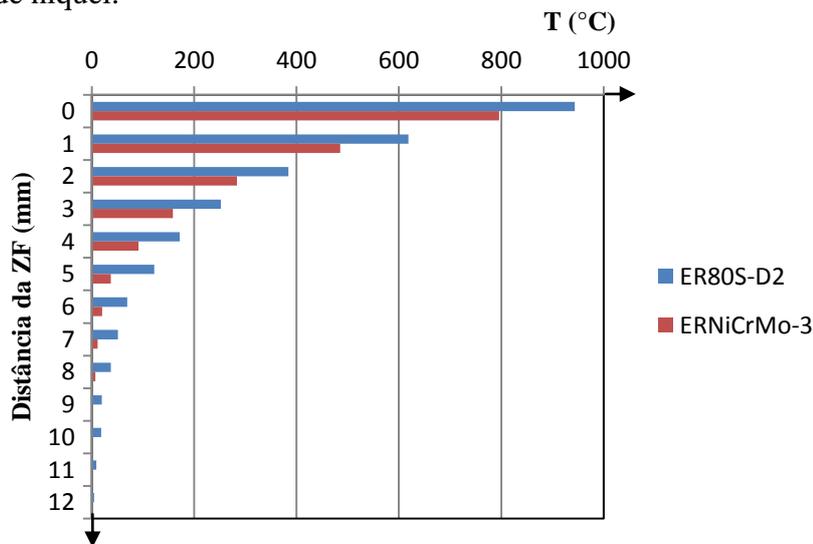


Figura 31 - Velocidade de resfriamento máxima atingida ao longo da ZTA.

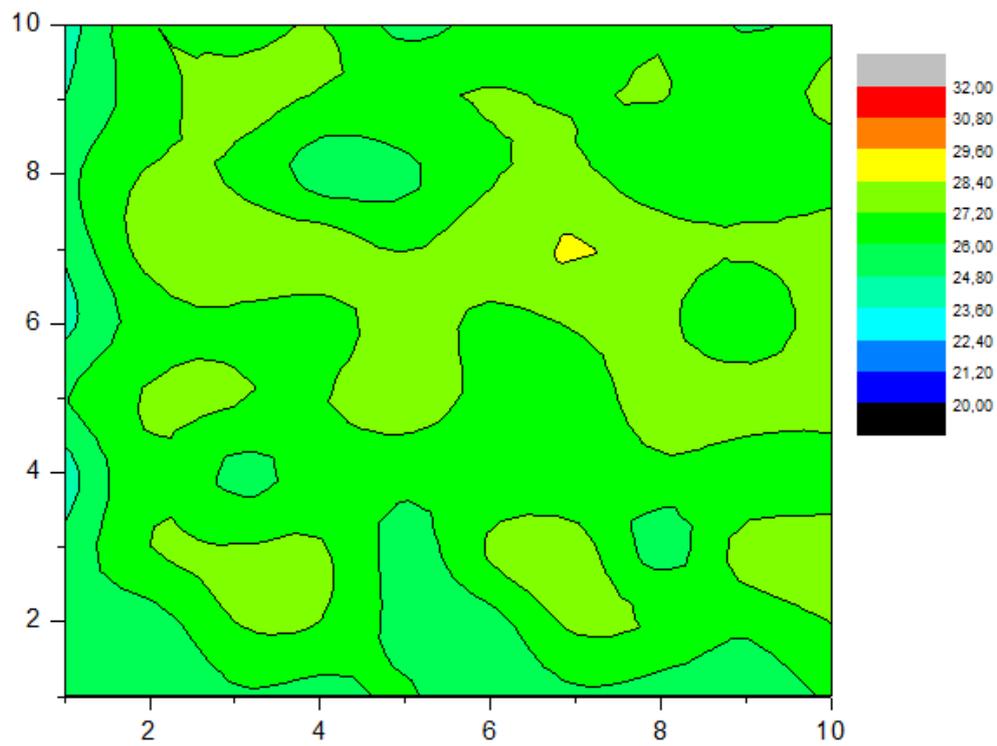
4.2. Mapas de Nanodureza

Foram realizados mapeamentos da dureza por nanoindentação com auxílio do software *Origin85* da região da ZTA de grãos grosseiros a 340 μm da LF do material revestido com liga de níquel (ERNiCrMo-3) e amanteigado com aço carbono (ER80S-D2) nos estados CS e após TTPS (31). As regiões indicadas em tons de vermelho representam maior dureza, tons de verde representam dureza intermediária e azul é a região com menor dureza.

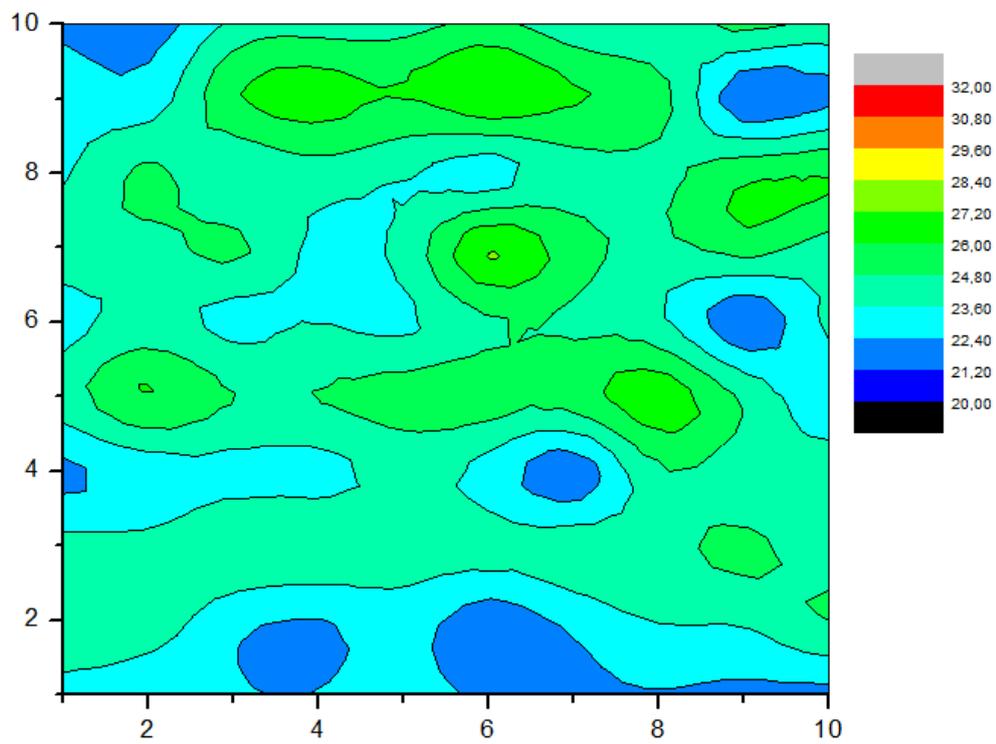
Sendo assim, a 340 μm da LF do aço 2,25Cr-1Mo amanteigado apresenta maior dureza no estado CS e menor dureza após TTPS, enquanto que a dureza nesta região da ZTA do material revestido com liga de níquel nos estados CS e após TTPS possui valores intermediários aos do amanteigamento, estando de acordo com os perfis de microdureza (Figura 29 e Figura 30).

ZTA do revestimento ERNiCrMo-3

(340 μm da LF)



(a)



(b)

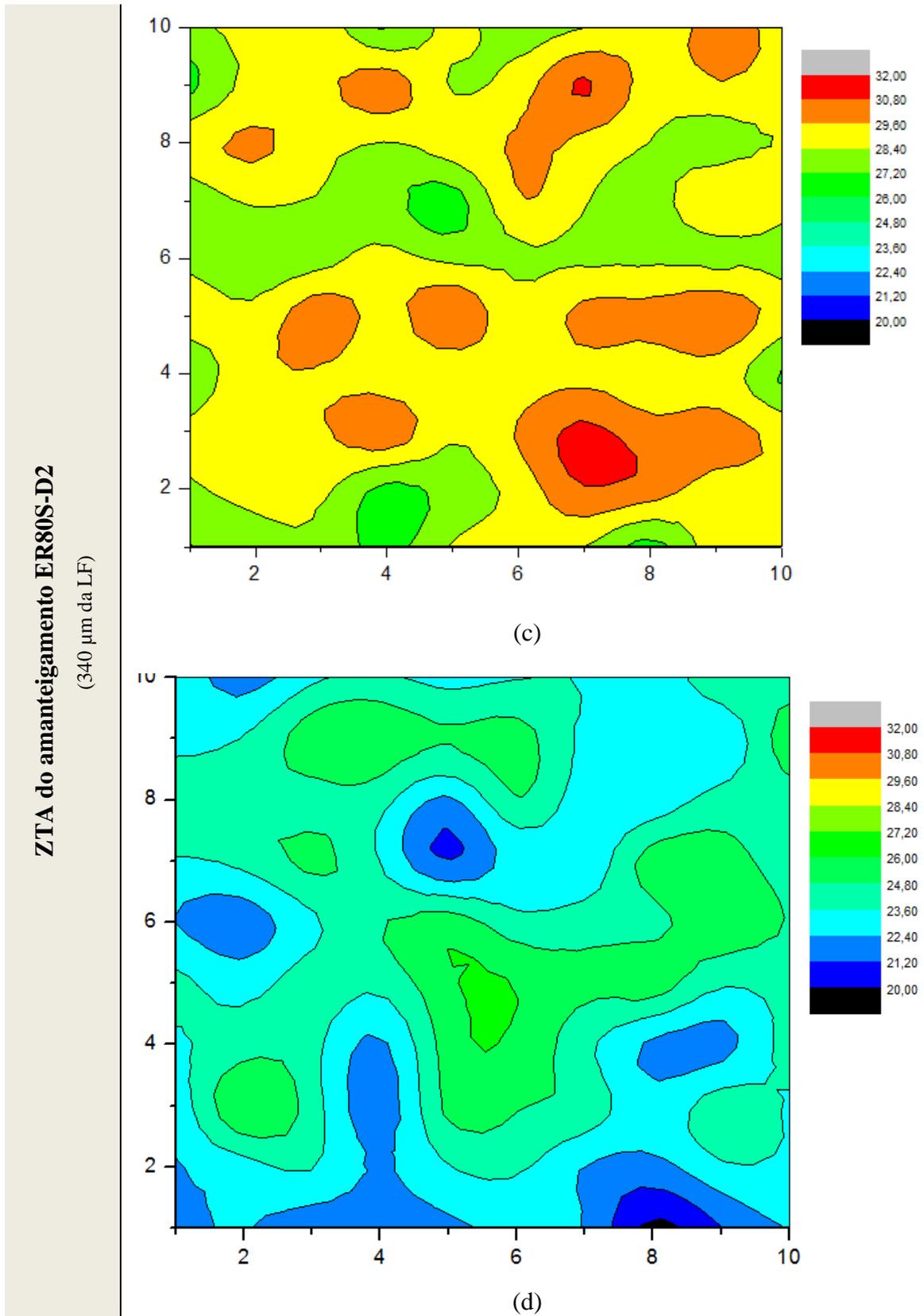


Figura 32– Mapas de nanodureza a 340 μm da LF da ZTA do aço 2,25Cr-1Mo resvetido com (a) ERNiCrMo-3 CS; (b) ERNiCrMo-3 TTPS; (c) ER80S-D2 CS e (d) ER80S-D2 TTPS.

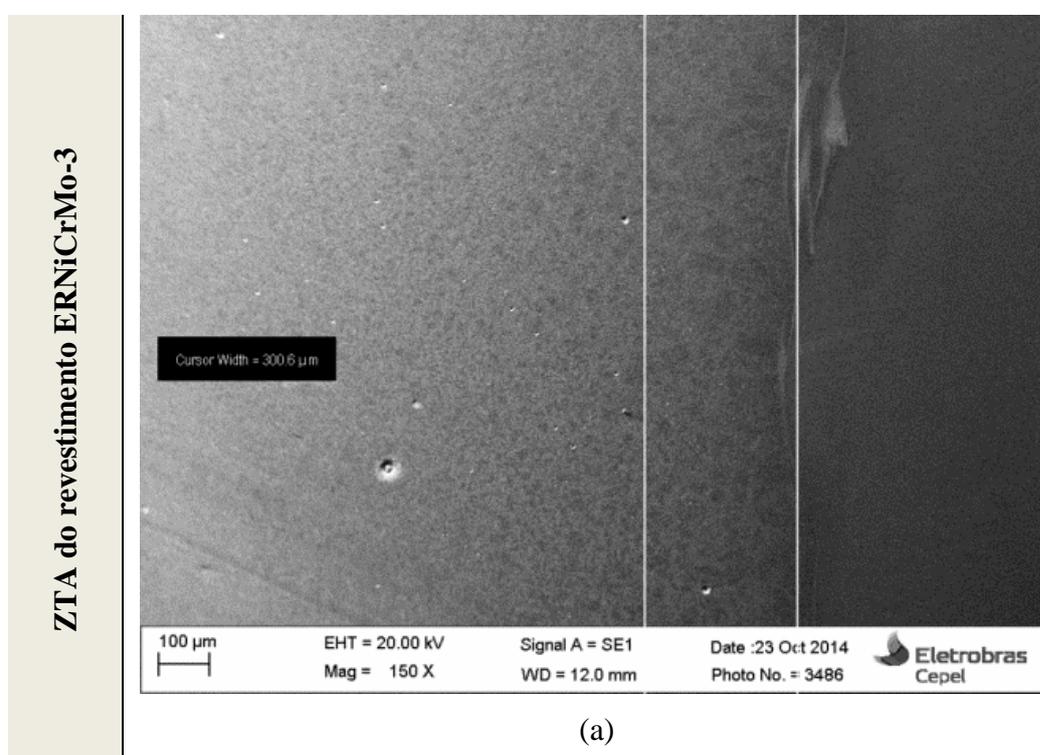
4.3. Tamanho de Grão da Austenita Prévia

Para o cálculo do tamanho de grão da ZTA de grãos grosseiros adjacente à LF e aproximadamente 300 μm da LF, e do MB do aço baixa liga revestido com liga de níquel, foi realizado um ataque químico com reagente específico para revelar o contorno de grão da austenita prévia.

A variação do tamanho de grão austenítico pode ser visualizada na Tabela 10, ficando evidente que o tamanho de grão austenítico é diretamente proporcional à temperatura de austenitização (Figura 33). Esta resulta em maior temperabilidade facilitando a formação de estruturas bainíticas (BATISTA et al., 2007).

Tabela 10 – Tamanho de grão em diferentes regiões da ZTA.

ERNiCrMo-3			
	MB	340 μm da LF	Adjacente a LF
[μm]	7,29	3,96	5,63
Nº ASTM	10	13	12



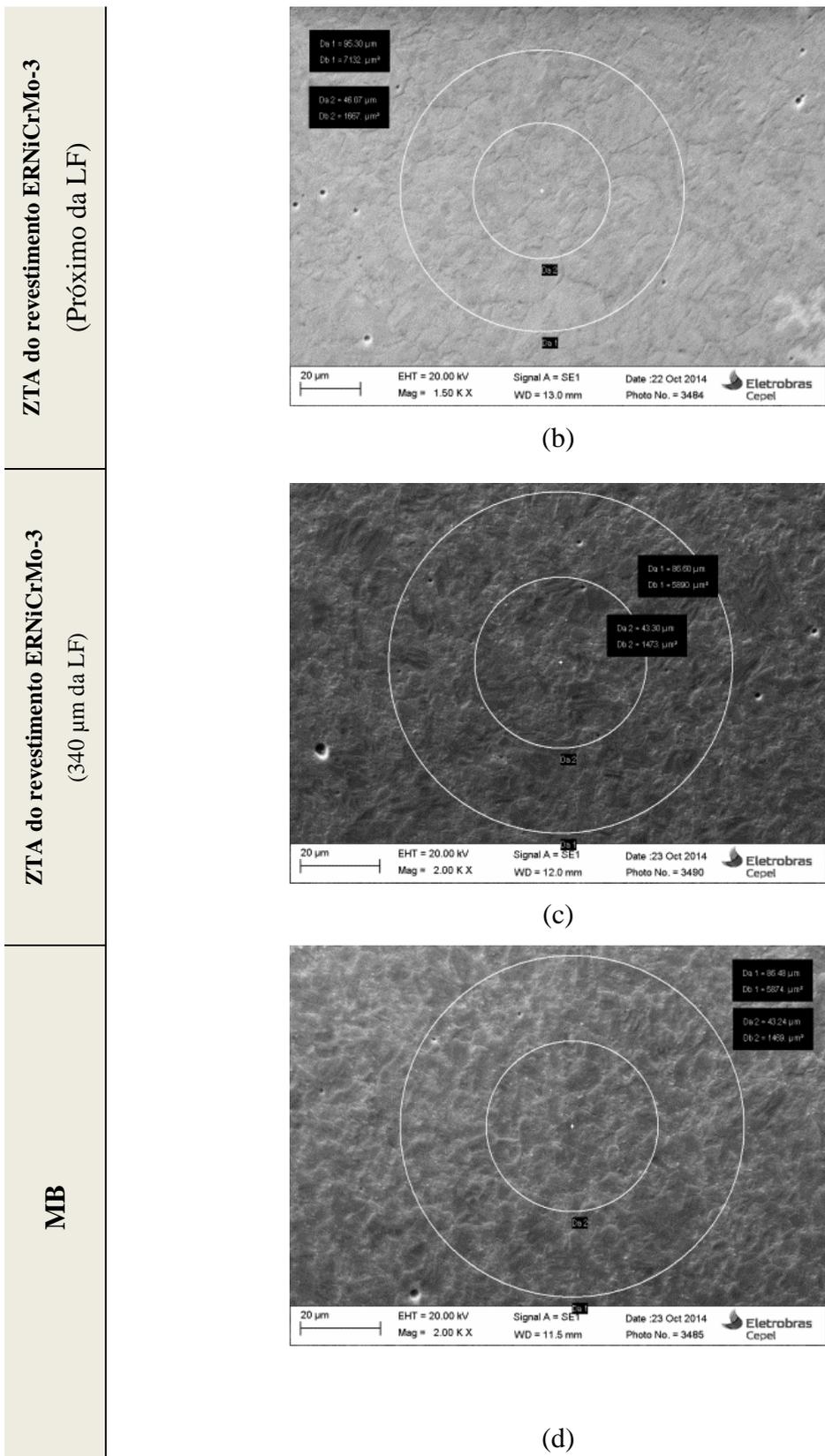


Figura 33 – MEV (a) em baixo aumento evidenciando o tamanho de grão ao longo da ZTA do substrato revestido com liga de níquel; (b) contornos de grão revelados para padrão de contagem *Cross and Circles*, segundo a norma ASTM E112-13 (ASTM, 2013).

4.4. Caracterização Microestrutural

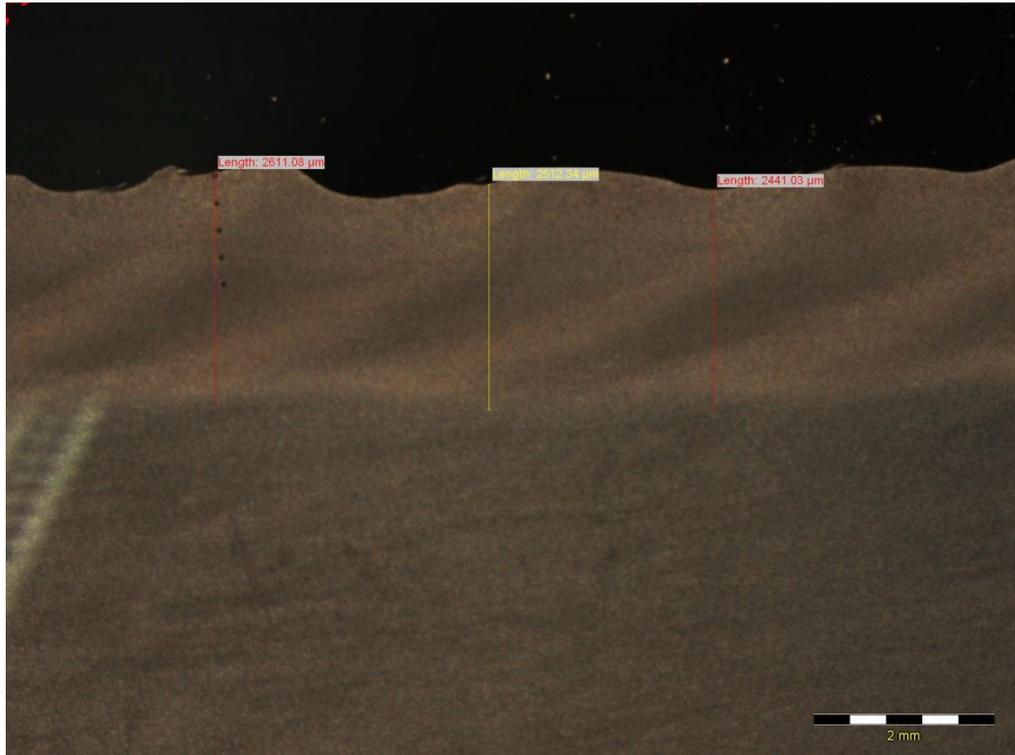
As Figura 34(a,b) mostram fotomicrografias em cortes no sentido transversal das juntas dissimilares entre o substrato de aço 2,25Cr-1Mo e os revestimento de liga de níquel (ERNiCrMo-3) e amanteigamento de aço carbono (ER80D2-S). Para revelar as espessuras das ZTA's formadas após os processos de soldagem com os respectivos revestimentos, foram realizados ataques químicos de Nital (10%) seguido de Villela.

O substrato de aço 2,25Cr-1Mo revestido com liga de níquel (Figura 34(a)), similar ao Inconel 625, foi revestido em duas camadas. A microestrutura do metal de solda (MS) não é revelada com os ataques químicos mencionados, sendo visualizada uma região escura onde se formam ondulações no substrato devido ao processo de soldagem multipasses. Na Figura 34(b) é também possível notar as ondulações causadas na interface entre o substrato e o amanteigamento de aço carbono, com revelação da microestrutura do MS obtido pelo ataque químico acima mencionado.

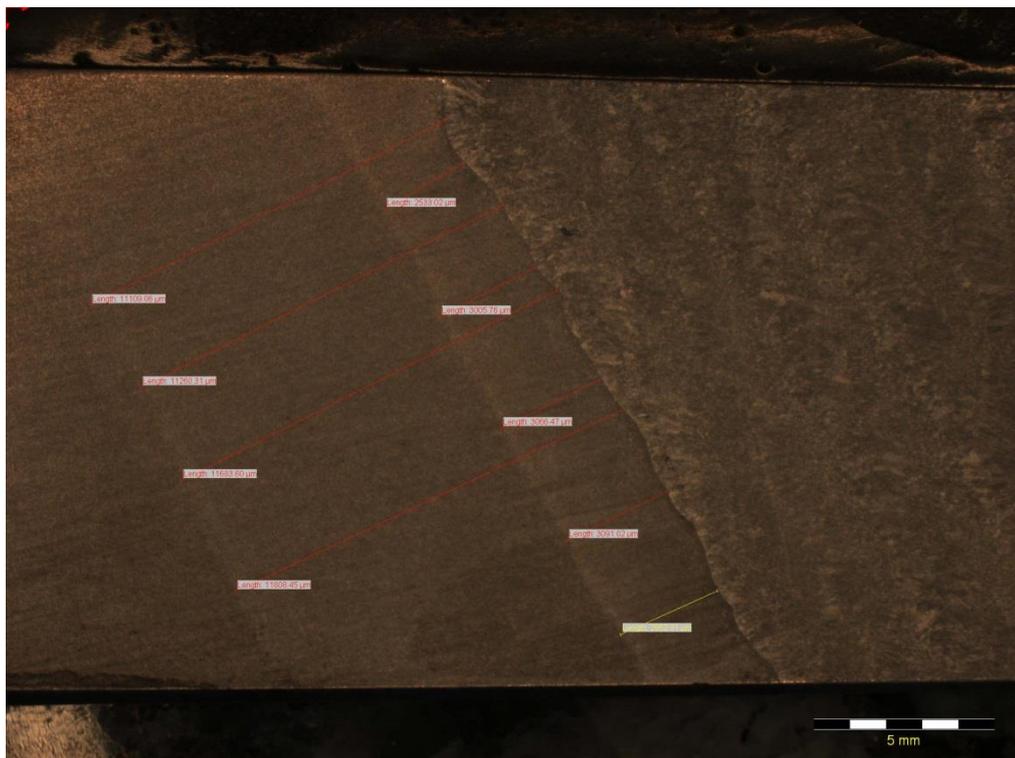
A ZTA revelada em baixa magnitude do aço 2,25Cr-1Mo revestido com liga de níquel tem aproximadamente 2,5 mm, enquanto que a ZTA do mesmo material amanteigado com aço carbono é de 10,2 mm (Figura 34(a,b)). Esta diferença pode ser explicada devido aos distintos parâmetros de soldagem utilizados, como aporte de calor, número de camadas e velocidade de soldagem descritos na **Tabela 7**.

4.4.1. Metal de base

A microestrutura do aço baixa liga 2,25Cr-1Mo normalizado e revenido consiste basicamente de bainita revenida e ferrita proeutetóide (Figura 35(f)) (LAHA et al., 2001) (BUENO, 2008). Este material é resistente à fluência pela existência de solução sólida e por precipitação de carbonetos semicoerentes, finamente dispersos com morfologia acicular do tipo M_2C (Figura 35(h)), dificultando a movimentação de discordâncias (LAHA et al., 2011).



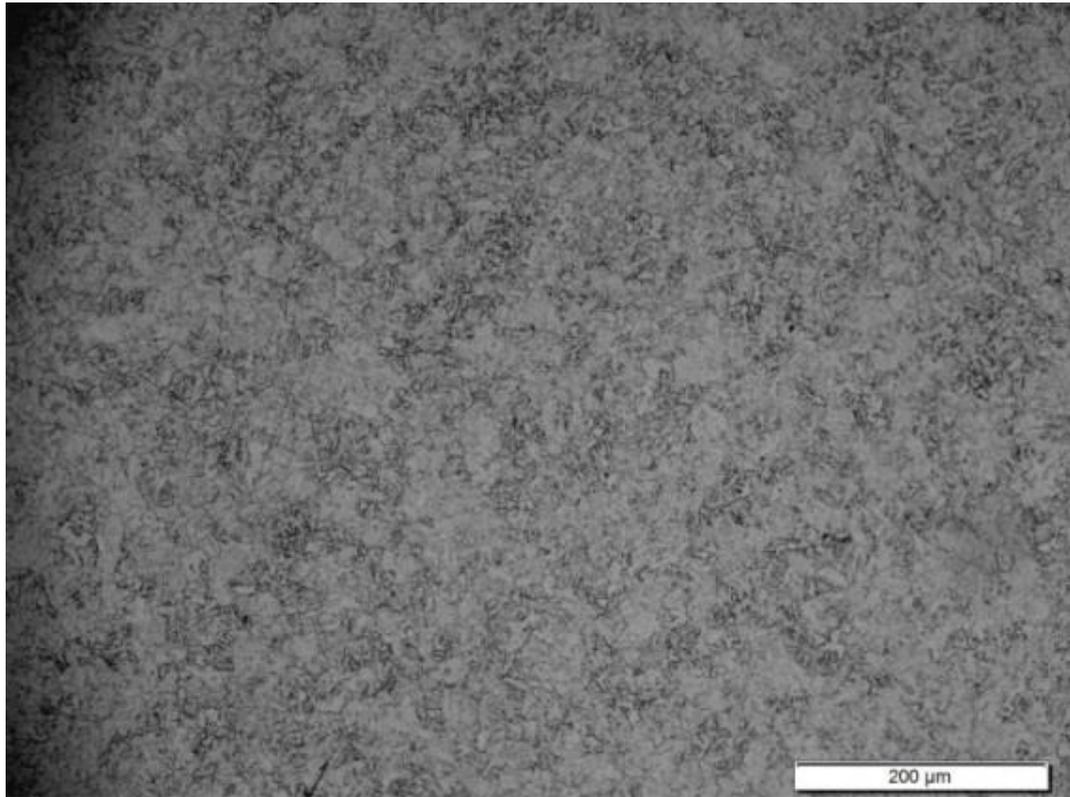
(a)



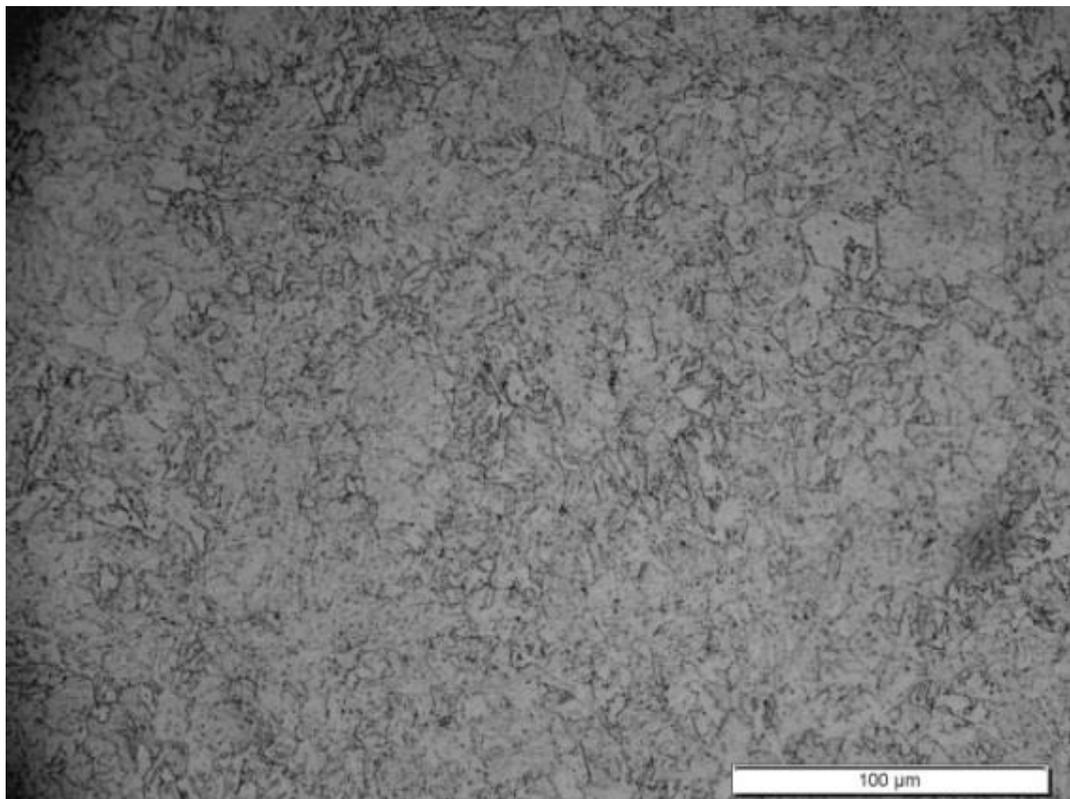
(b)

Figura 34 – Fotomicrografias do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a) liga de níquel e (b) aço carbono, revelando as respectivas espessuras das ZTAs.

Metal de base (MO)

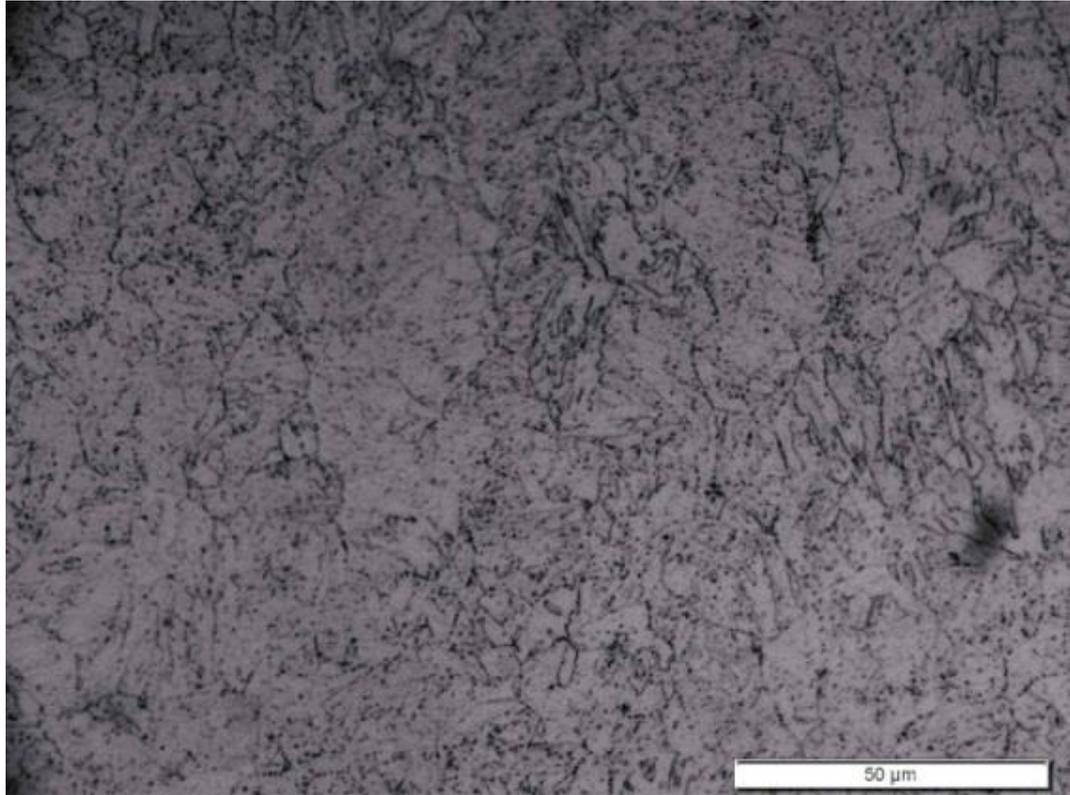


(a)

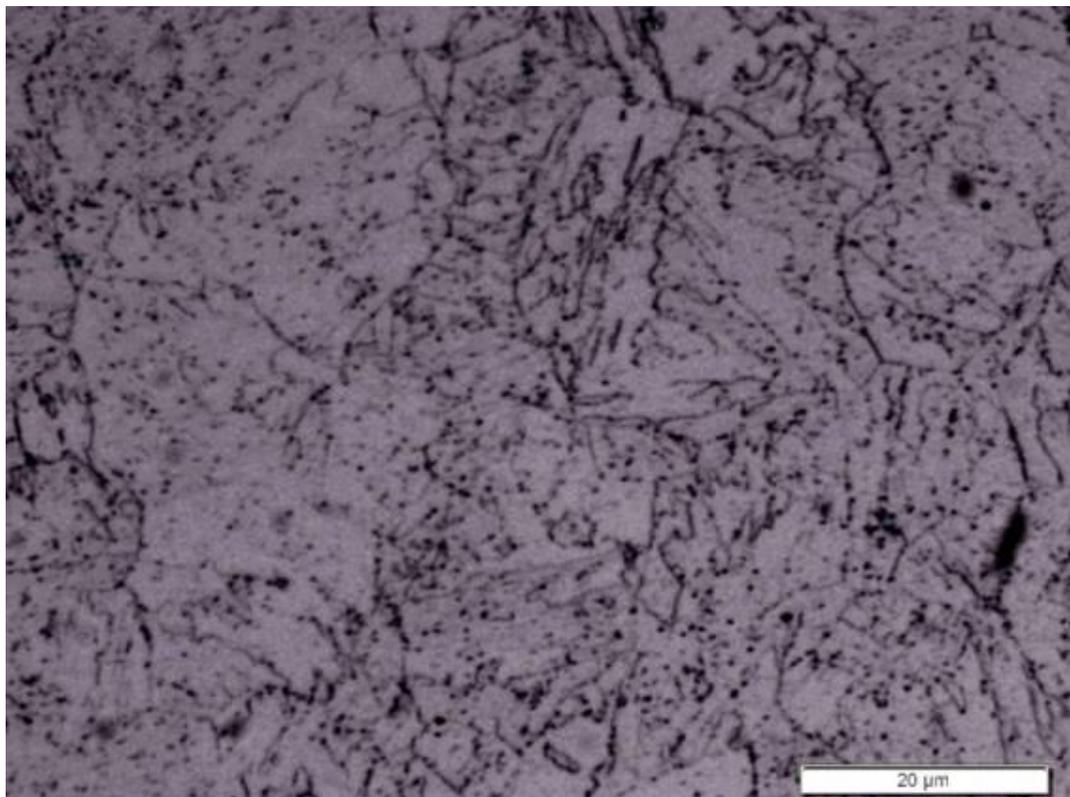


(b)

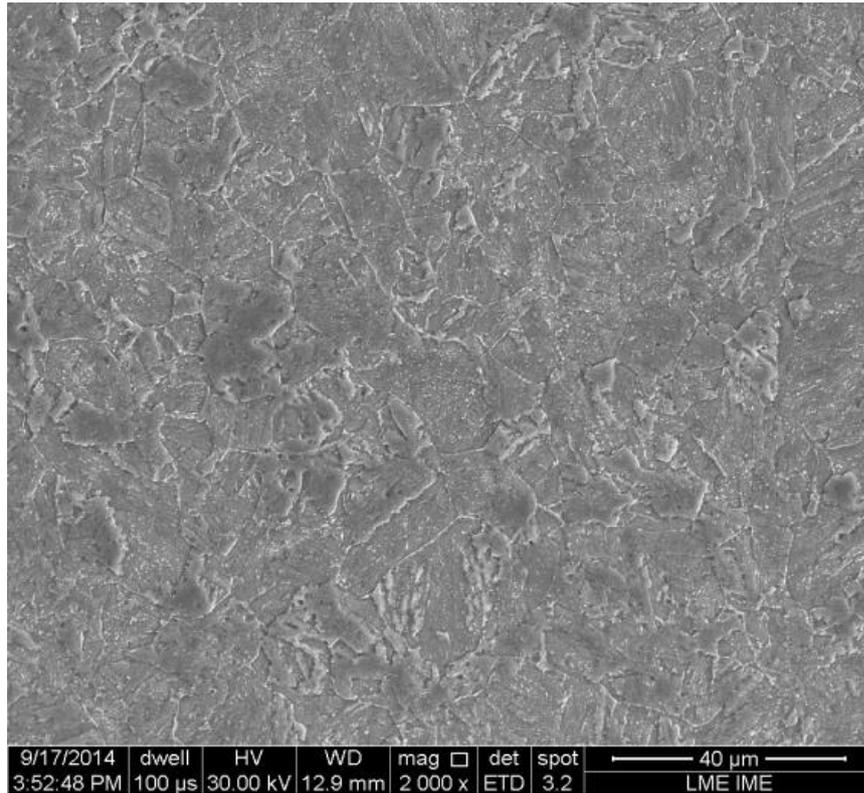
Metal de base (MO)



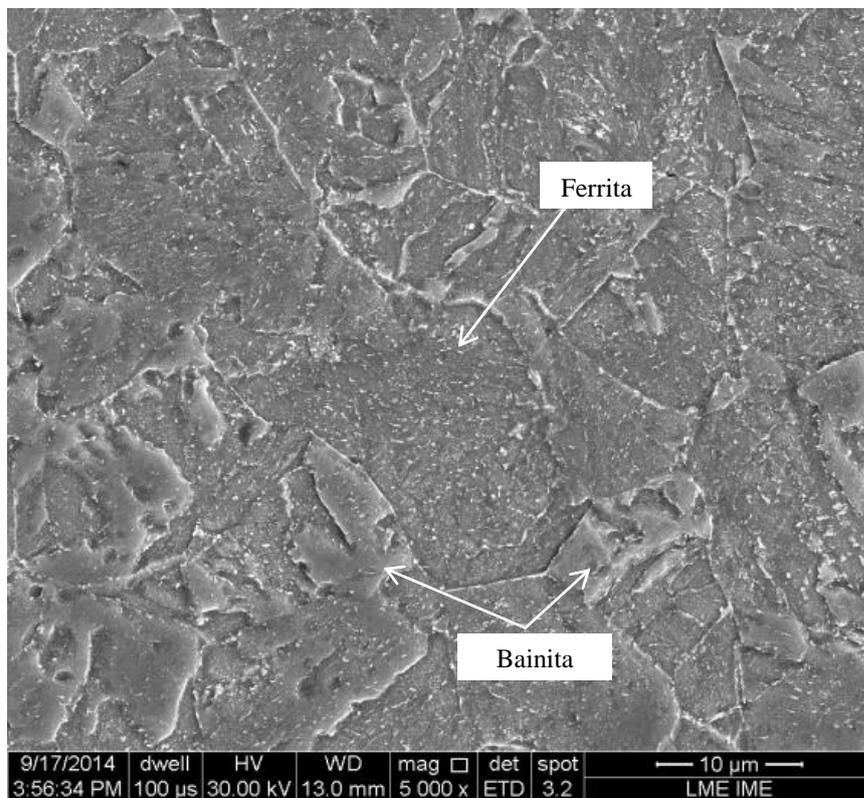
(c)



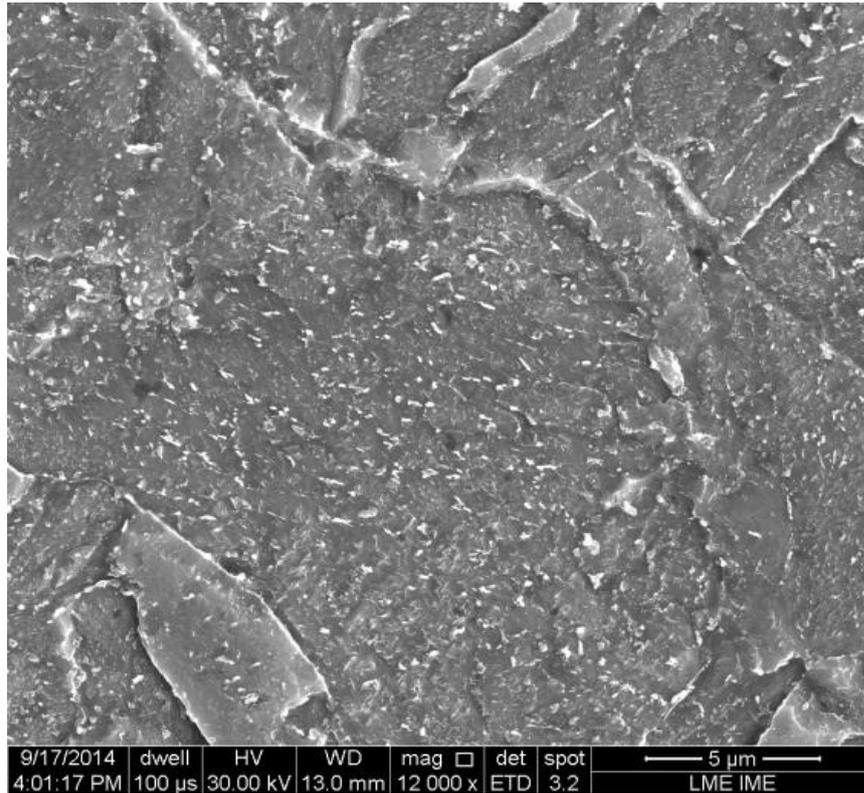
(d)



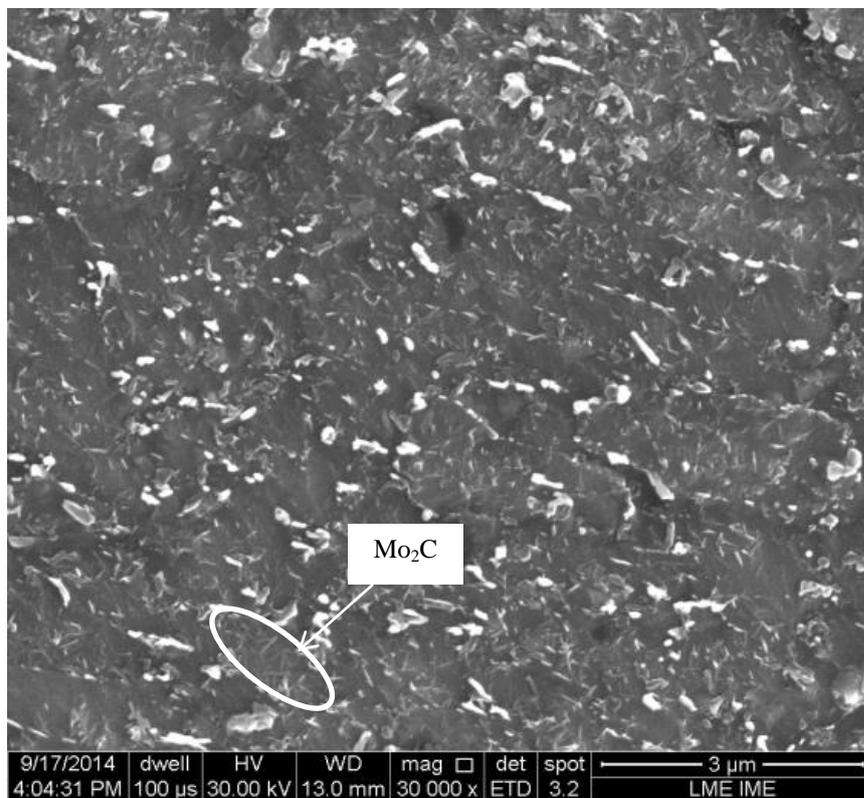
(e)



(f)



(g)



(h)

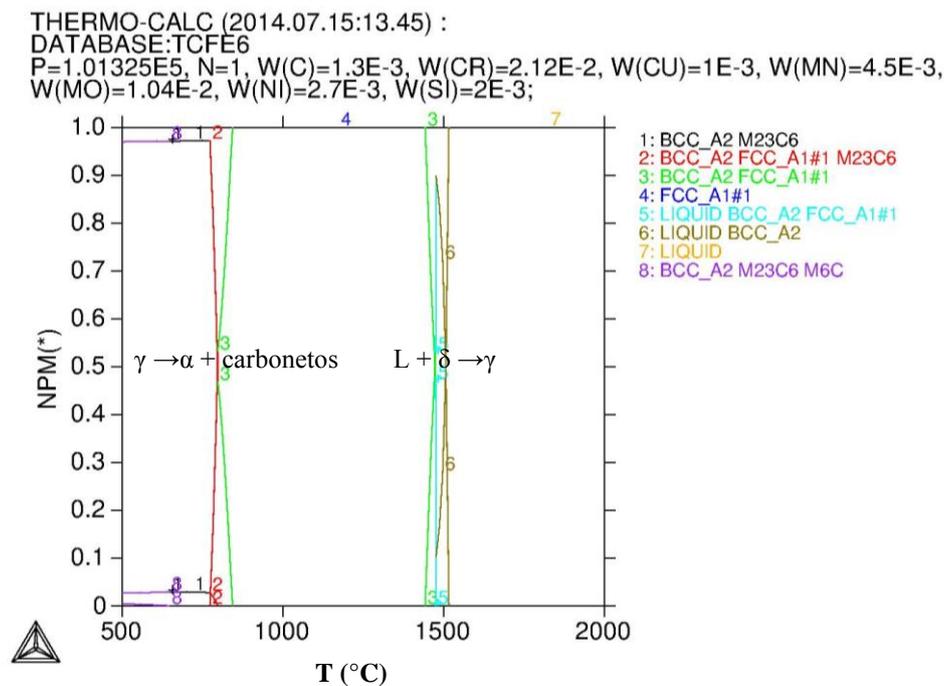
Figura 35 – Substrato do aço 2,25Cr-1Mo; (a-d) MO, (e-h) MEV.

Entretanto, em serviço ou durante tratamentos térmicos, a morfologia, a distribuição e os tipos de carbonetos no aço mudam em função do tempo e da temperatura. Precipitados no aço 2,25Cr-1Mo do tipo Mo_2C são relativamente pouco estáveis na ferrita em elevadas temperaturas, sendo substituídos por Mo_6C , ocorrendo também precipitação de carbonetos do tipo M_7C_3 e M_{23}C_6 ricos em cromo (LAHA et al., 2011) (BAKER et al.; 1959). Segundo Laha *et al.* (LAHA et al., 1990), durante TTPS no metal de base do aço 2,25Cr-1Mo acontece precipitação uniforme de Mo_2C em regiões intragranulares e de Fe_3C nos contornos de grão.

Neste trabalho, foram realizados cálculos utilizando o software Thermo-Calc para simular as fases estáveis do MB do aço 2,25Cr-1Mo a 650°C , cuja composição química está na **Tabela 4**. Tais cálculos resultaram nas seguintes fases (mol %):

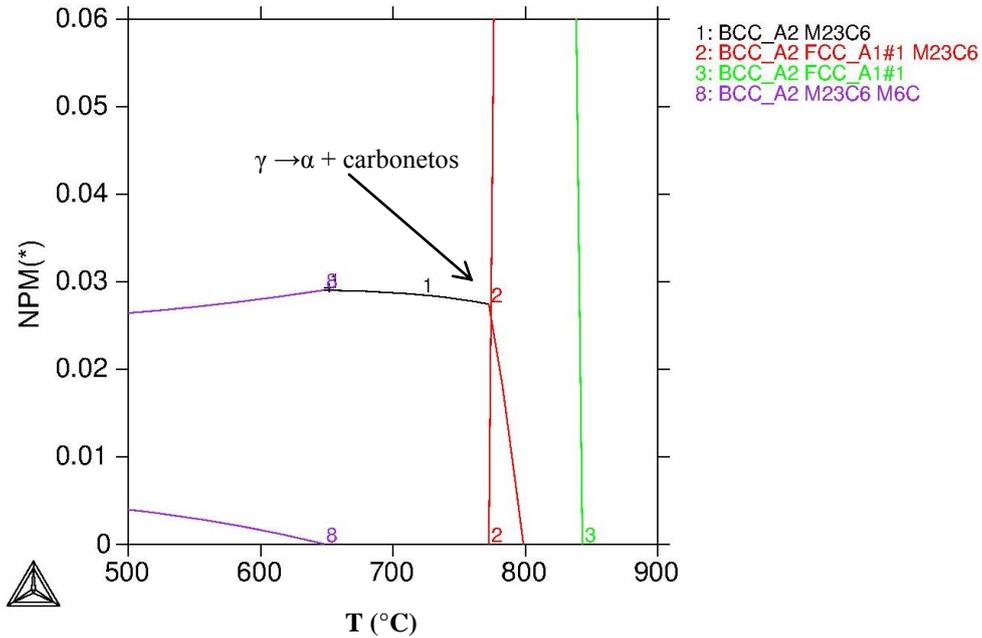
- 1) BCC_A2#1 (ferrita- α): 97,102%
- 2) M23C6#1 (carboneto M_{23}C_6): 2,898%

Os diagramas multifásicos de fração molar (NPM) em função da temperatura são apresentados nas Figuras Figura 36(a,b,c), onde a transformação peritética (Figura 36(c)) ocorre a aproximadamente 1470°C , e a transformação eutetóide, em temperatura inferior a 800°C (Figura 36(b)).



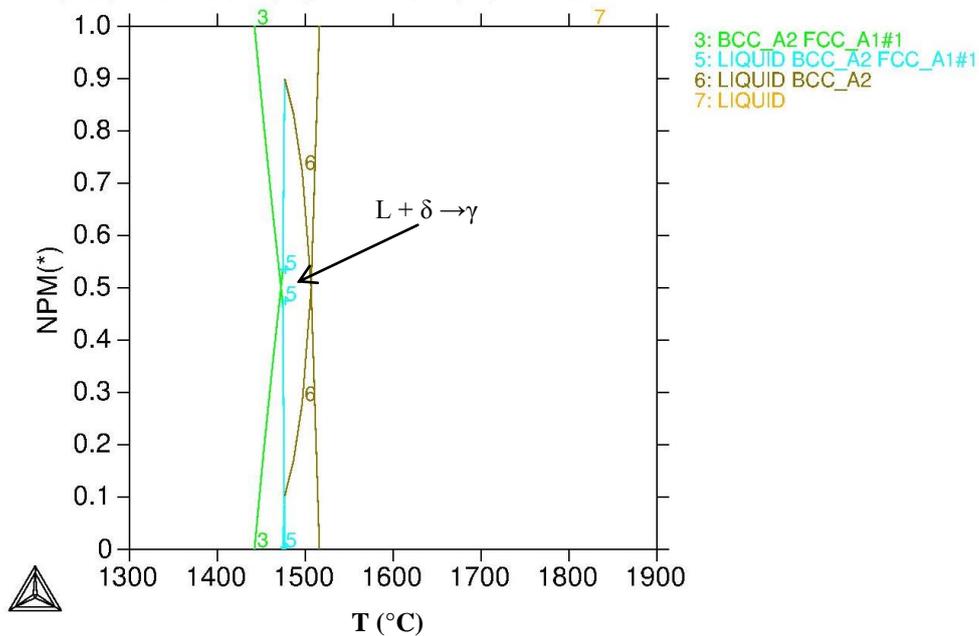
(a)

THERMO-CALC (2014.07.15:13.49) :
 DATABASE:TCFE6
 P=1.01325E5, N=1, W(C)=1.3E-3, W(CR)=2.12E-2, W(CU)=1E-3, W(MN)=4.5E-3,
 W(MO)=1.04E-2, W(NI)=2.7E-3, W(SI)=2E-3;



(b)

THERMO-CALC (2014.07.15:13.55) :
 DATABASE:TCFE6
 P=1.01325E5, N=1, W(C)=1.3E-3, W(CR)=2.12E-2, W(CU)=1E-3, W(MN)=4.5E-3,
 W(MO)=1.04E-2, W(NI)=2.7E-3, W(SI)=2E-3;



(c)

Figura 36 – (a) Diagrama NPM em função da temperatura para as fases de equilíbrio do aço 2.25Cr-1Mo; (b) reação eutetóide; (c) reação peritética.

O diagrama de equilíbrio do aço 2,25Cr-1Mo calculado pelo software Thermo-Calc, mostra que a 650 °C, com 0,13% de teor de carbono contido no aço 2,25Cr-1Mo em estudo, os carbonetos estáveis são do tipo $M_{23}C_6$ e o M_6C .

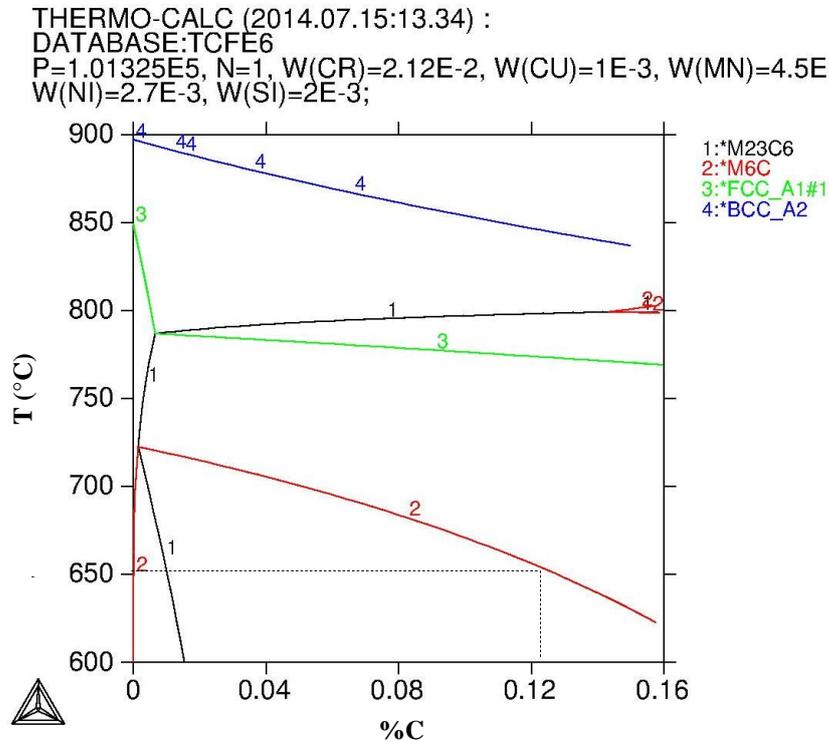


Figura 37 – Diagrama de equilíbrio do aço 2,25Cr-1Mo evidenciando formação de $M_{23}C_6$ e M_6C a 650 °C.

4.4.2. Caracterização da ZTA do aço 2,25Cr-1Mo no estado como soldado

Neste capítulo será realizada uma extensiva caracterização das diferentes regiões da ZTA do substrato revestido com liga de níquel e amanteigado com aço carbono na condição como soldada. As mudanças microestruturais ocorridas ao longo da ZTA são consequência da temperatura de austenitização experimentada por cada região devido ao ciclo térmico de soldagem (ALBERRY et al., 1977) e também como resultado do revenimento durante os passes subsequentes (LAHA et al., 1990).

A ZTA do aço ferrítico 2,25Cr-1Mo consiste em grãos grosseiros (GG) de bainita coalescidos após austenitização, grãos refinados (GF) de bainita e regiões intercríticas (IC) e subcríticas (SC) em uma ordem de distância a partir do limite de fusão da solda para o metal de base (PEDDLE et al., 2000) (LAHA et al., 1990).

Foi observada, em algumas zonas termicamente afetadas do aço 2,25Cr-1Mo, um intenso bandeamento que afeta de forma direta suas características. Na Figura 38 é visível a presença de faixas claras e escuras ao longo da ZTA que são atribuídas ao maior teor de carbono às faixas escuras. Esse efeito foi provavelmente provocado por macrosegregações originadas nas etapas iniciais de fabricação do aço, onde se espera maior dureza nas regiões escuras em detrimento das regiões claras.

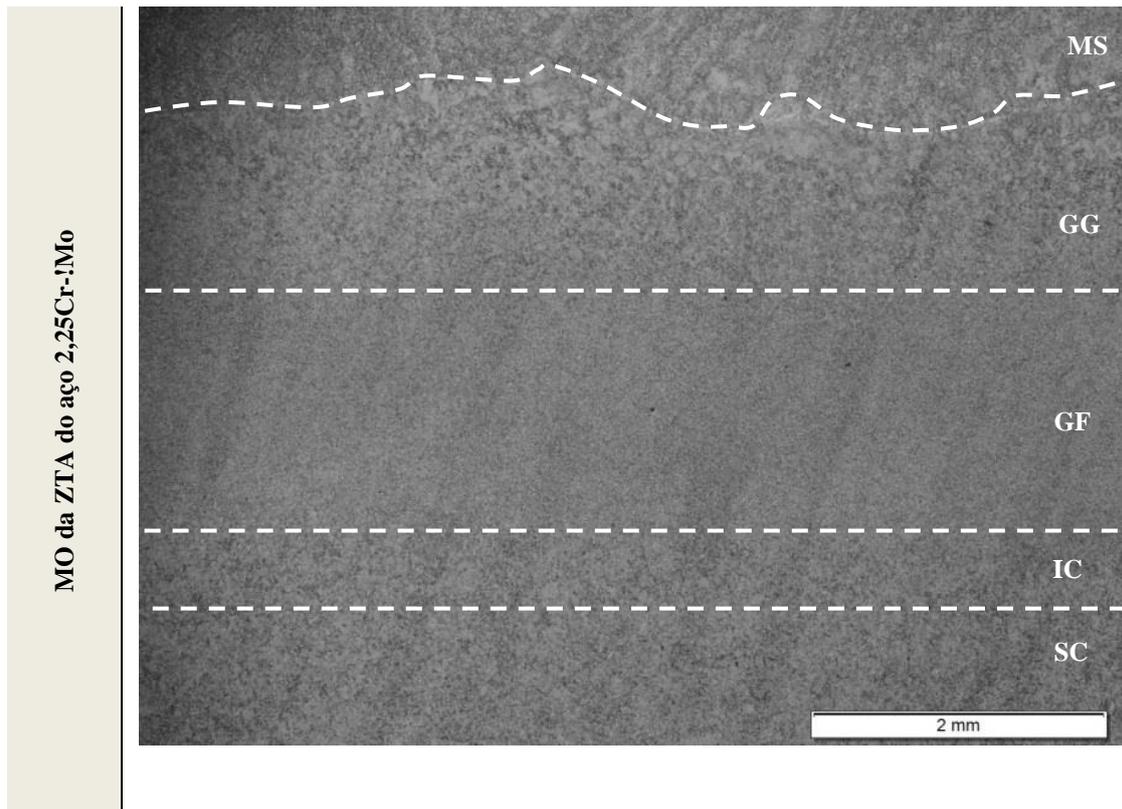


Figura 38 – Bandeamento encontrado na ZTA do aço 2,25Cr-1Mo.

4.1.2.1. Região subcrítica

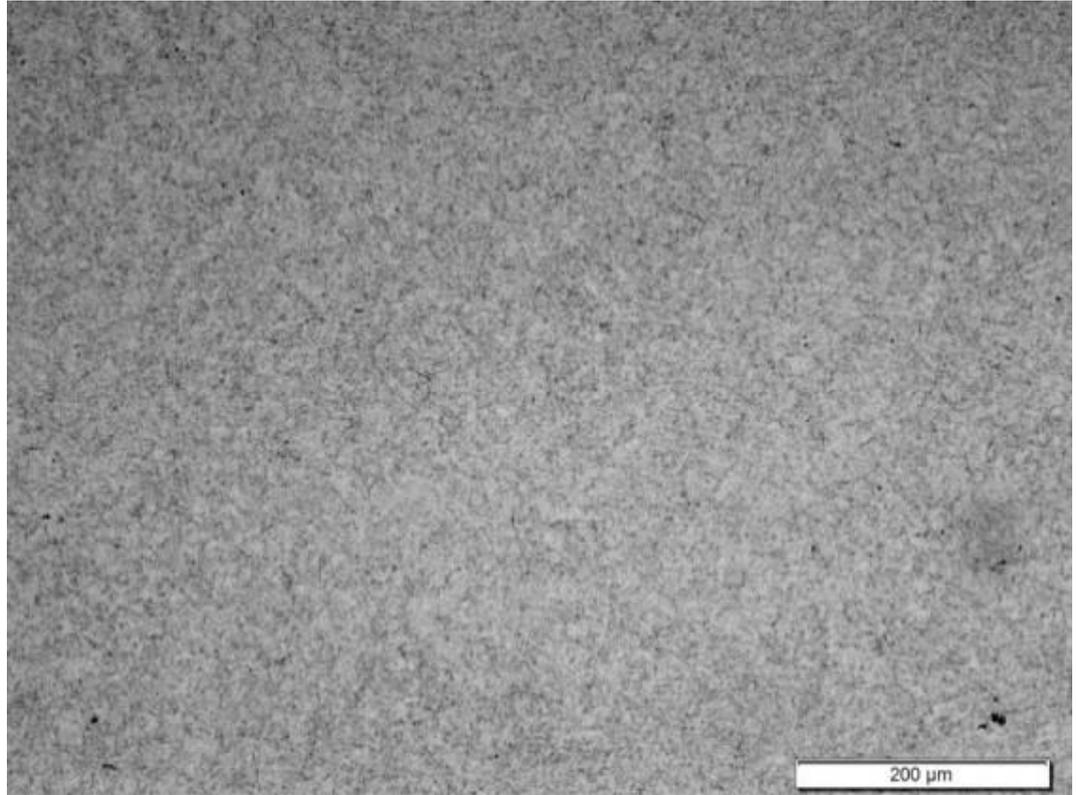
A região subcrítica corresponde ao local da ZTA onde não ocorre austenitização durante o processo de soldagem, atingindo-se temperaturas abaixo de Ac_1 passíveis de revenir e recuperar a microestrutura, como também precipitar e esferoidizar carbonetos. Regiões escurecidas principalmente nos contornos de grão e entre as lamelas de ferrita na região SC do aço 2,25Cr-1Mo amanteigado com ER80S-D2 reforçam a possibilidade de endurecimento por precipitação (Figura 39).

O aço 2,25Cr-1Mo, quando revestido com liga de níquel, apresenta uma microestrutura na região SC similar ao do substrato, composta por bainita revenida e grãos de ferrita com carbonetos de morfologia acicular finamente dispersos na matriz. Estas são características típicas do carboneto M_2C rico em molibdênio (Figura 40). Não foi possível, contudo, identificar a extensão da referida região com as macro/micrografias, tão pouco com o perfil de microdureza onde, adjacente à região intercrítica, o patamar se manteve constante ao nível da dureza do metal de base (MB), Figura 29(a).

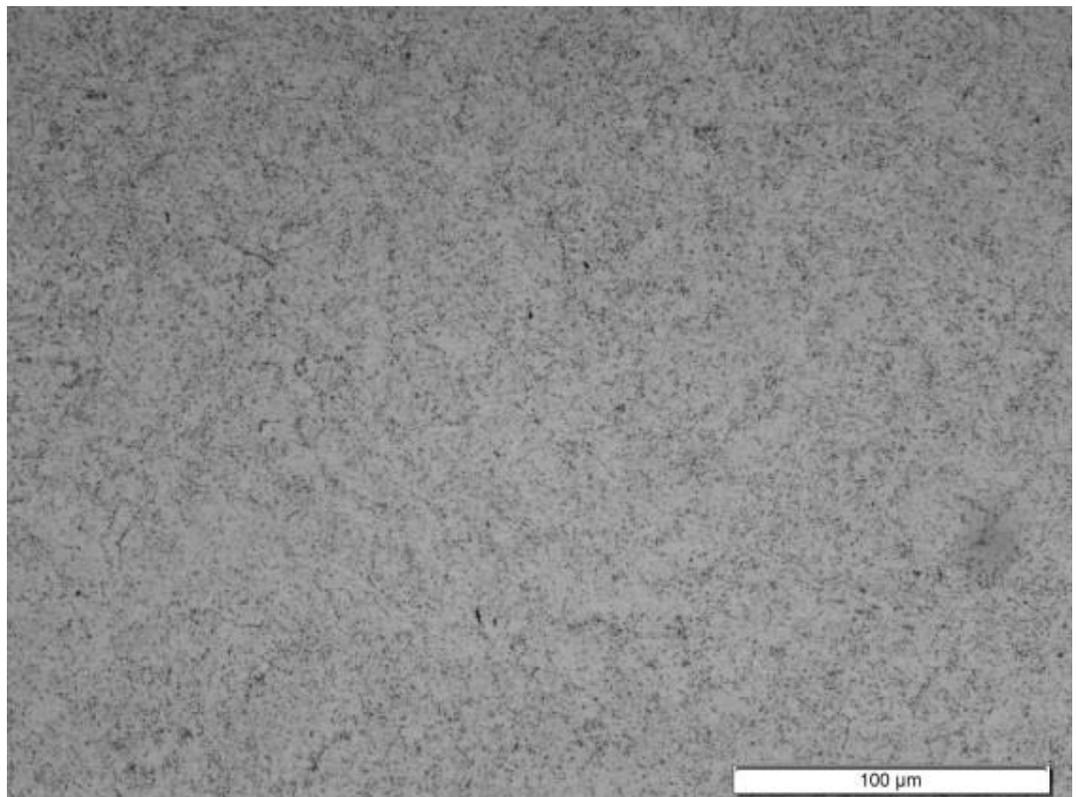
Já a região SC do material amanteigado com aço carbono apresenta espessura de aproximadamente 8 mm (Figura 34(b)). Na Figura 29(b), foi possível medir maior dureza nesta região em relação ao MB possivelmente ocasionada pela precipitação e esferoidização de carbonetos. Vê-se também, na Figura 29(b), que a temperatura máxima alcançada durante a soldagem em cada região da ZTA do material amanteigado atinge temperaturas superiores, exceto próximo à LF, e em maior extensão que o material revestido com liga de níquel.

Região SC – ERNiCrMo-3

(2470 μm da LF)



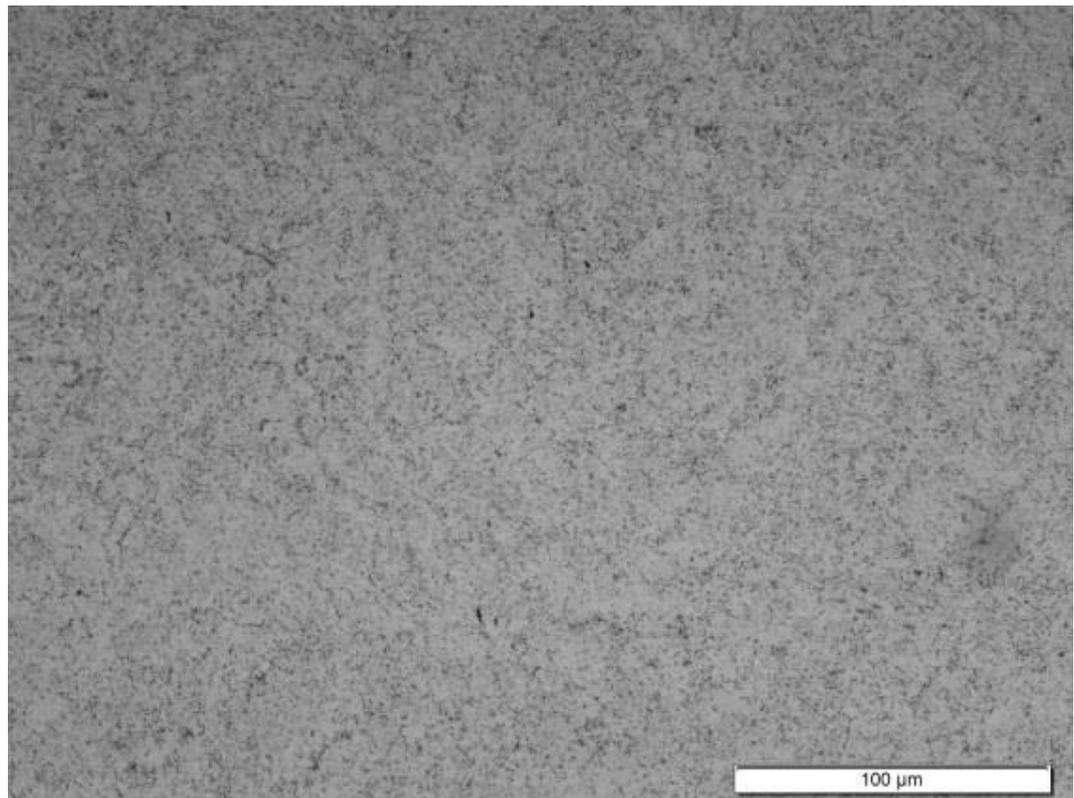
(a)



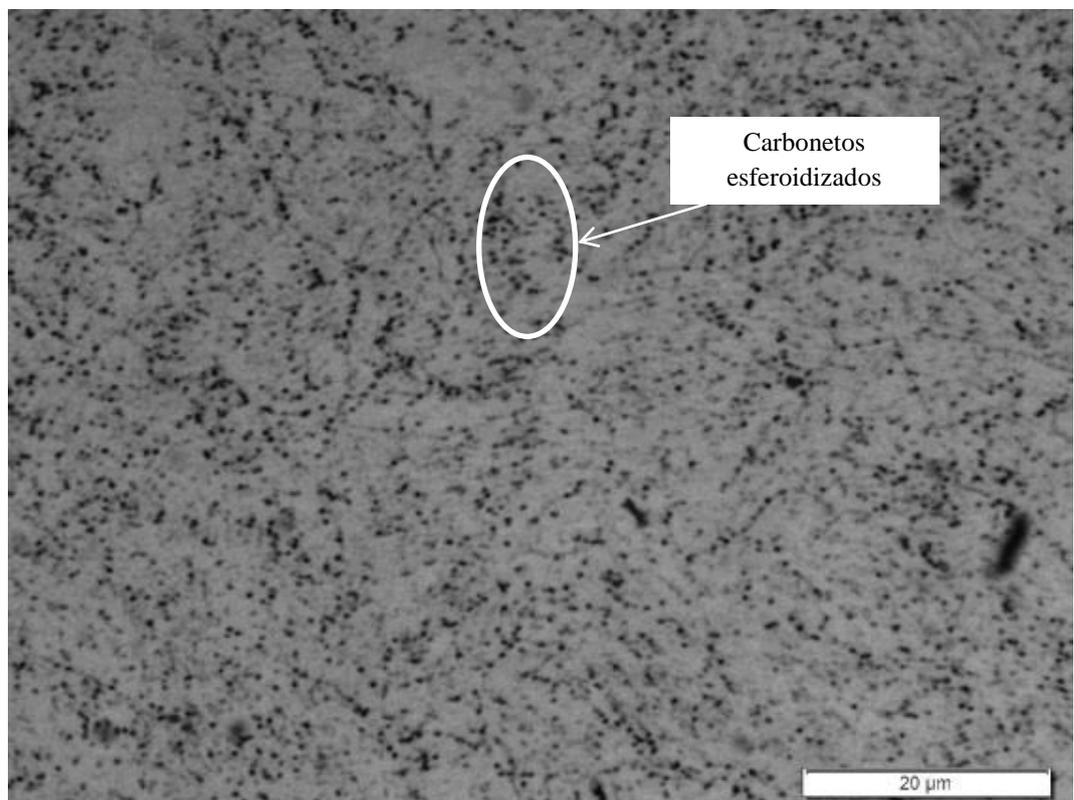
(b)

Região SC – ERNiCrMo-3

(2470 µm da LF)

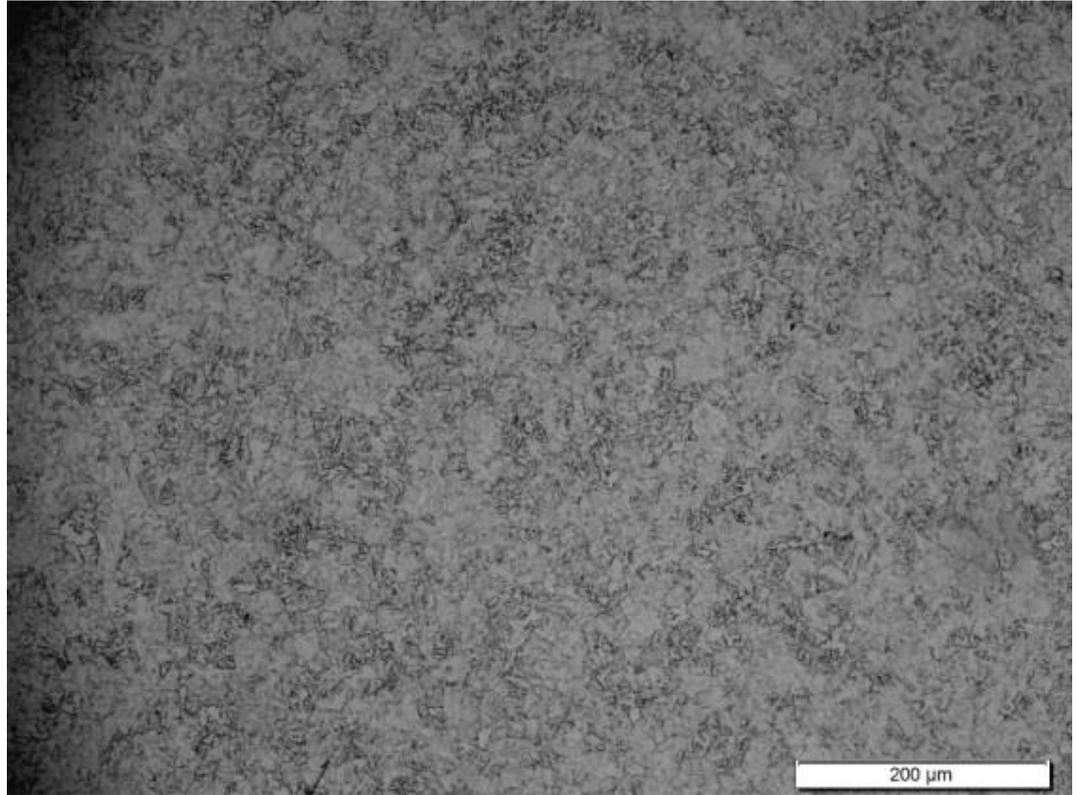


(c)

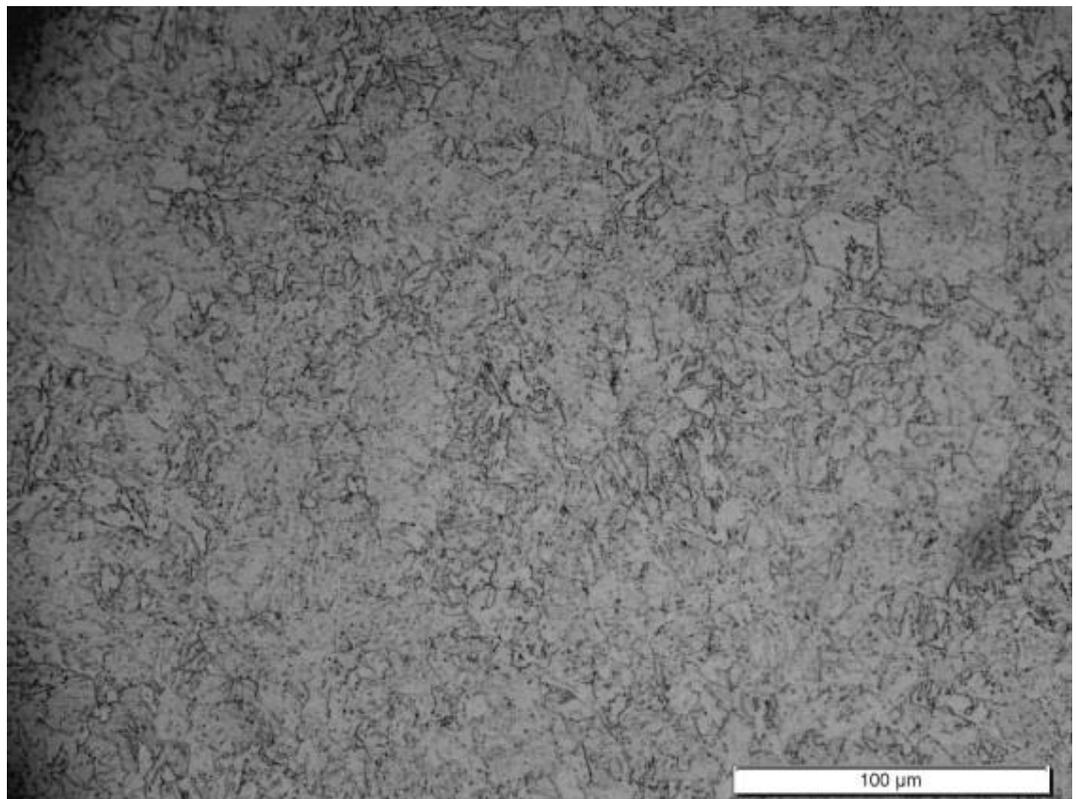


(d)

Região SC – ER80S-D2
(4000 µm da LF)



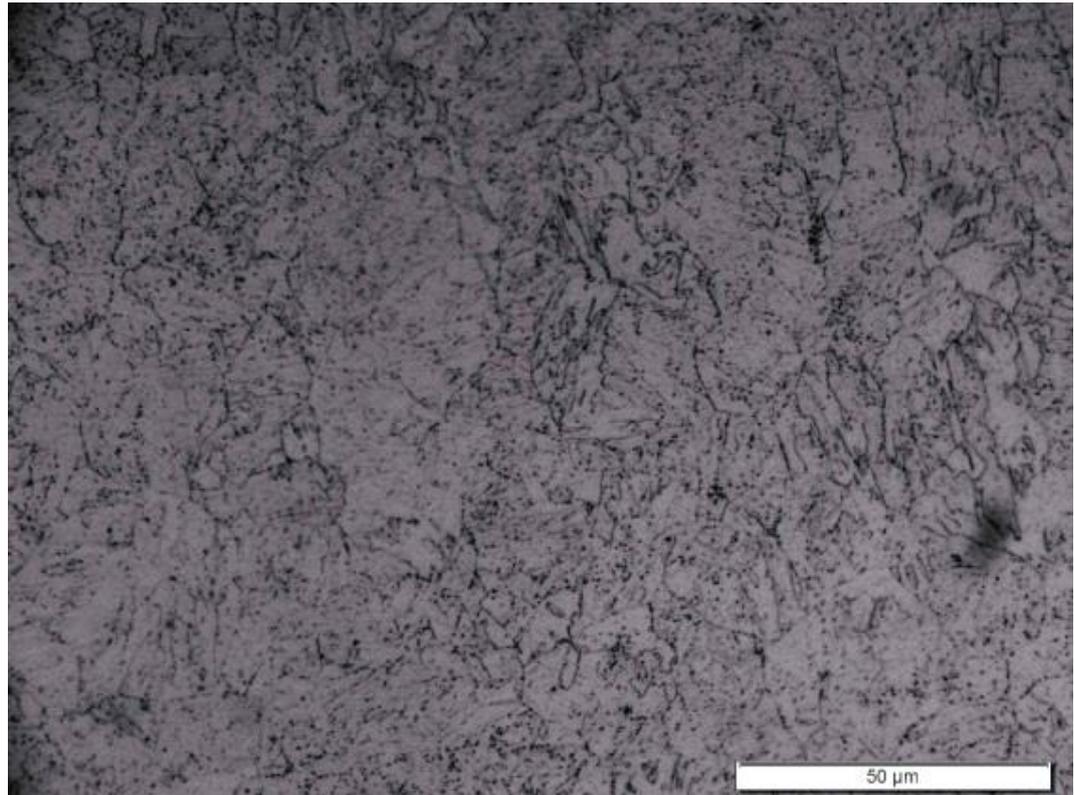
(e)



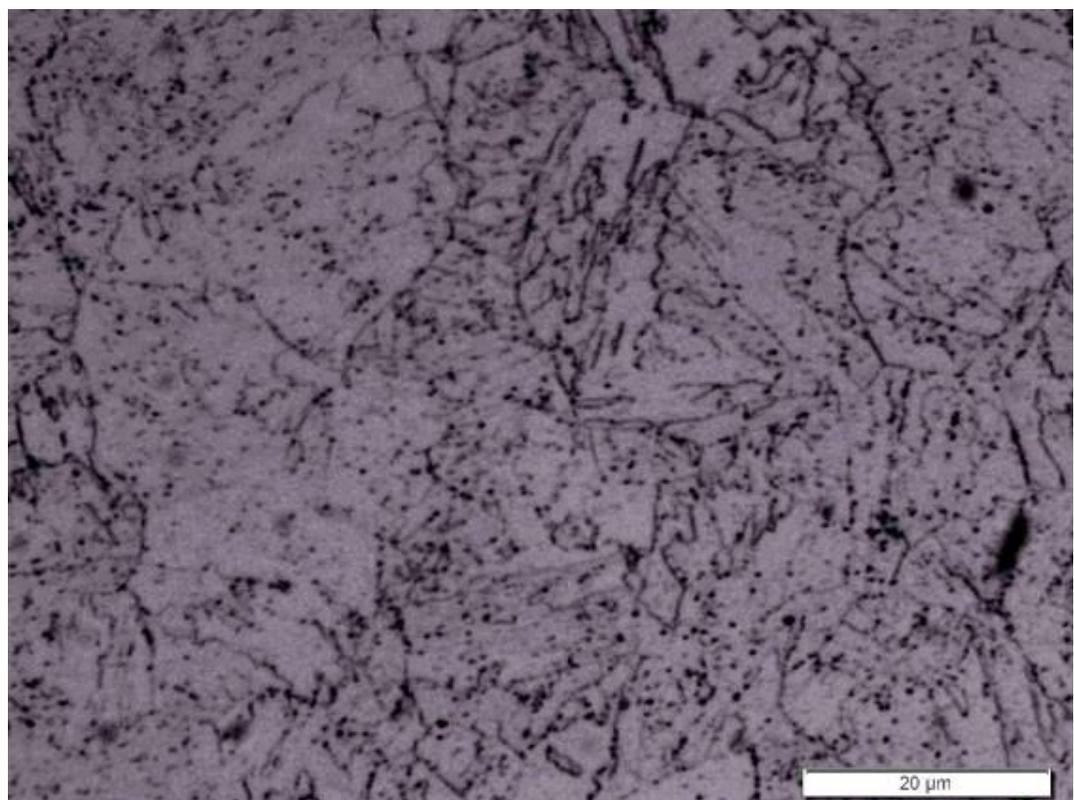
(f)

Região SC – ER80S-D2

(4000 μm da LF)



(g)

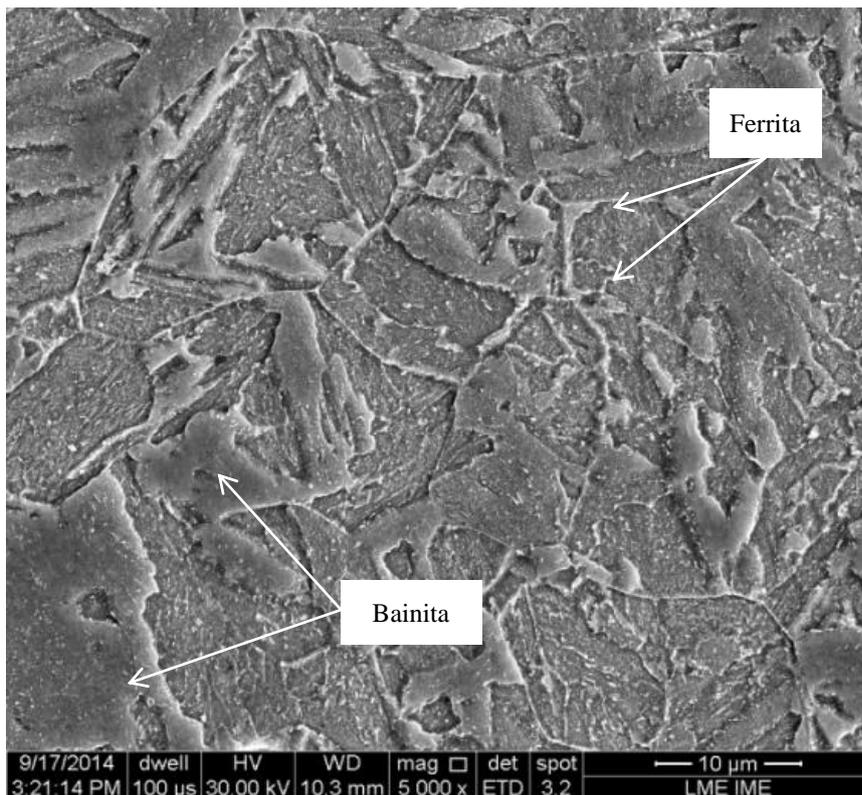


(h)

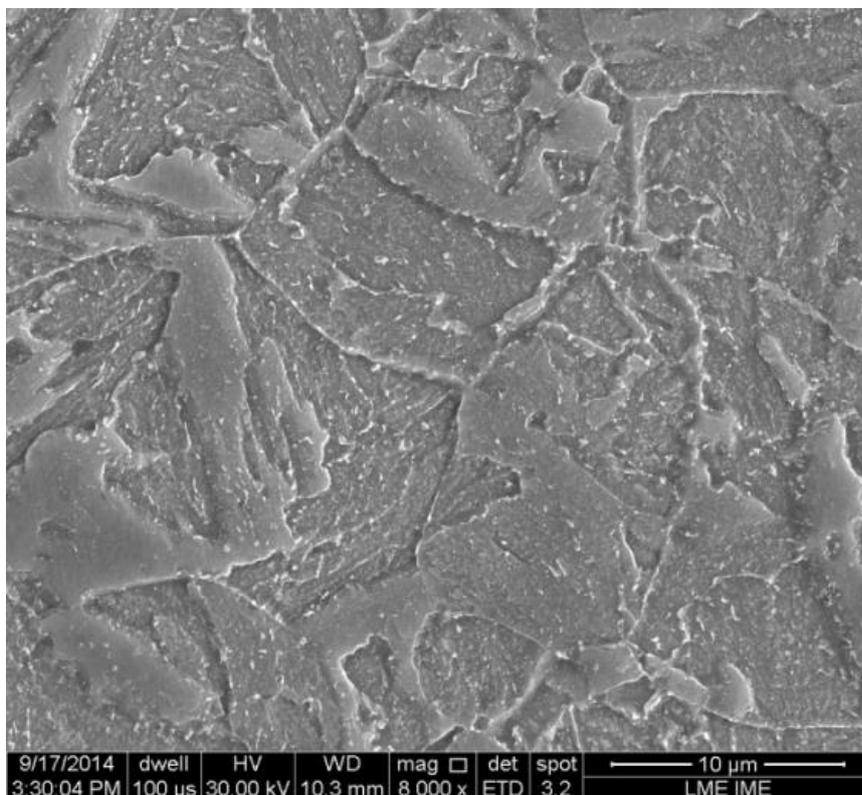
Figura 39 – MO em diferentes magnitudes da região subcrítica do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.

Região SC- ERNiCrMo-3

(2470 μm da LF)



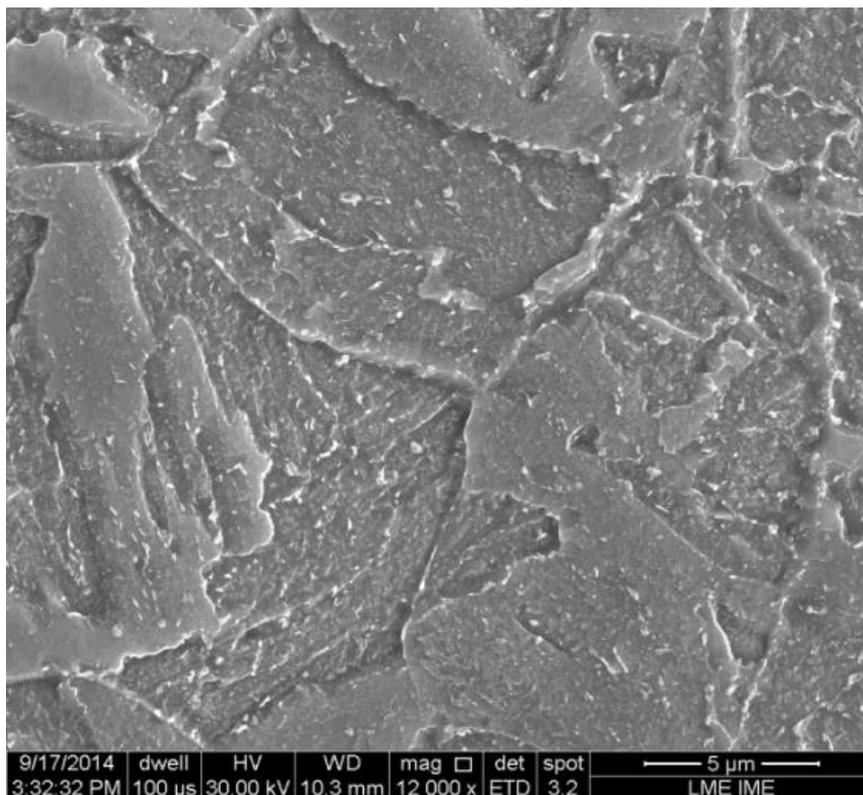
(a)



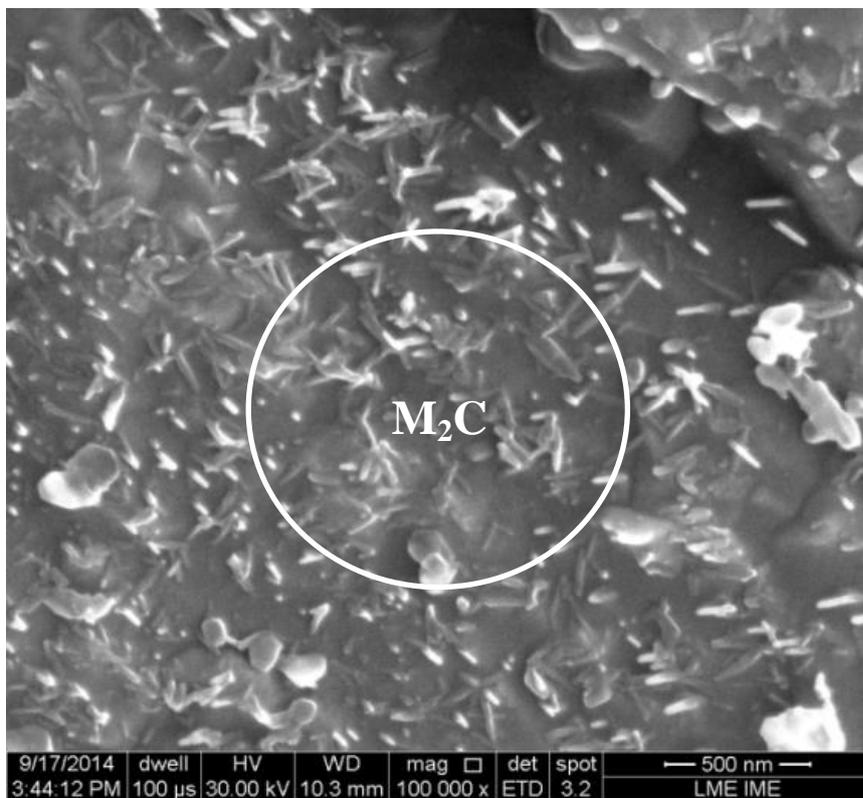
(b)

Região SC- ERNiCrMo-3

(2470 μm da LF)



(c)



(d)

Figura 40 – MEV em diferentes magnitudes da região subcrítica do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel.

4.1.2.2. Região Intercrítica

A região intercrítica alcança temperaturas entre Ac_1 e Ac_3 , gerando uma microestrutura bimodal de ferrita (α) e bainita revenida, não austenitizada pelo processo de soldagem, e austenita transformada em bainita e/ou martensita, relacionadas com a velocidade de resfriamento e com a composição química do material (SAGHAFIFAR, 2011). Dissolução e coalescimento de carbonetos, bem como redução na densidade de discordâncias são esperadas na região intercrítica durante o ciclo térmico de soldagem e no revenimento da microestrutura causado pelos passes subsequentes.

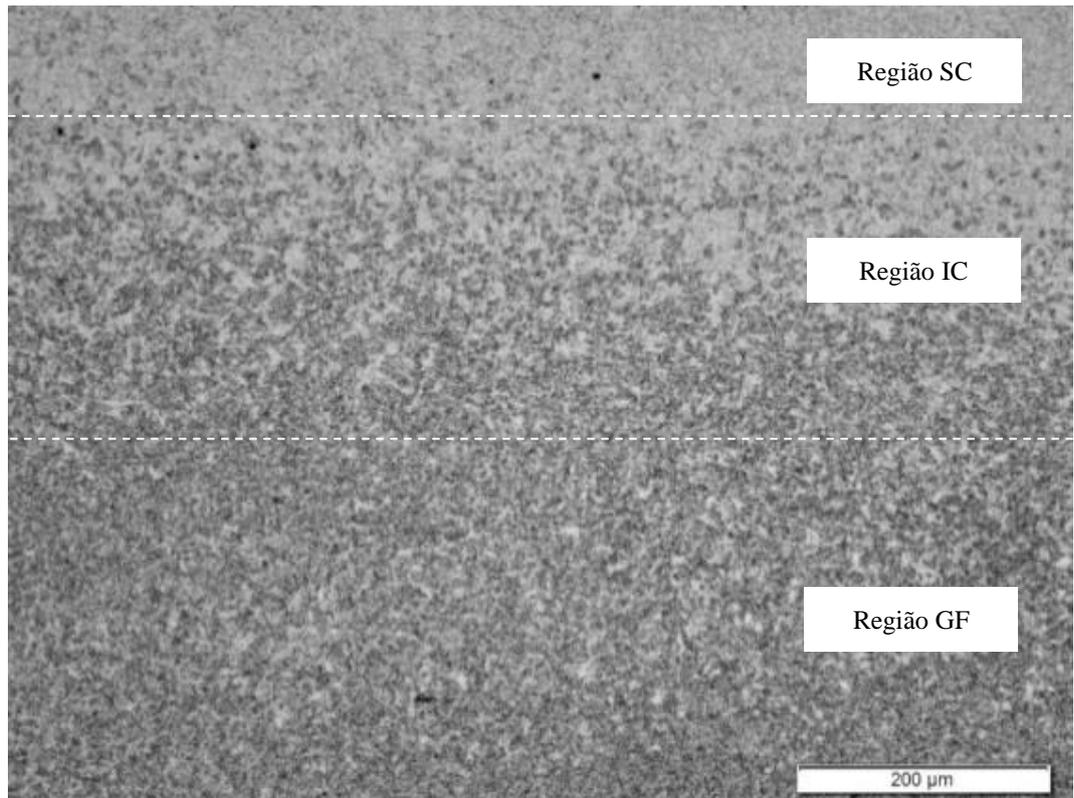
O trabalho de Smith *et al.* (SMITH *et al.*, 1970) diz não encontrar carbonetos do tipo M_2C na região intercrítica do aço 2,25Cr-1Mo. De acordo com Lundin *et al.* (LUNDIN *et al.*, 1987), durante o aquecimento no processo de soldagem, ocorre difusão de carbono da ferrita para a austenita devido a atividade deste elemento ser maior na austenita. Com isto, há dissolução dos carbonetos Mo_2C e precipitação de $M_{23}C_6$ ou M_7C_3 .

A Figura 41 distingue claramente as regiões que foram completamente reaustenitizadas (escuras) das demais não transformadas (claras) com grãos de ferrita. O aumento, em área, da quantidade de ferrita é notado quanto mais distante da LF em detrimento à diminuição da microestrutura escurecida. Para o substrato revestido com liga de níquel isto ocorre a aproximadamente 2100 μm de distância da LF, enquanto que no amanteigamento com aço carbono a região IC está aproximadamente a 3185 μm .

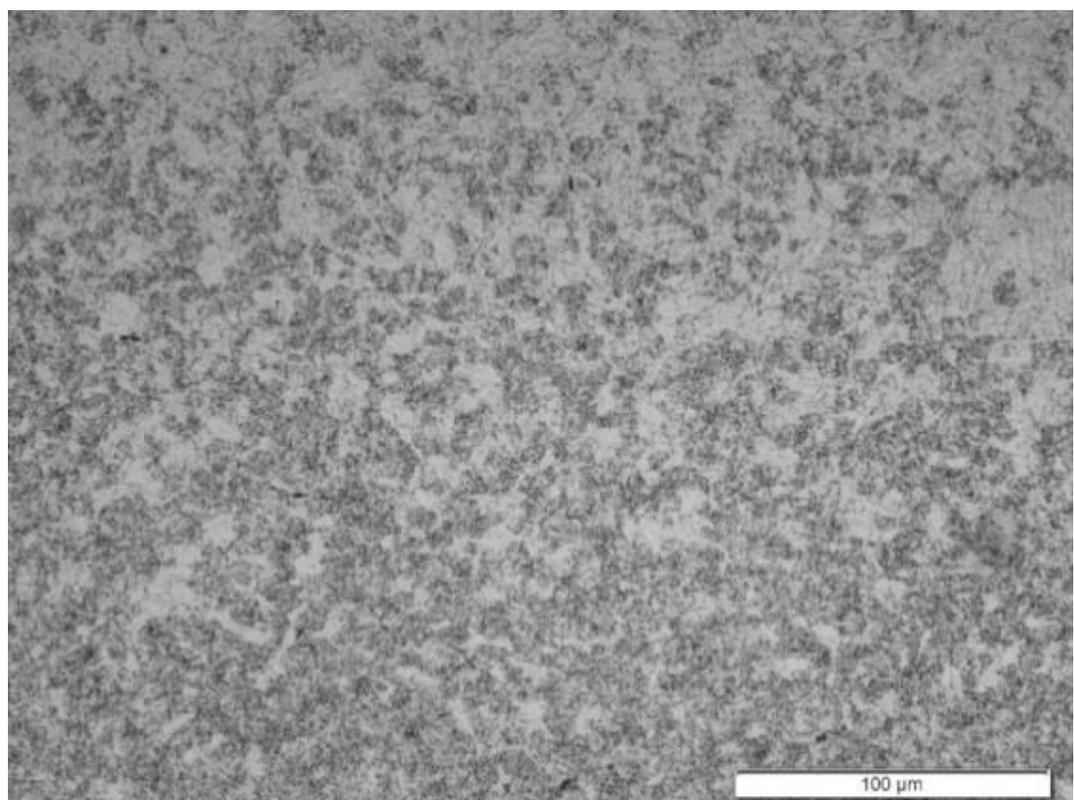
Em maiores aumentos, Figura 42, é possível observar que os locais que foram preferencialmente austenitizados pelos ciclos térmicos do processo de soldagem se encontram sobre a bainita revenida e no com torno de grão da ferrita, sendo que seu interior permaneceu inalterado. Isto se deve a bainita e o CG serem mais saturados em elementos de liga, diminuindo a temperatura Ac_3 .

Região IC – ERNiCrMo-3

(2100 μm da LF)



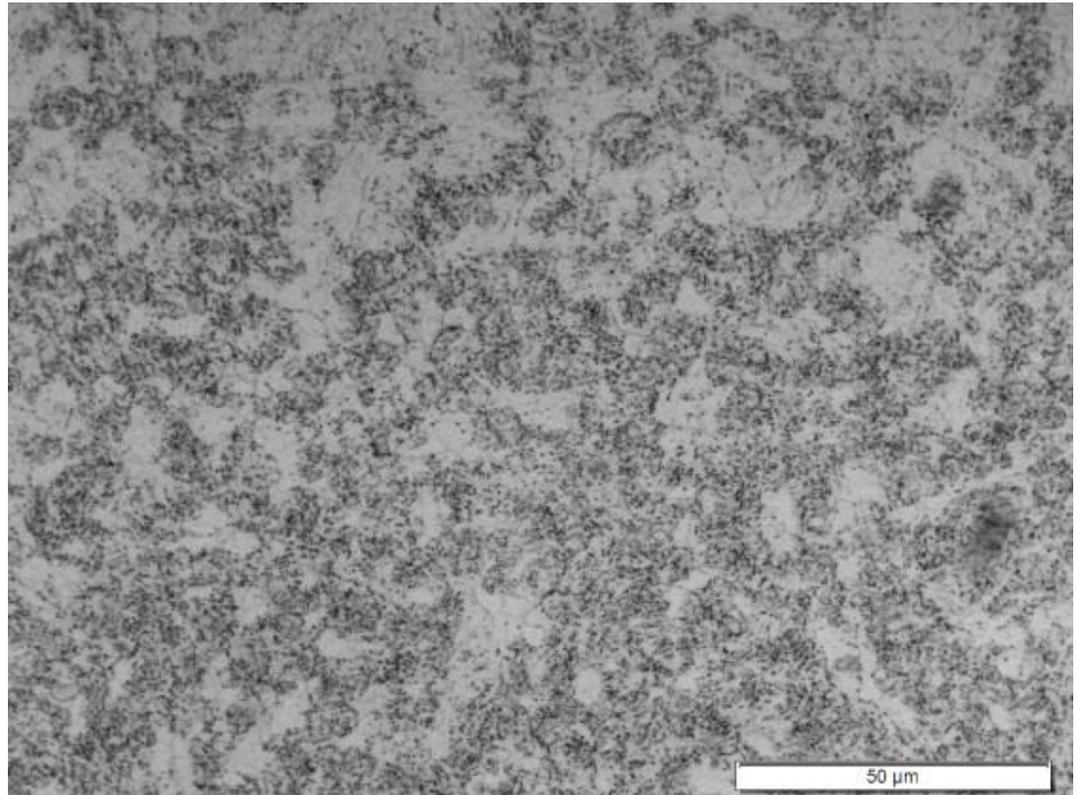
(a)



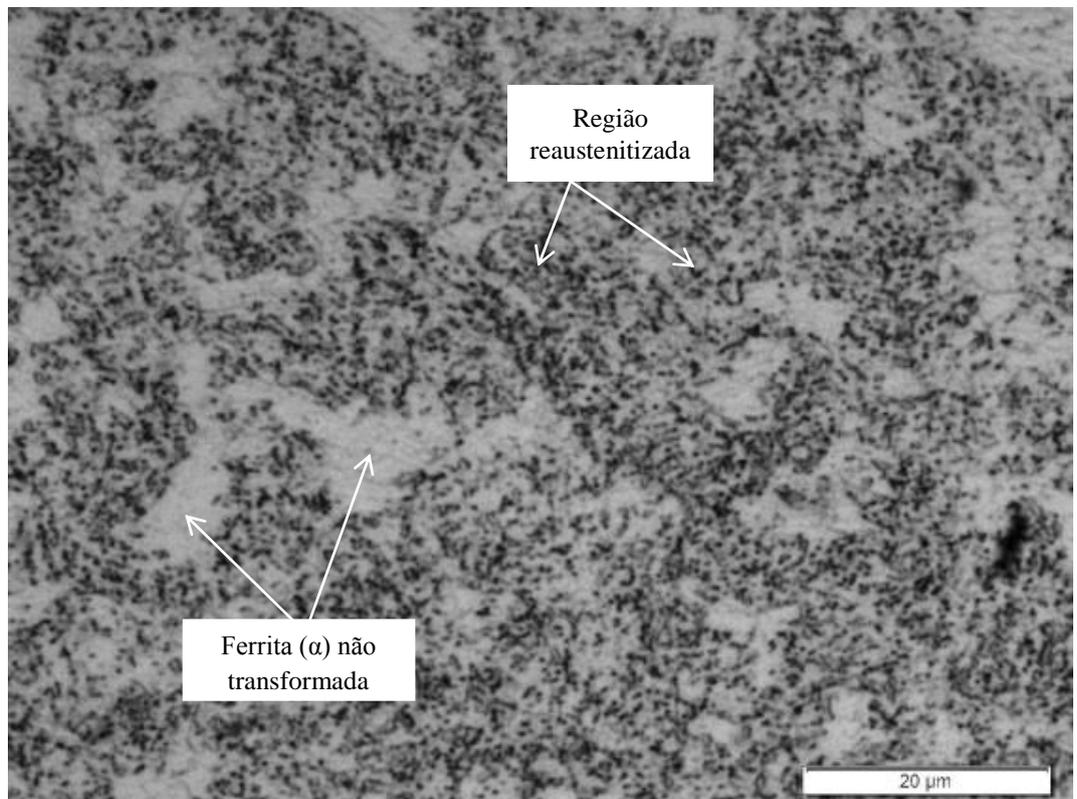
(b)

Região IC – ERNiCrMo-3

(2100 μm da LF)



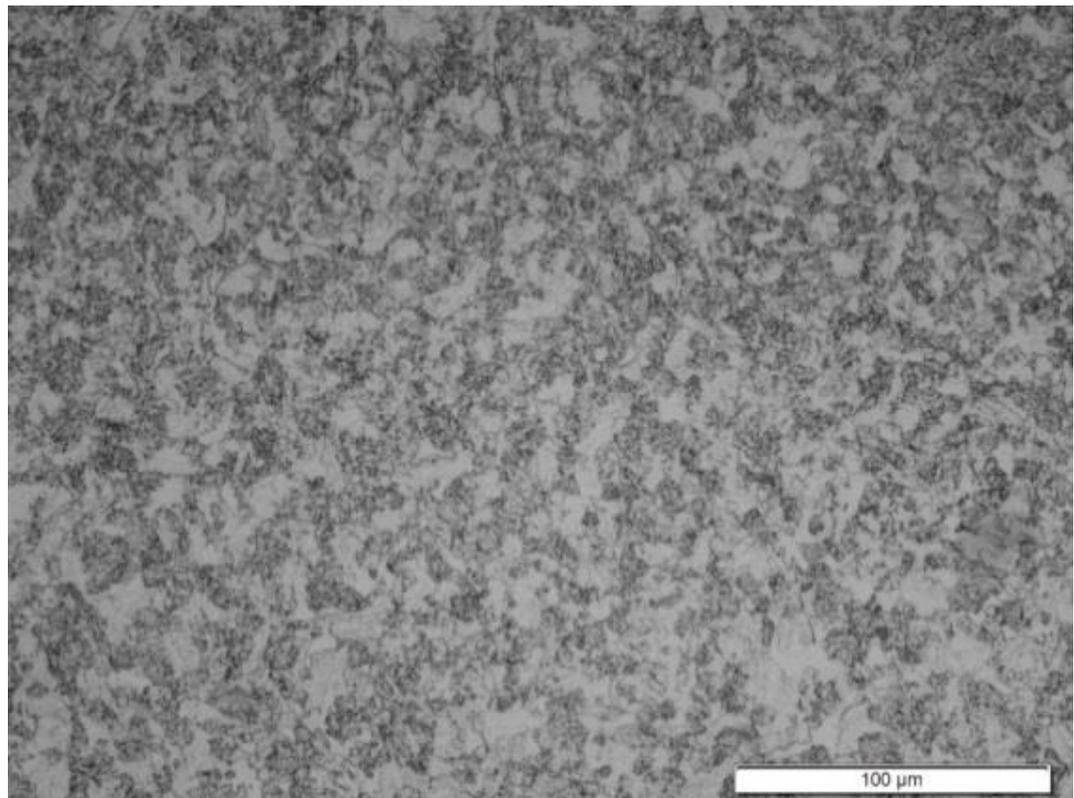
(c)



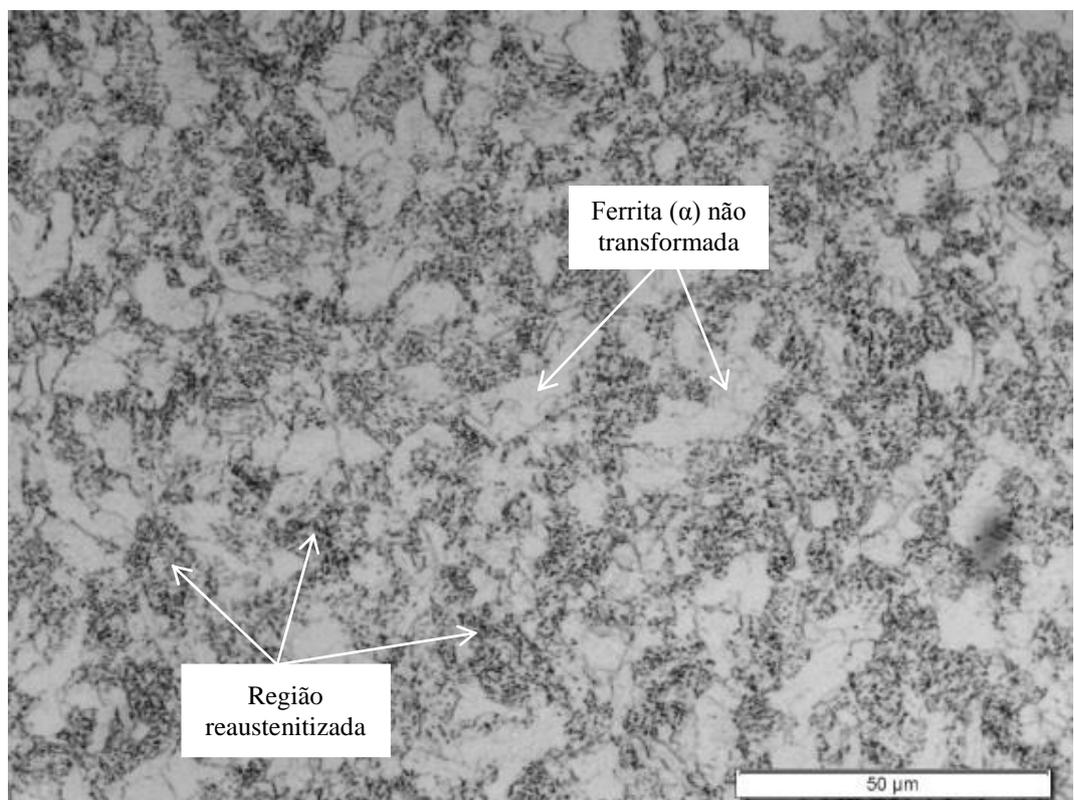
(d)

Região IC – ER80S-D2

(3185 μm da LF)



(e)

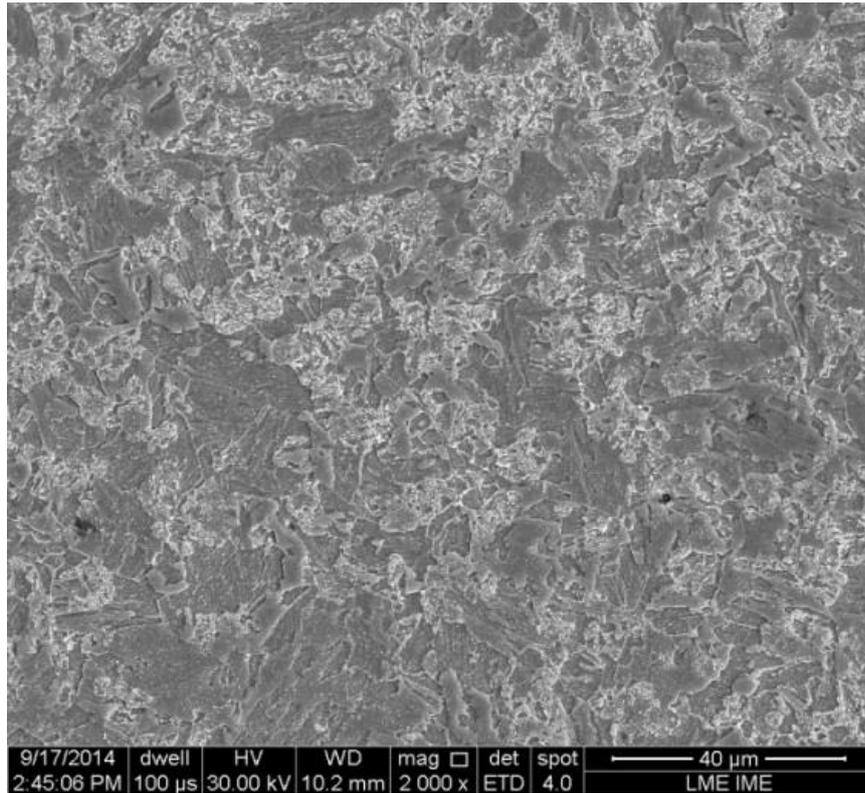


(f)

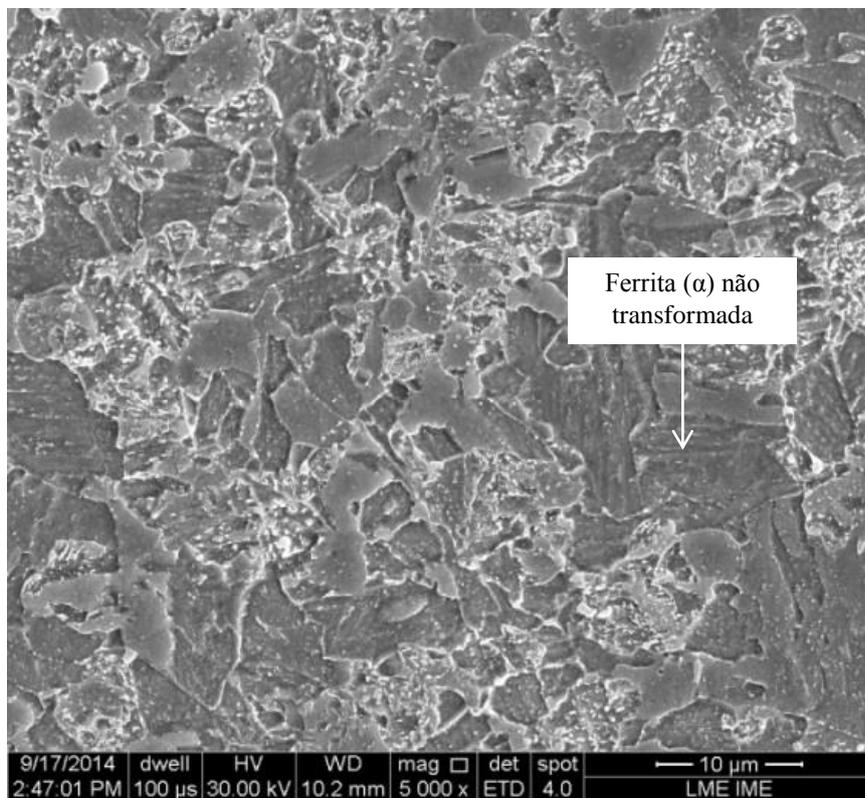
Figura 41 – MO em diferentes magnitudes da região intercrítica do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a-d) liga de níquel e (e,f) aço carbono.

Região IC- ERNiCrMo-3

(2.100 μm da LF)



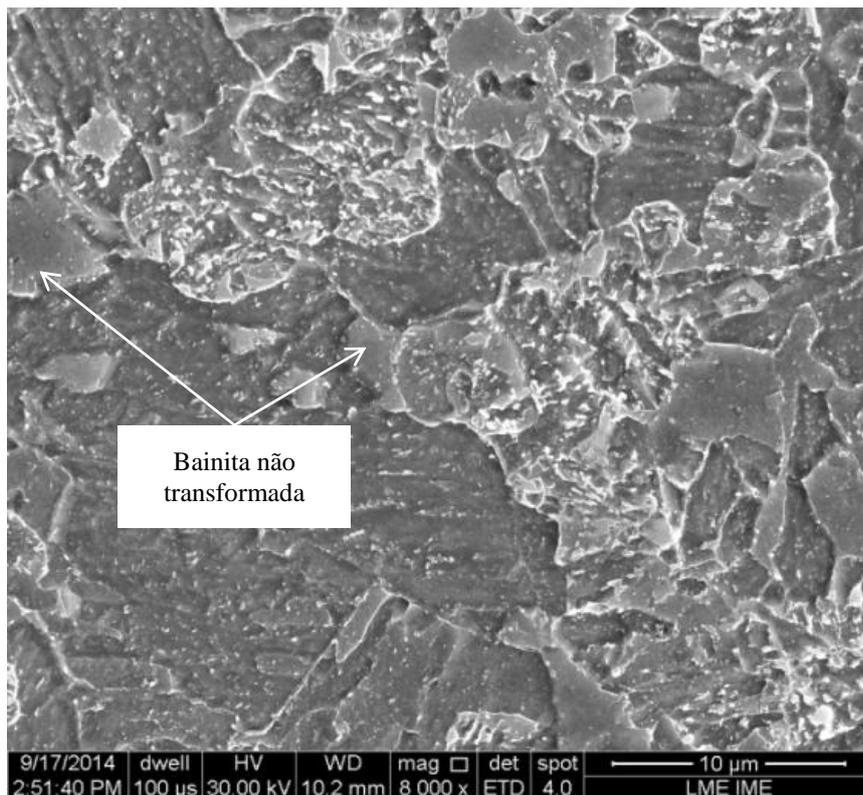
(a)



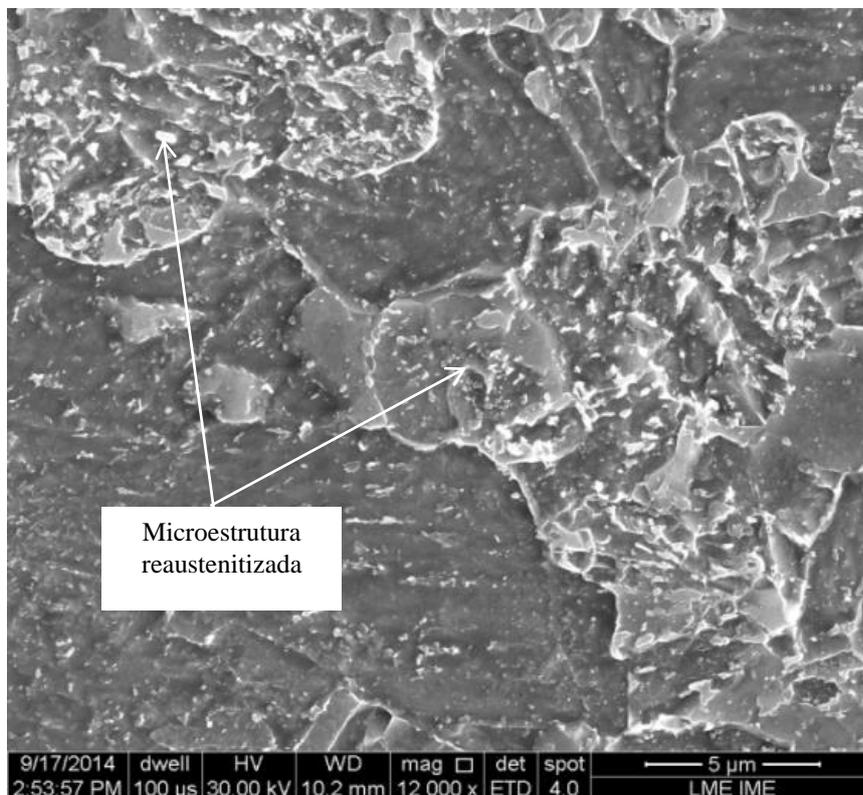
(b)

Região IC- ERNiCrMo-3

(2100 µm da LF)



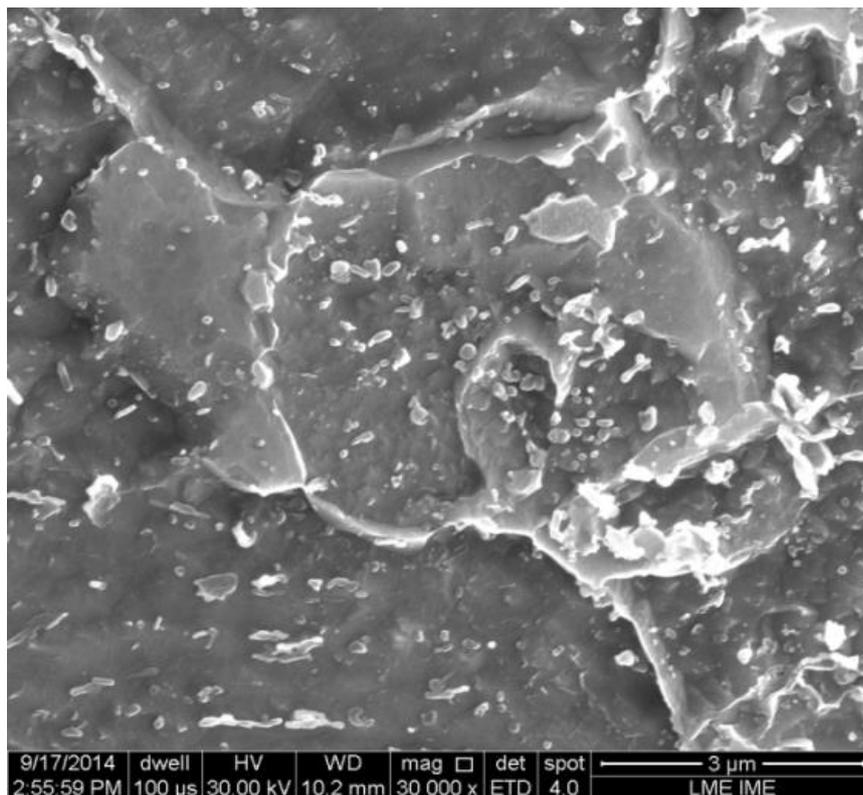
(c)



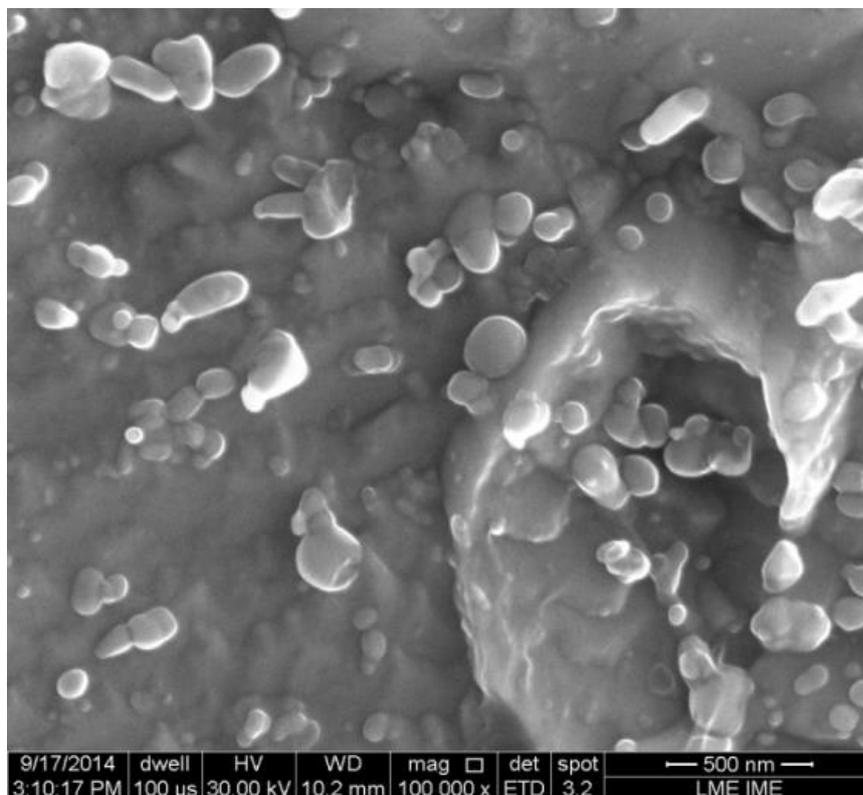
(d)

Região IC- ERNiCrMo-3

(2100 μm da LF)



(e)



(f)

Figura 42 – (a-f) MEV em diferentes magnitudes da região intercrítica do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel.

4.1.2.3. Região de grãos finos

A temperatura atingida nesta região é acima de A_{c3} , porém o pico de austenitização alcançado se limita a dissolução e dispersão de carbonetos, gerando grãos bainíticos de granulometria refinada (LAHA et al., 1990). Esta microestrutura é encontrada a aproximadamente 1270 μm de distância da LF no material revestido com liga de níquel e amanteigado com aço carbono. Por apresentar grãos refinados, há maior área de contornos de grão de elevada energia mais favoráveis para nucleação e crescimento de precipitados. Na Figura 43 se observa esta elevada densidade de precipitação típica da região de GF.

Segundo Saghafifar (SAGHAFIFAR, 2011), embora nesta região se alcance temperatura suficiente para a austenitização, o resfriamento típico de têmpera do ciclo térmico de soldagem não permite a completa dissolução de carbonetos.

4.1.2.4. Região de grãos grosseiros

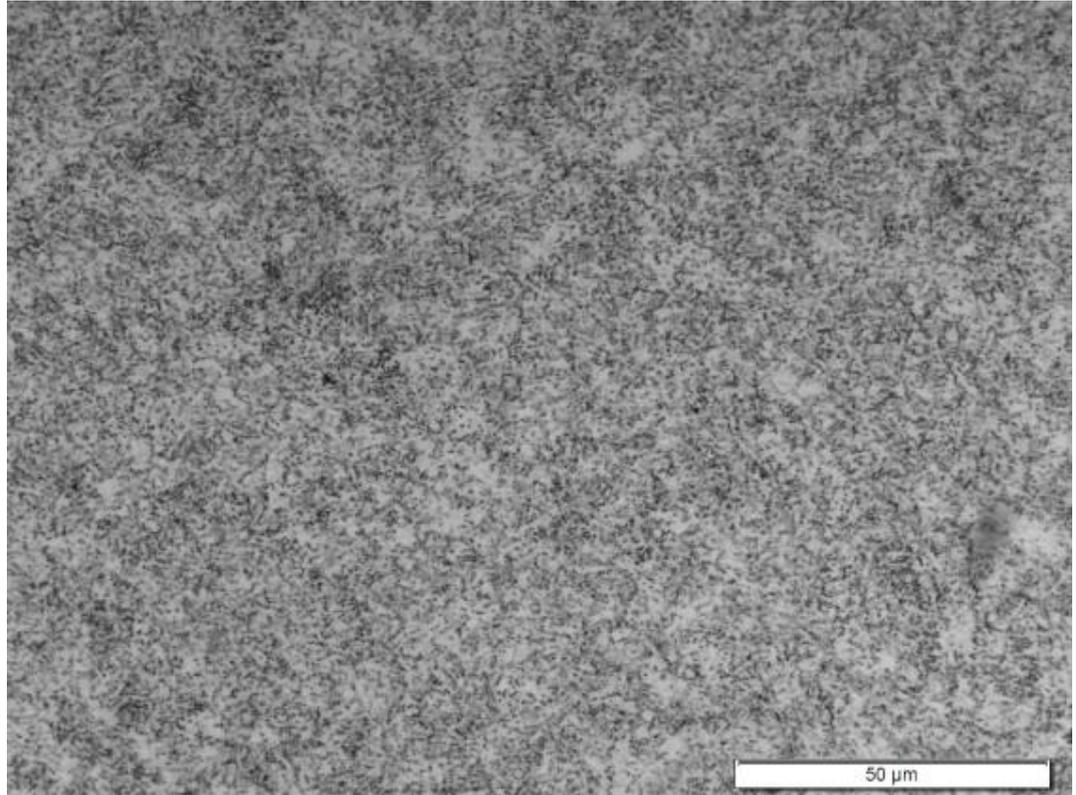
Durante o processo de soldagem do aço 2,25Cr-1Mo, a ZTA adjacente ao metal de solda é austenitizada em patamares próximos da temperatura de fusão do metal de adição, onde carbonetos são facilmente dissolvidos (PEDDLE et al., 2000). O que se observa na Figura 46, do material revestido com liga de níquel, é a formação de uma estrutura bainítica que consiste de ripas de ferrita com carbonetos precipitados e alinhados entre as fases ferríticas.

As fases nos contornos de grão próximos à linha de fusão são de especial interesse uma vez que falhas em juntas soldadas dissimilares ocorrem geralmente por fissuras que se propagam ao longo desta fronteira. Espera-se que, devido à austenitização e completa dissolução de carbonetos durante a soldagem, ocorra a formação de ferrita rica em cromo nos contornos de grão com possível formação de ferrita (δ), facilitando também no crescimento de grão da ZTA adjacente ao metal de solda (DUNPHY et al., 1954).

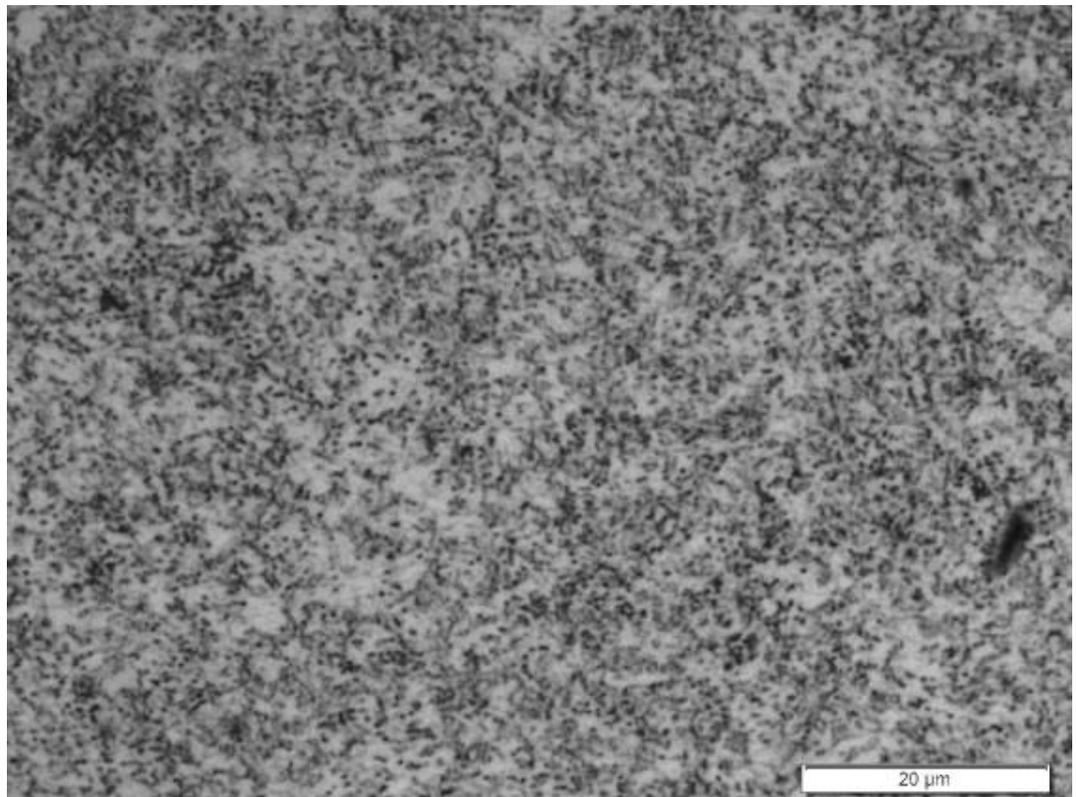
As zonas parcialmente diluídas (ZPD) e ilhas de aço 2,25Cr-1Mo não fundidas foram encontradas apenas no revestimento com liga de níquel (Figura 46) e serão discutidas no item 4.1.3.1.

Região GF – ERNiCrMo-3

(1270 μm da LF)



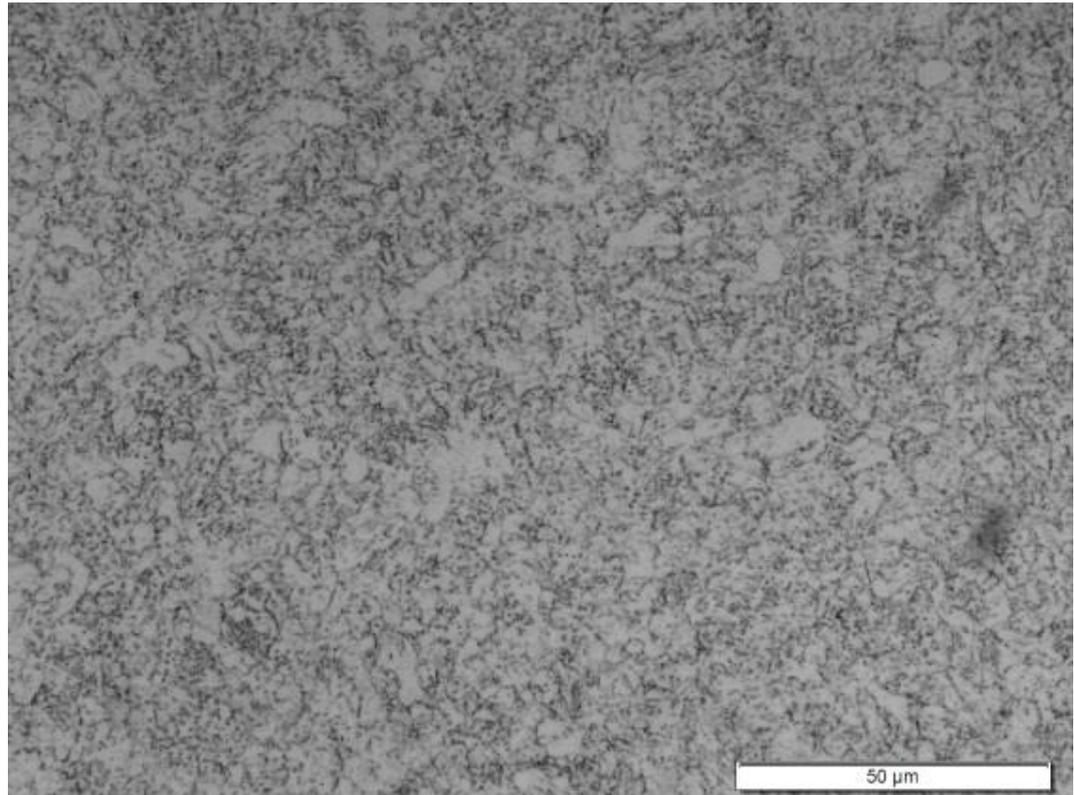
(a)



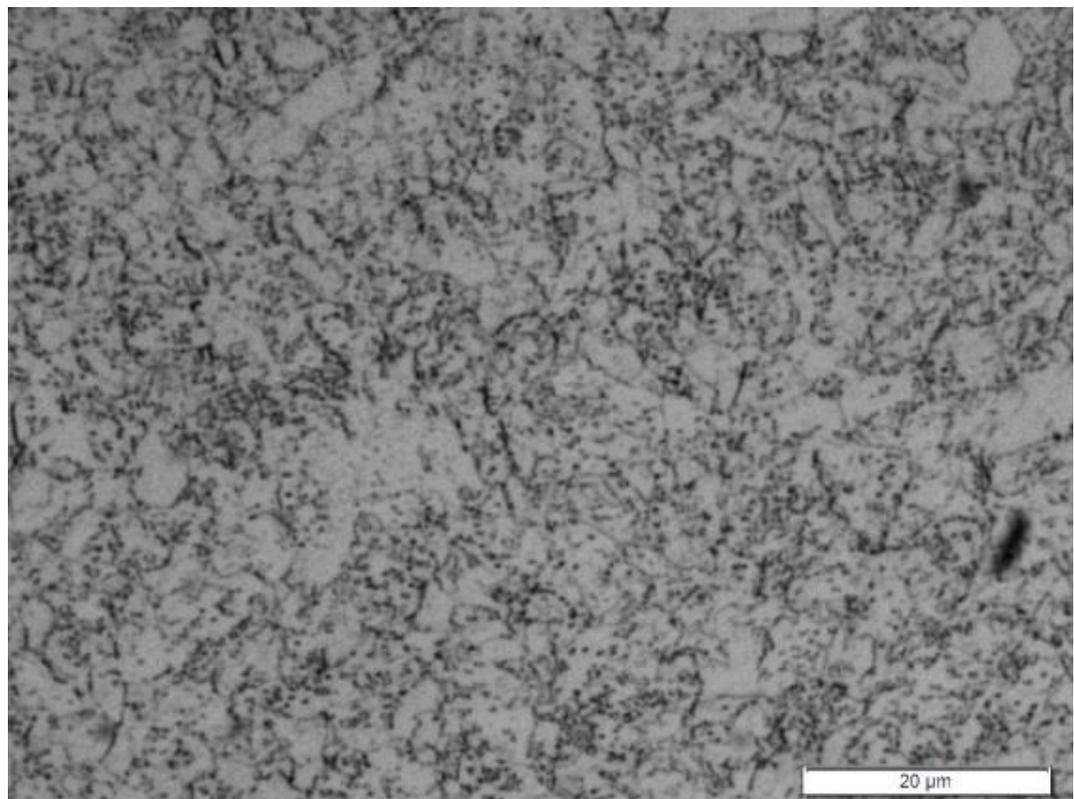
(b)

Região GF – ER80S-D2

(1270 μm da LF)



(c)

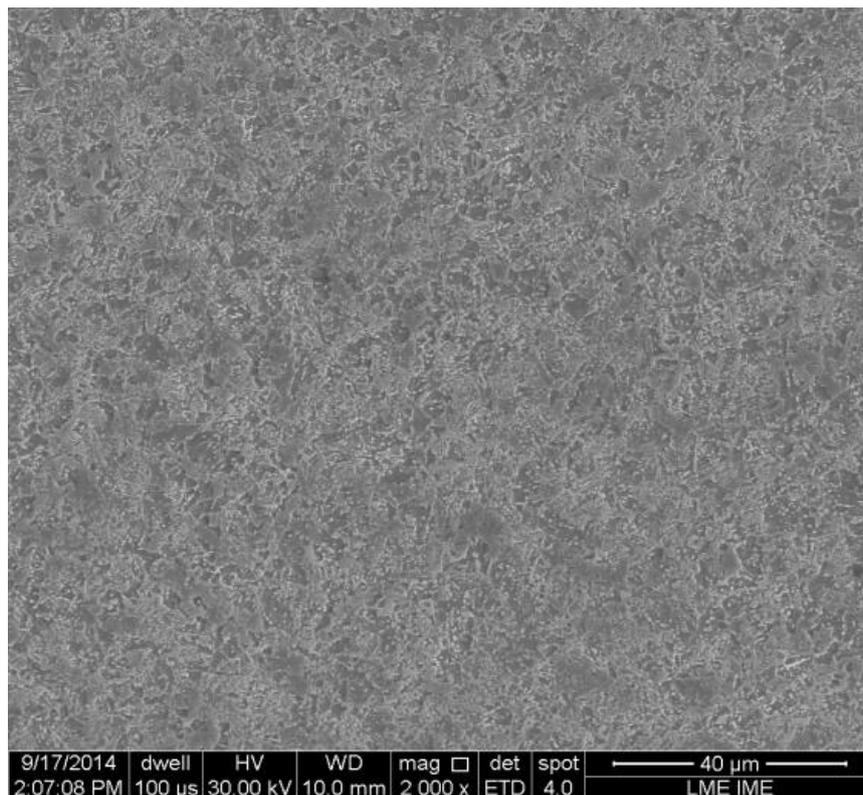


(d)

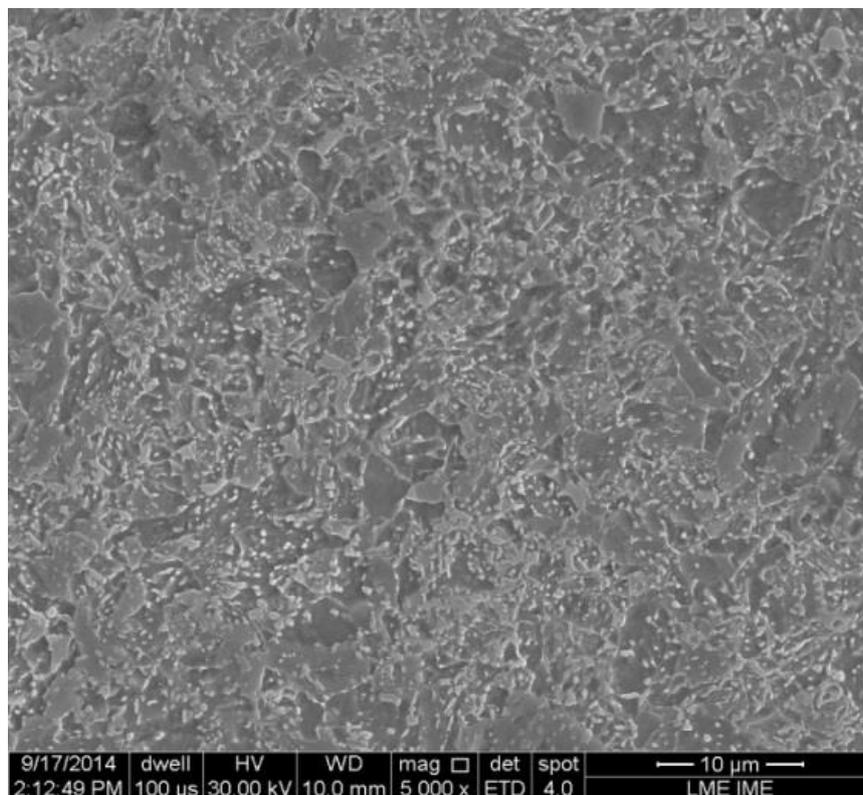
Figura 43 – MO em diferentes magnitudes da região grãos finos do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a,b) liga de níquel e (c,d) aço carbono.

Região GF- ERNiCrMo-3

(1270 μm da LF)



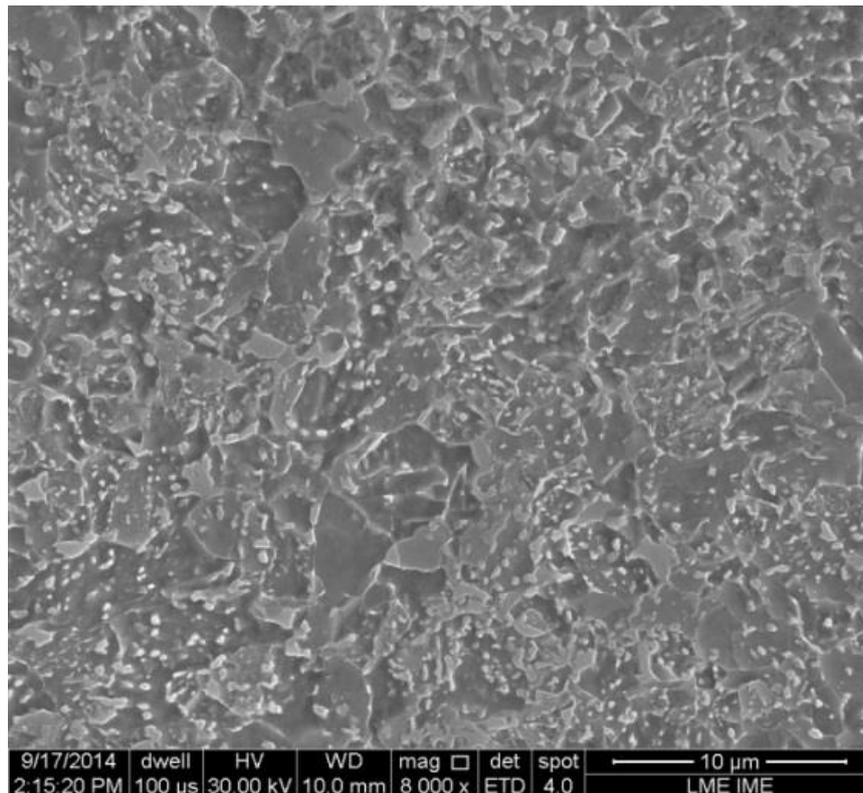
(a)



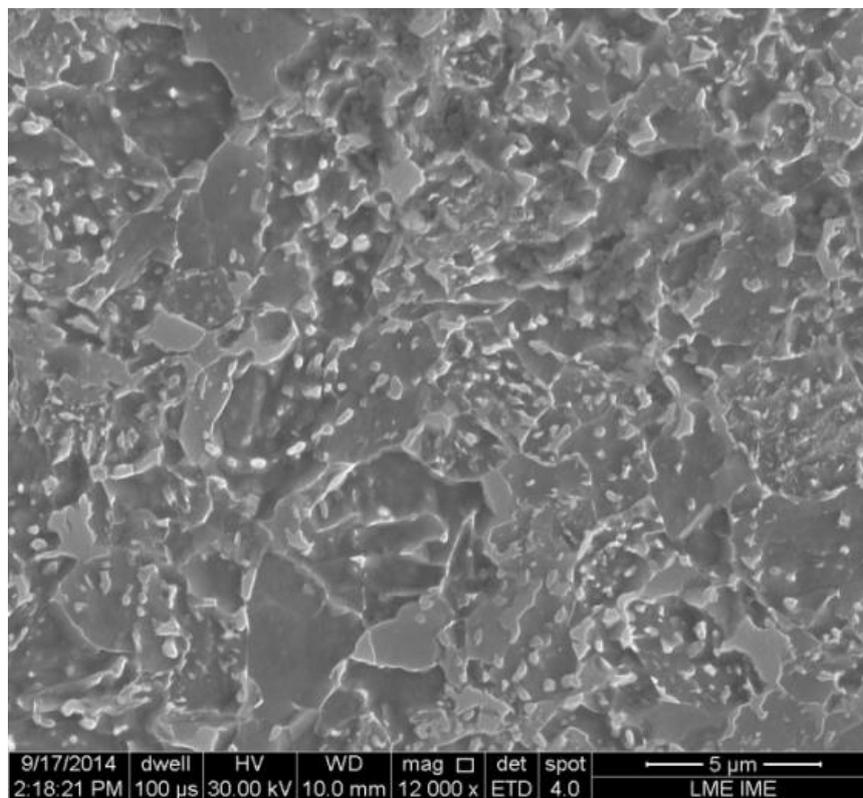
(b)

Região GF- ERNiCrMo-3

(1270 μm da LF)



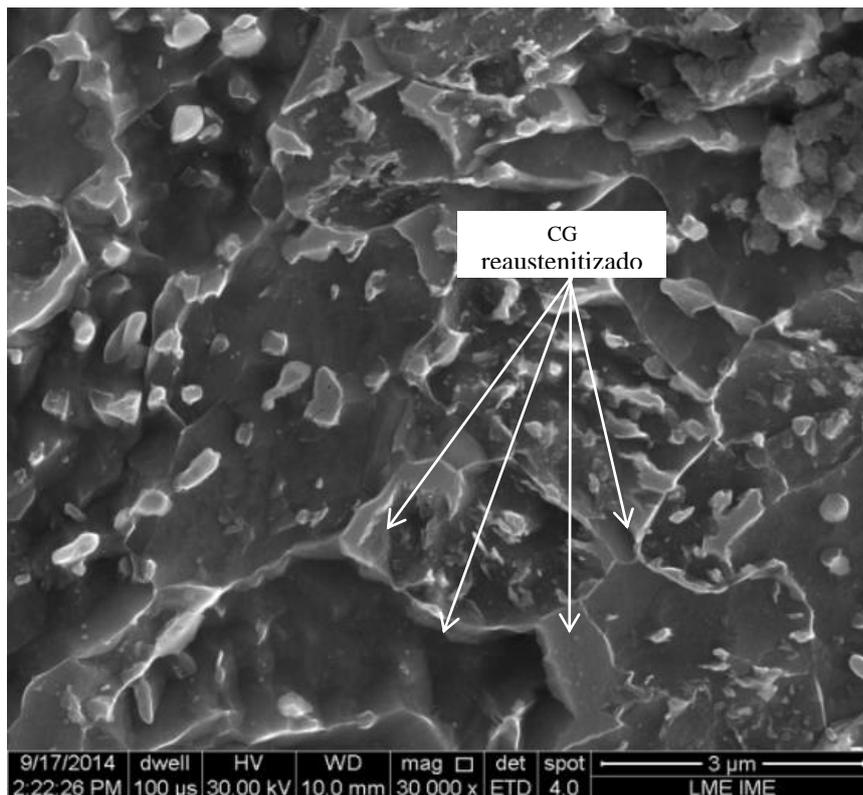
(c)



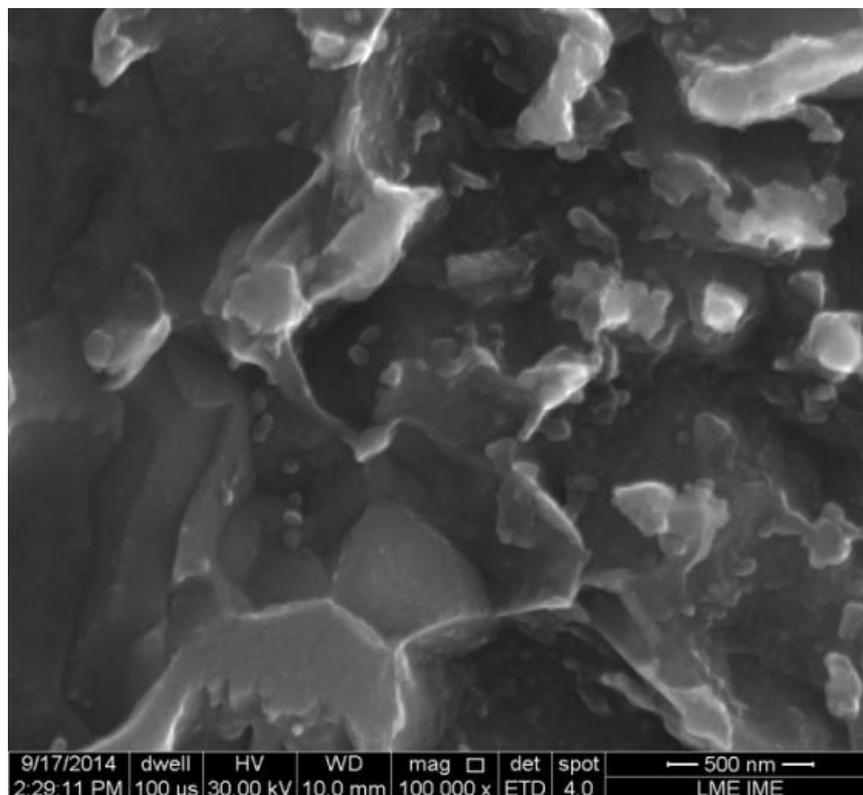
(d)

Região GF- ERNiCrMo-3

(1270 µm da LF)



(e)

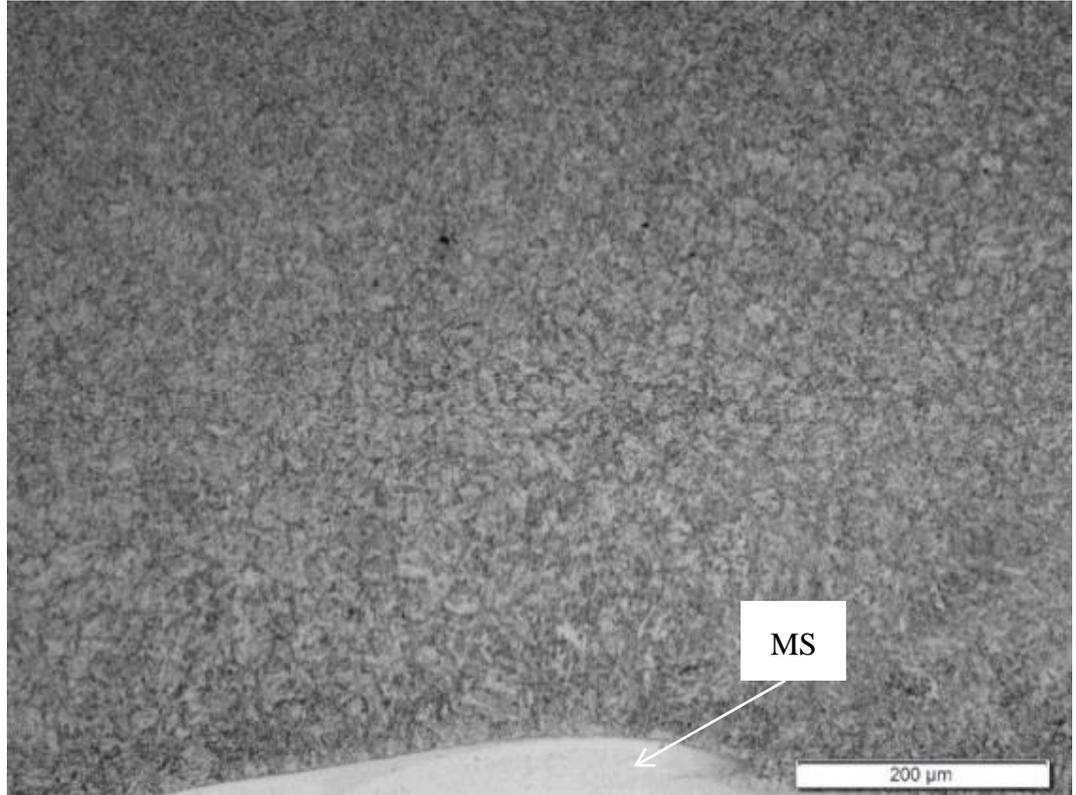


(f)

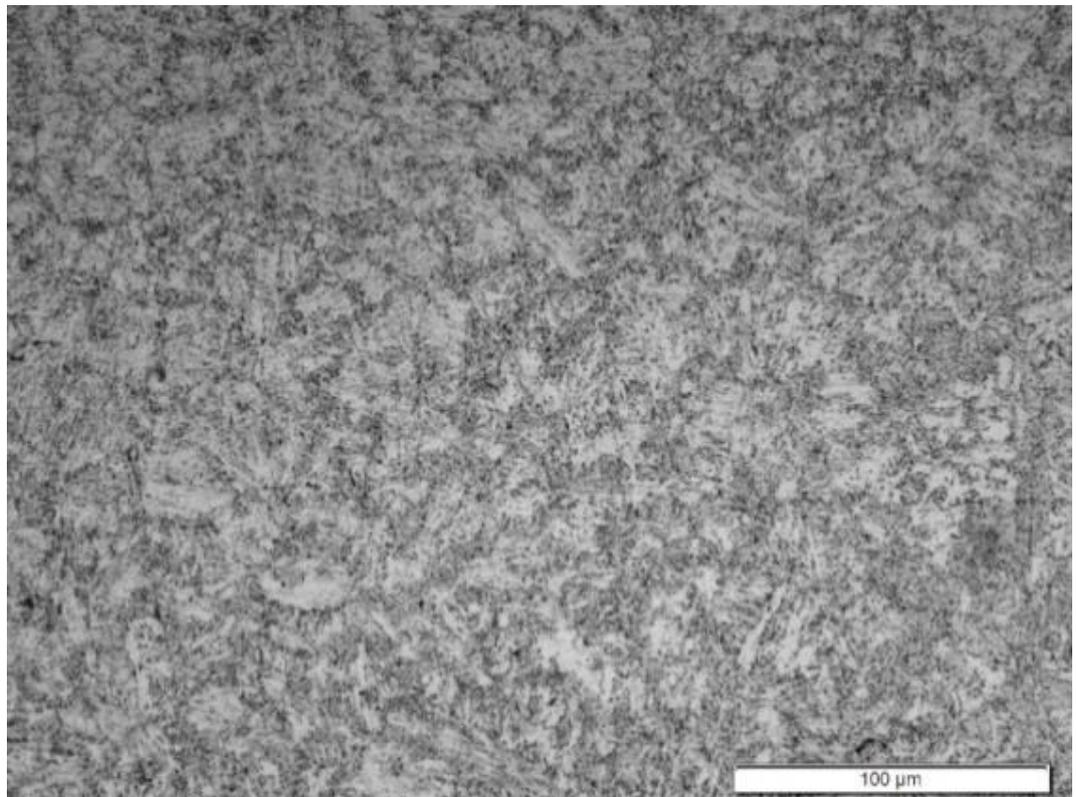
Figura 44 – MEV em diferentes magnitudes de grãos finos do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel.

Região GG – ERNiCrMo-3

(adjacente à LF)



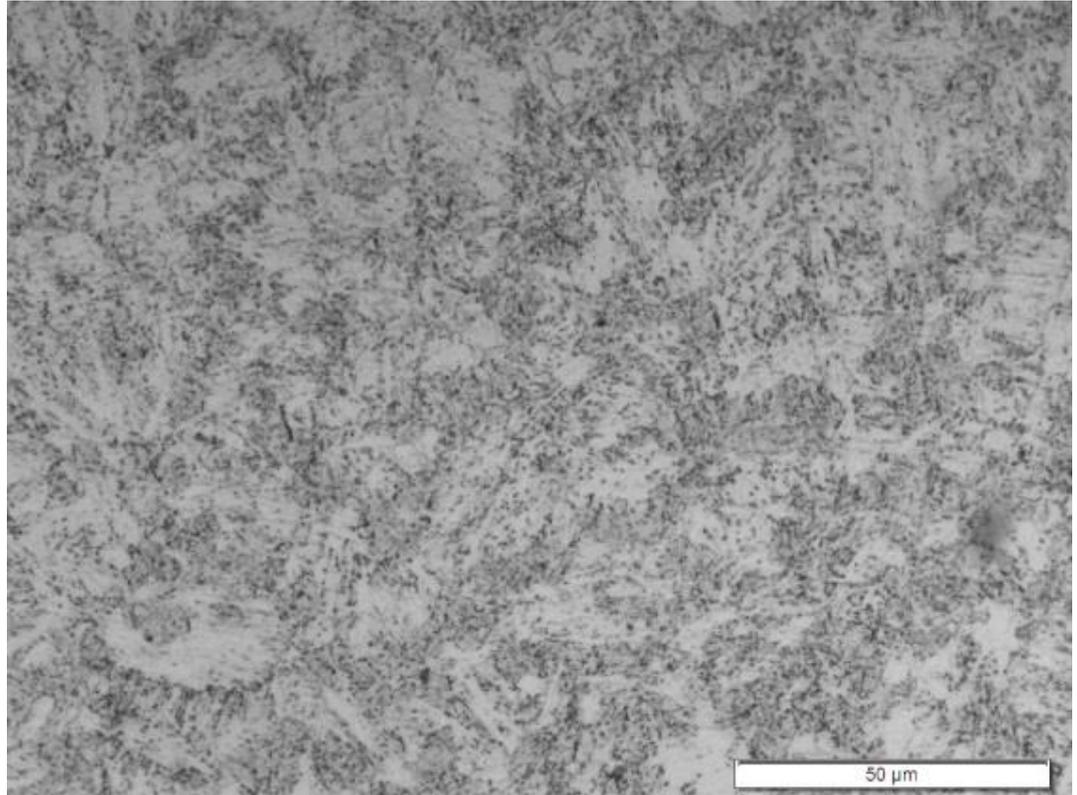
(a)



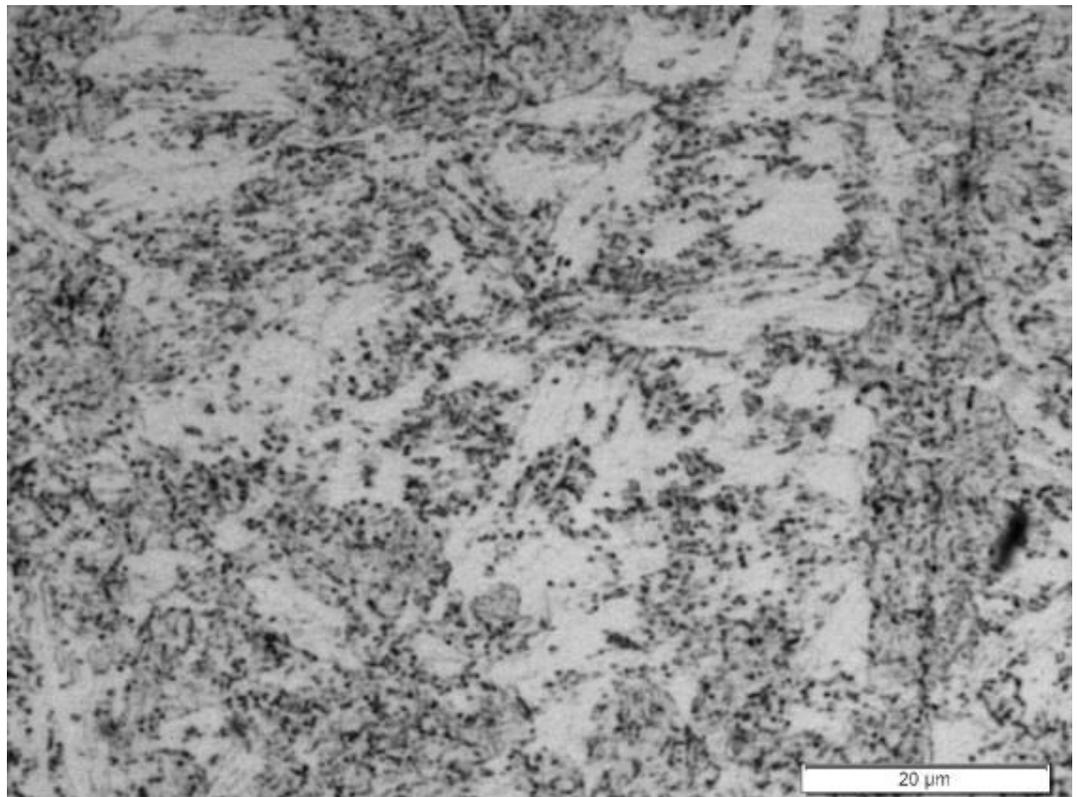
(b)

Região GG – ERNiCrMo-3

(adjacente à LF)



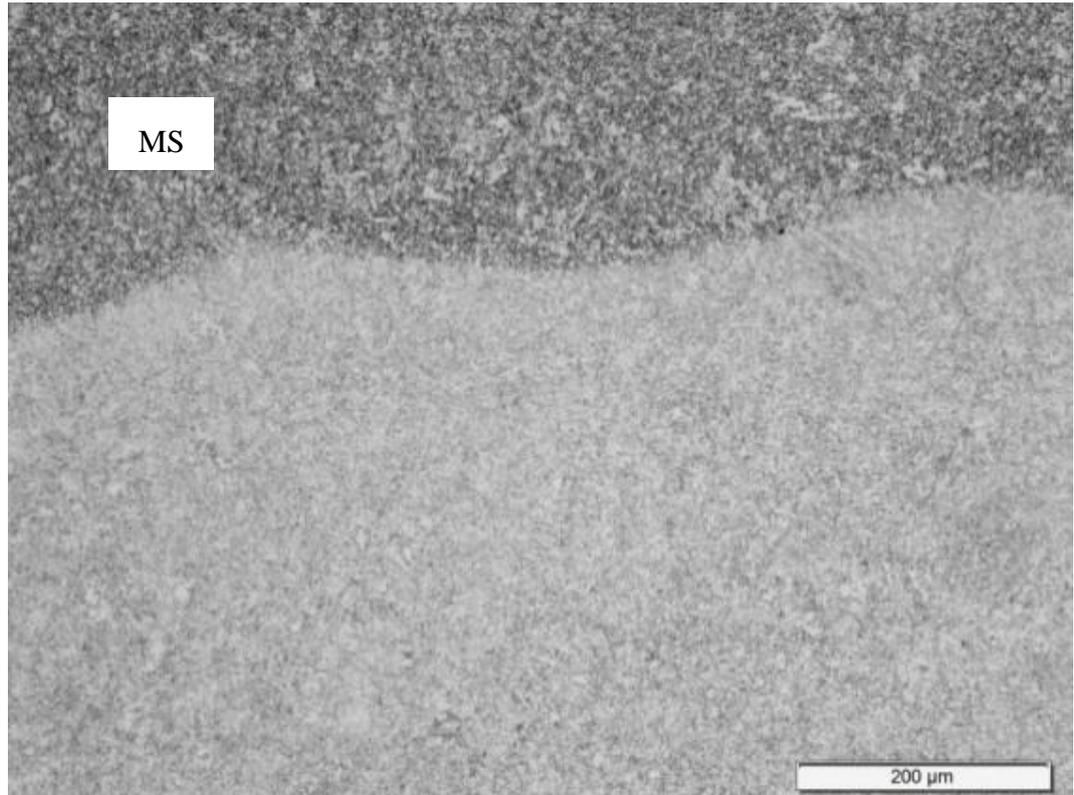
(c)



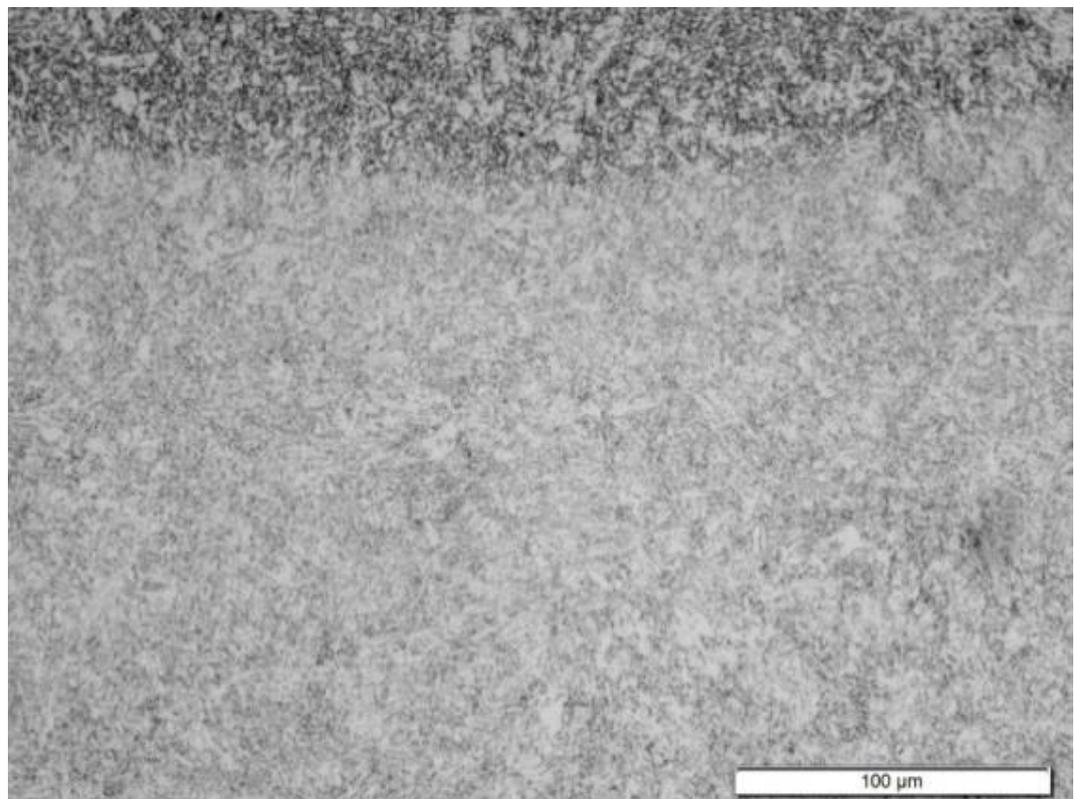
(d)

Região GG – ER80S-D2

(adjacente à LF)



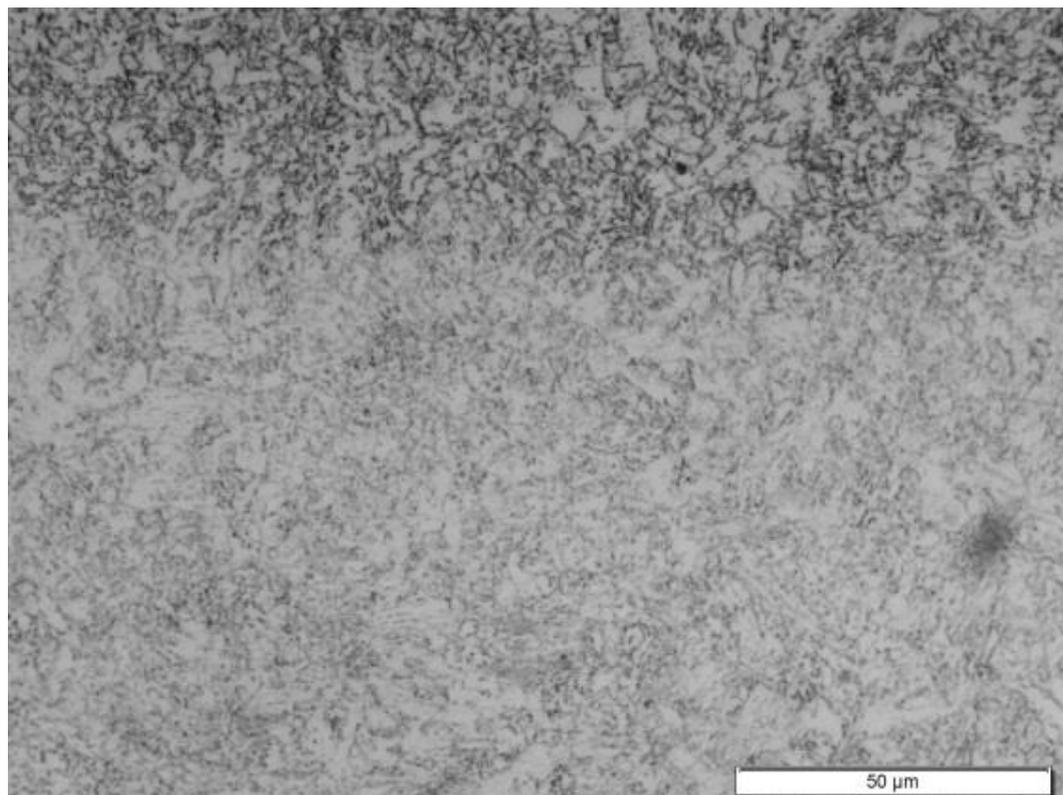
(e)



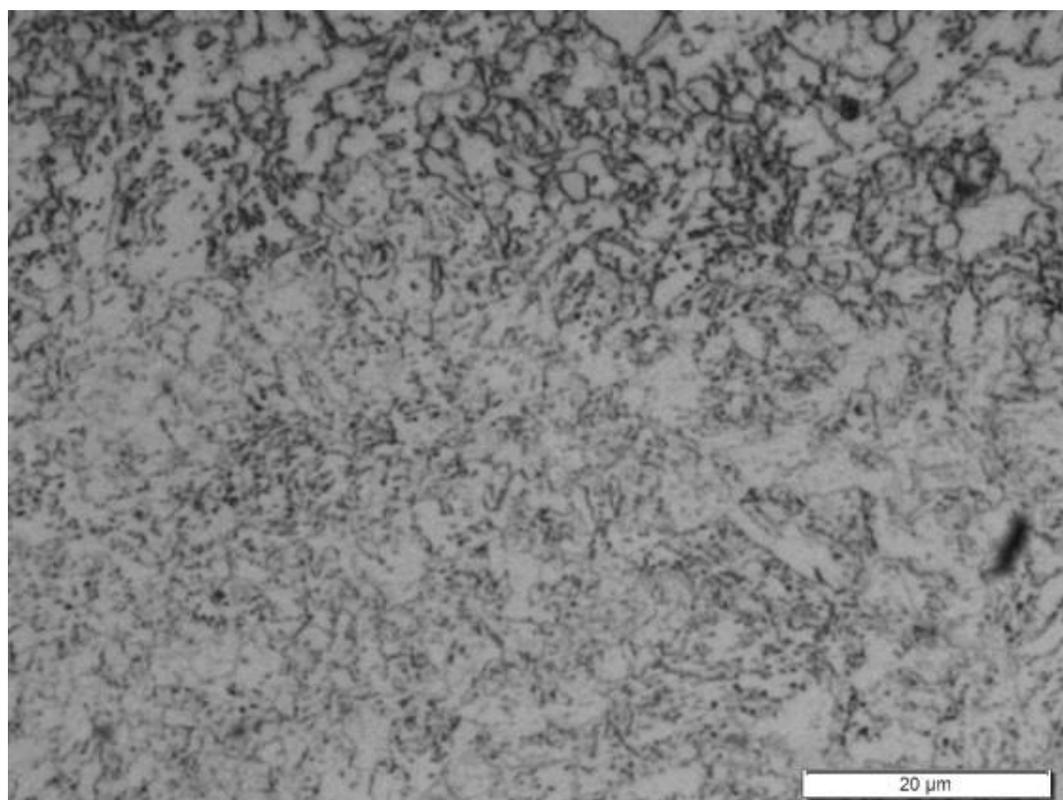
(f)

Região GG – ER80S-D2

(adjacente à LF)



(g)

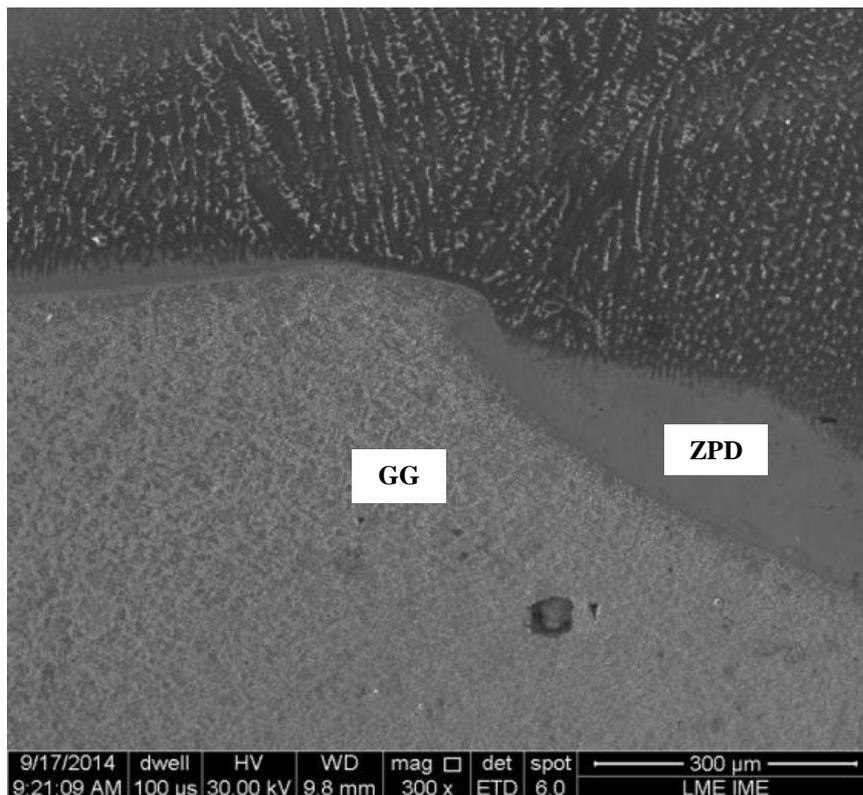


(h)

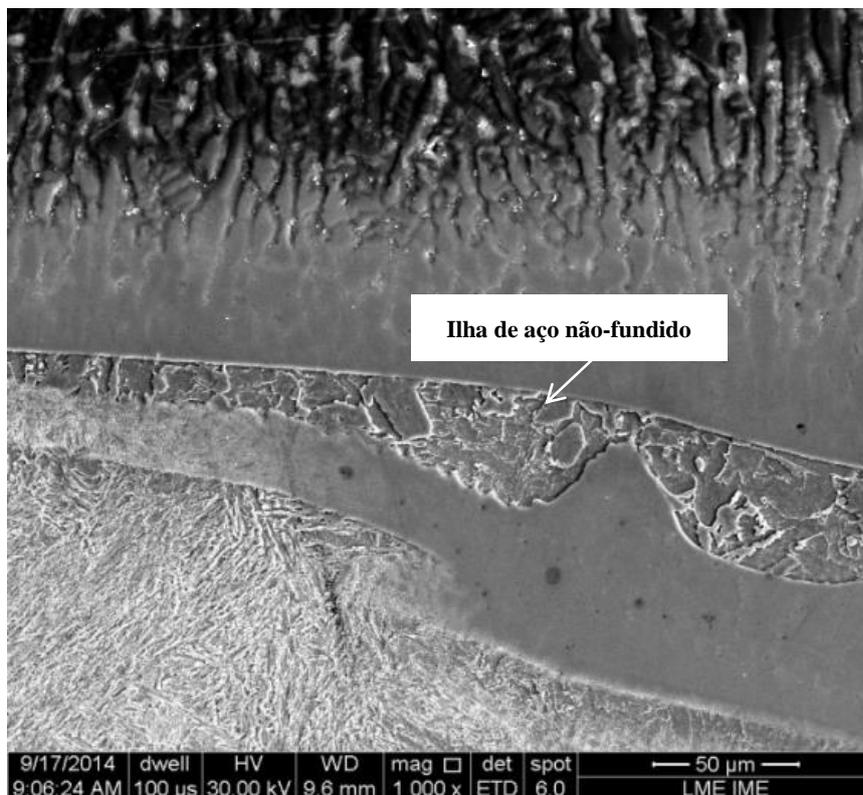
Figura 45 – MO em diferentes magnitudes da região GG do aço 2,25Cr-1Mo, adjacente a LF, revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.

Região GG- ERNiCrMo-3

(Adjacente à LF)



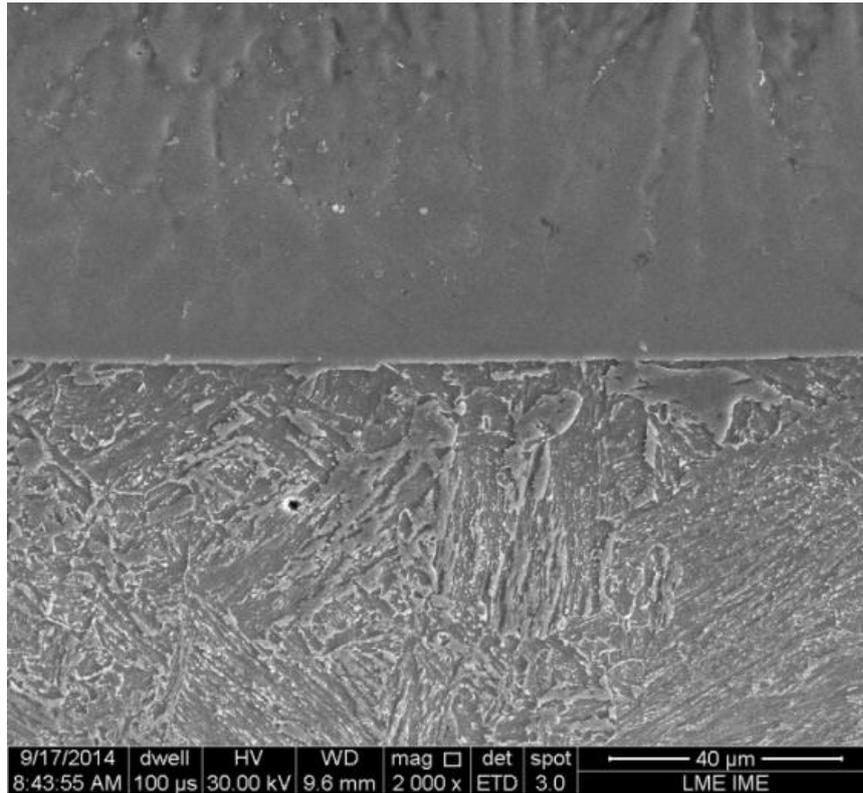
(a)



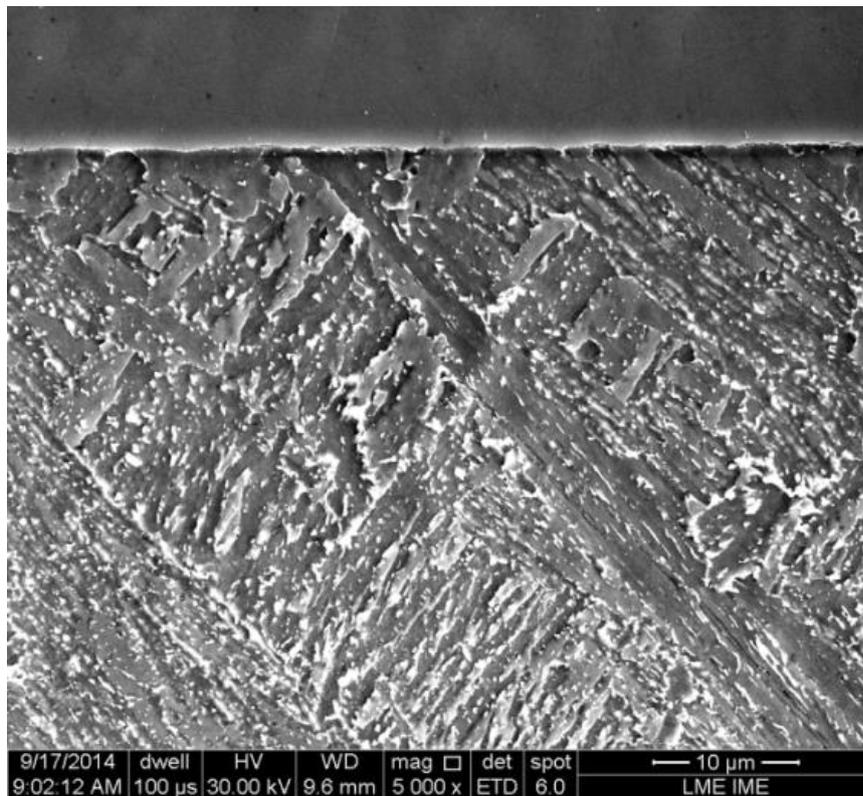
(b)

Região GG- ERNiCrMo-3

(Adjacente à LF)



(c)



(d)

Figura 46 – MEV em diferentes magnitudes de grãos grosseiros do aço 2.25Cr-1Mo, adjacente a LF, revestido com liga de níquel.

4.1.2.4.1. Região de maior dureza a 340 µm da Linha de Fusão

A microestrutura na região distante 340 µm da interface entre o substrato e o revestimento é de grãos grosseiros, onde também ocorre completa austenitização e dissolução de carbonetos durante a soldagem.

Por microscopia ótica (Figura 47) e eletrônica de varredura (Figura 48) nota-se, no material amanteigado com aço carbono, a presença de bainita granular (LAHA et al., 1990). Este constituinte é de alta dureza formado por ferrita, martensita e austenita retida (PEDDLE et al., 2000) (HABRAKEN et al., 1967). Buchi *et al.* (BUCHI et al., 1965) e Townsend (TOWNSEND, 1979) sugerem que a bainita granular é essencialmente uma bainita superior não formada completamente .

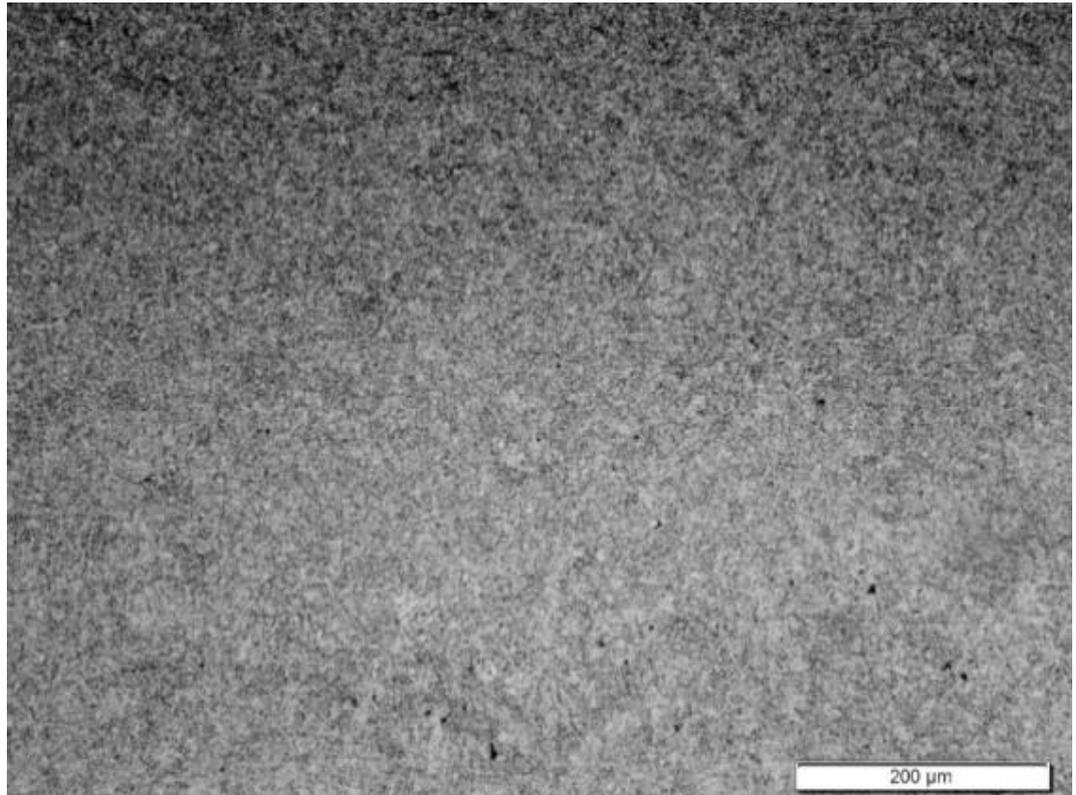
Martensita e austenita retida formam o microconstituente A-M rico em elementos de liga nos CG (LI et al., 2011) de formato poligonal, onde a austenita não decomposta em bainita, devido ao rápido resfriamento, se transforma em martensita em ripas ou macladas em conjunto com uma quantidade remanescente de austenita. Este microconstituente provoca o aumento da dureza do material (TRINDADE, 2001).

Já a ZTA desta região revestida com liga de níquel apresenta microestrutura típica de bainita com carbonetos precipitados em torno de lamelas de ferrita (Figura 48). Análises de EDS, em modo STEM no MET, evidenciou a presença de carbonetos do tipo M_3C rico em ferro no interior e no contorno de grão do aço revestido com material similar ao Inconel 625 (Figura 49).

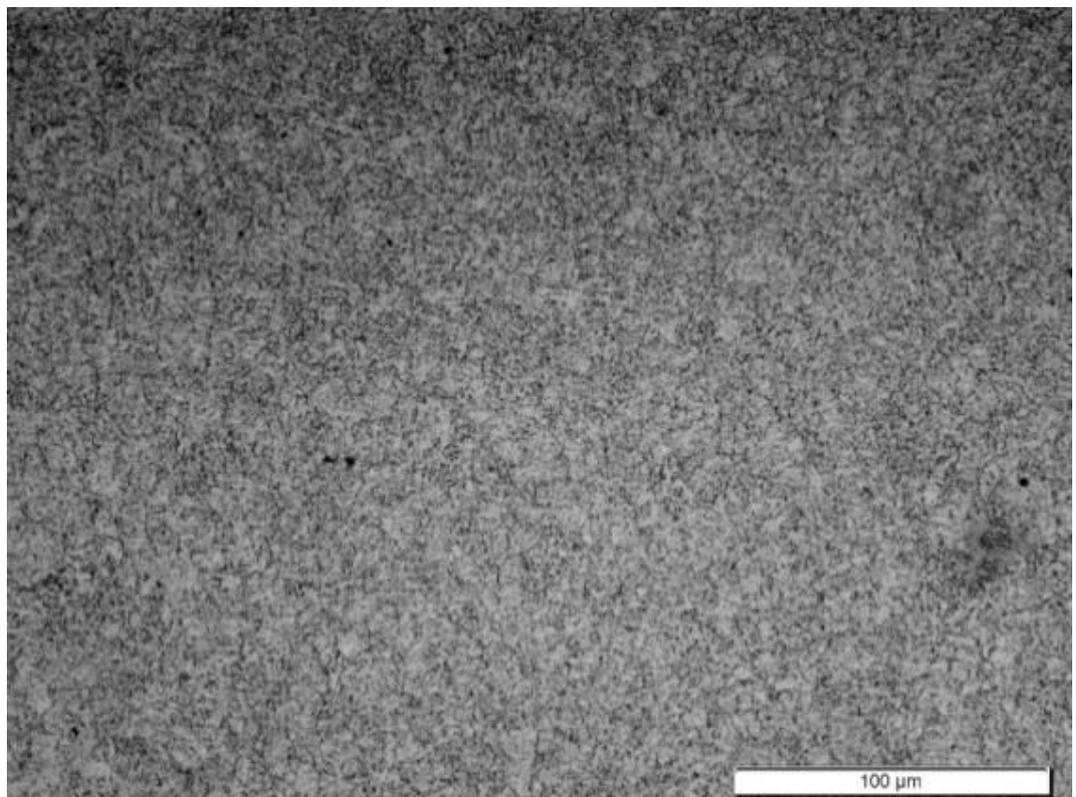
Embora Roy et al. (ROY et al., 1986) tenha dito em seu trabalho não ter observado Mo_2C na ZTA do aço 2,25Cr-1Mo, mencionando apenas carbonetos do tipo M_7C_3 , $M_{23}C_6$ e M_6C , a ZTA amanteigada com aço carbono apresentou no CG precipitados do tipo M_3C e no interior do grão carbonetos do tipo M_3C e M_2C . A ocorrência do carboneto acicular rico em molibdênio pode ser explicada pela maior taxa de resfriamento do material amanteigado com aço carbono, Figura 31. Neste caso, alguns carbonetos típicos de M_3C presentes no constituinte bainítico não tem tempo suficiente para se formar, ficando elementos de liga dispersos na matriz. Com os passes subsequentes e camadas sobrepostas, estes elementos precipitam em forma de carbonetos aciculares pouco estáveis do tipo M_2C , Figura 50.

Região GG – ERNiCrMo-3

(340 μm da LF)



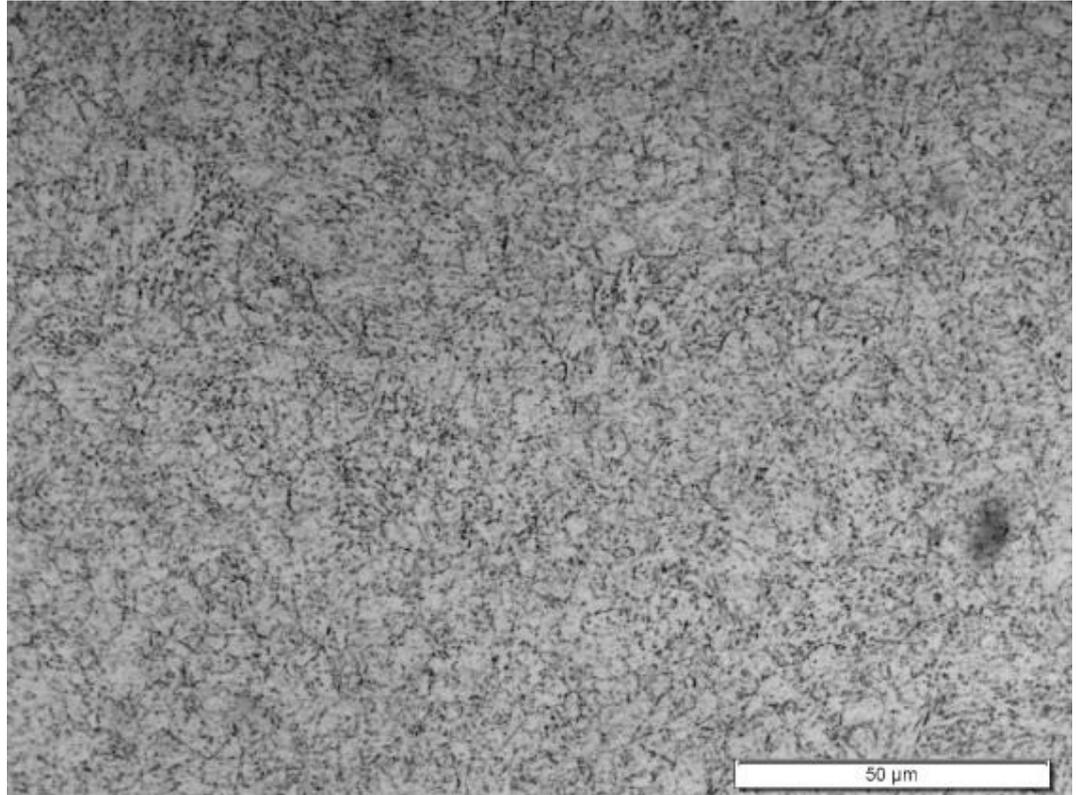
(a)



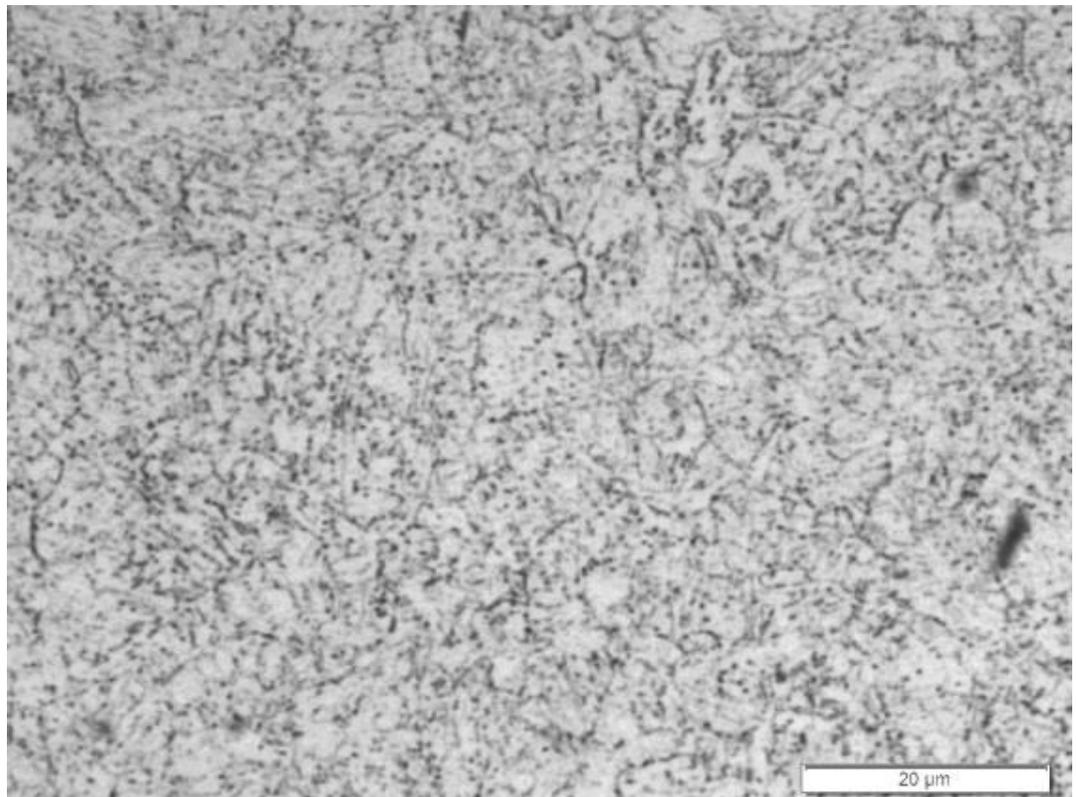
(b)

Região GG – ERNiCrMo-3

(340 μm da LF)



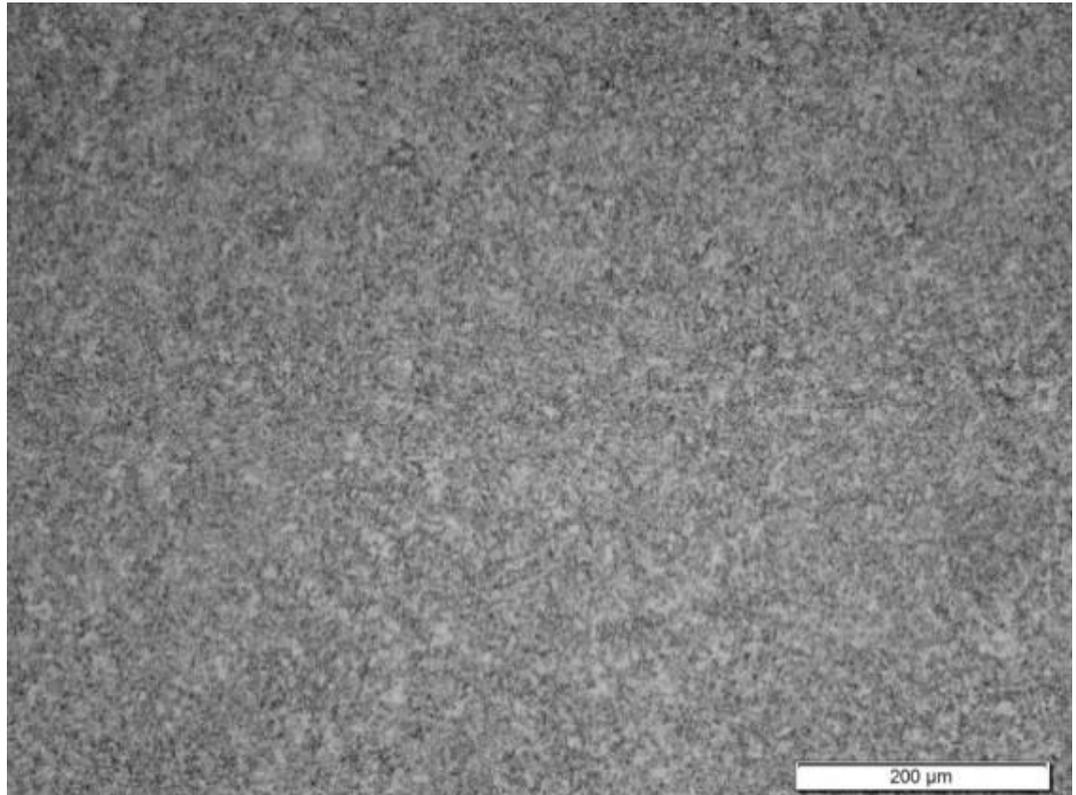
(c)



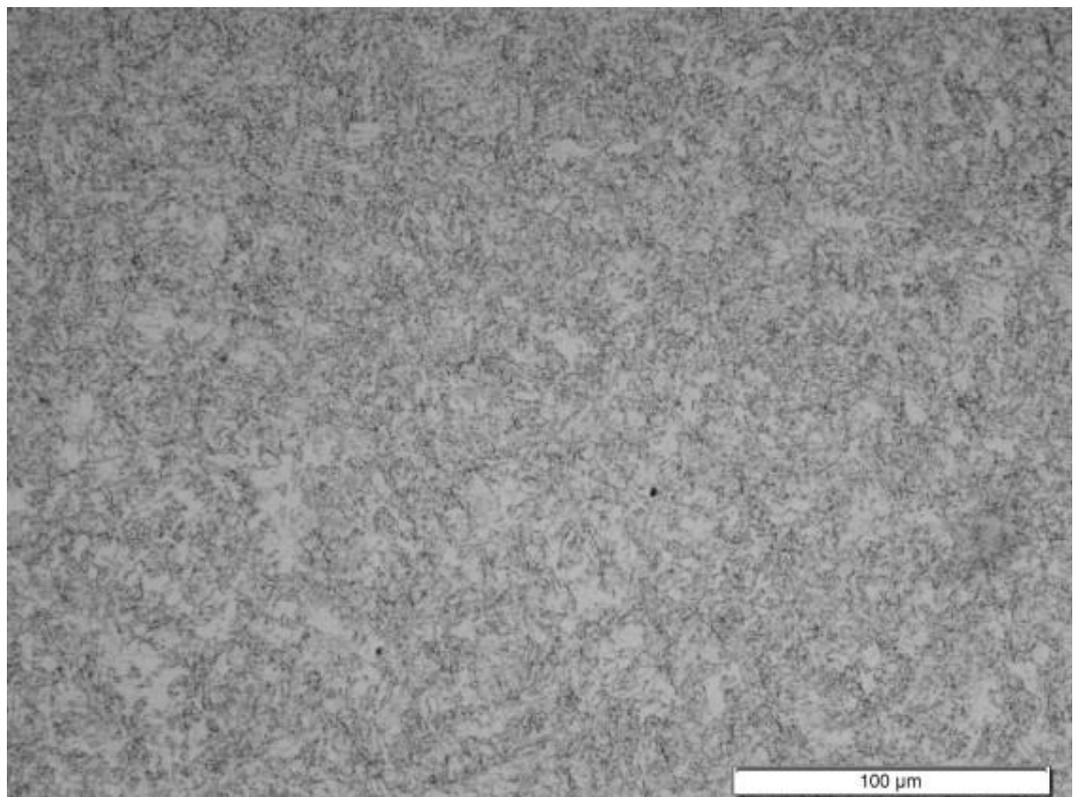
(d)

Região GG – ER80S-D2

(340 μm da LF)



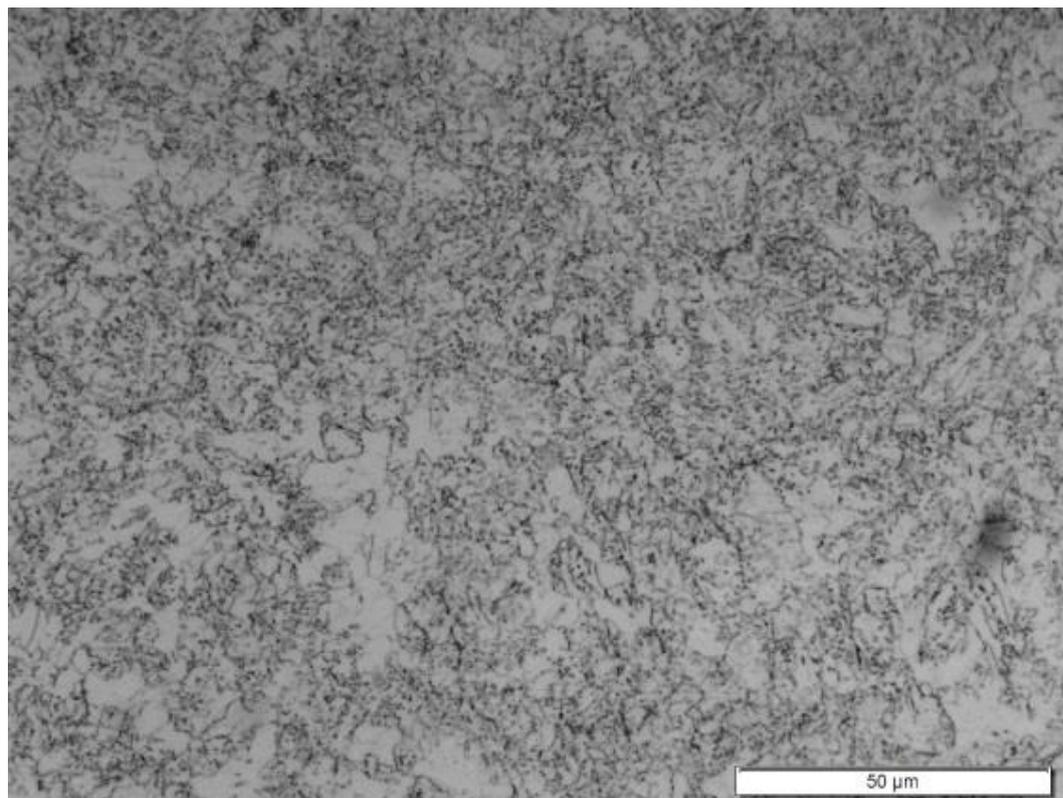
(e)



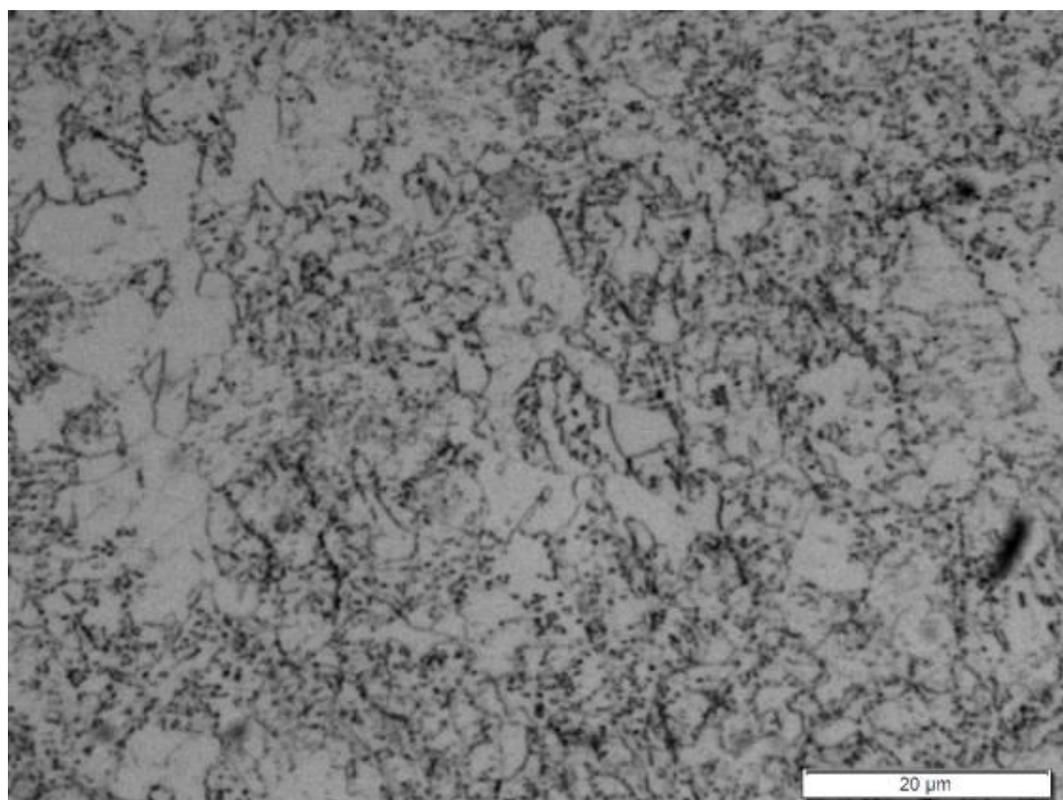
(f)

Região GG – ER80S-D2

(340 μm da LF)



(g)

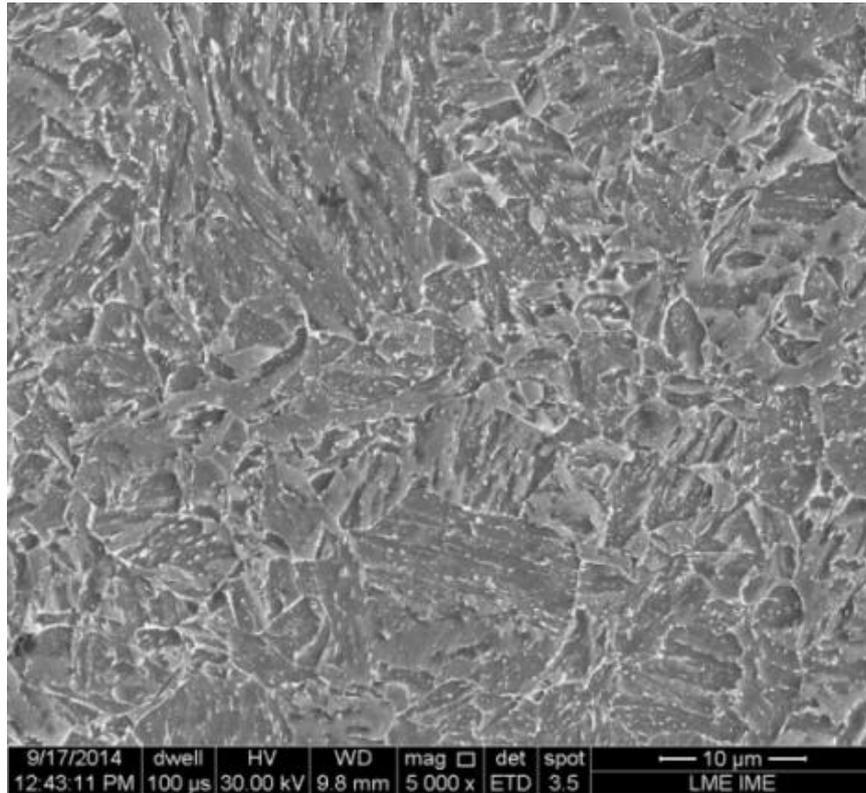


(h)

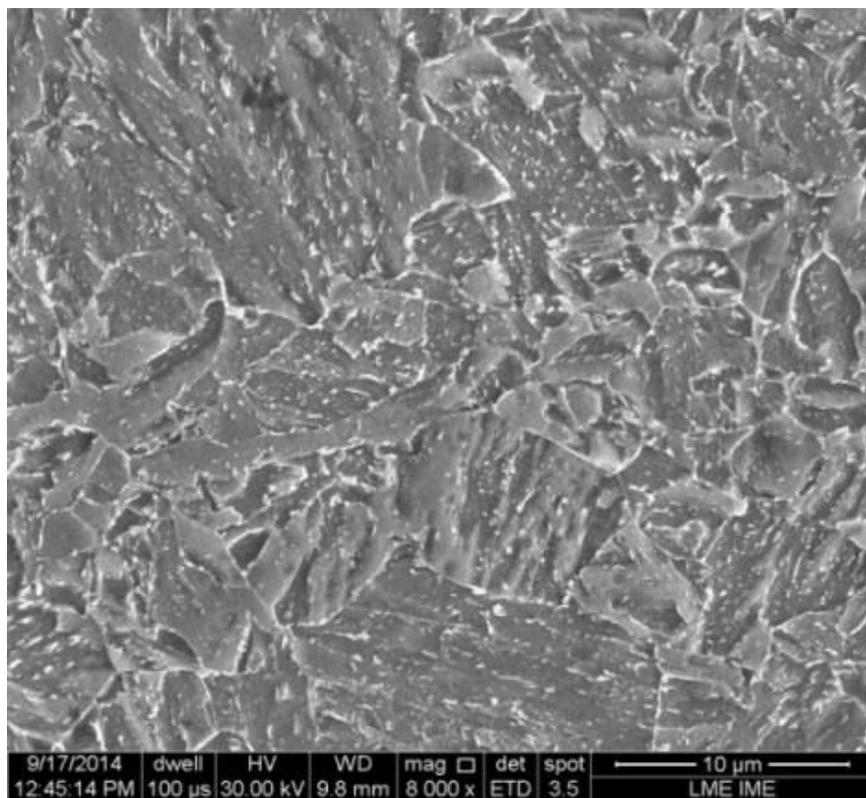
Figura 47 – MO em diferentes magnitudes da região grãos grosseiros do aço 2,25Cr-1Mo, a 340 μm da LF, revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.

Região GG- ERNiCrMo-3

(340 μm da LF)



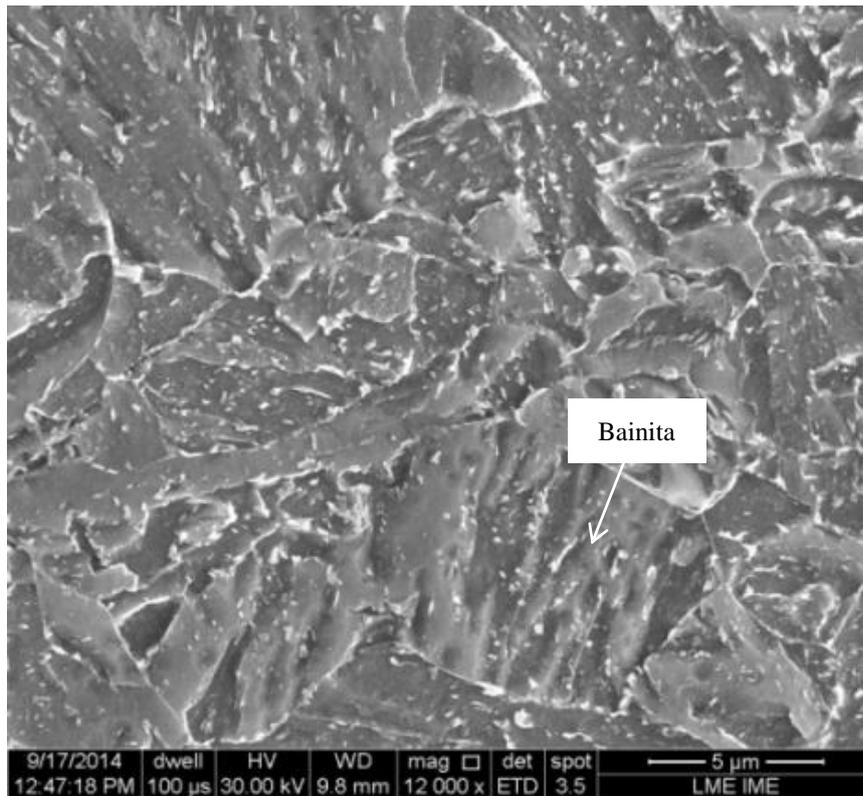
(a)



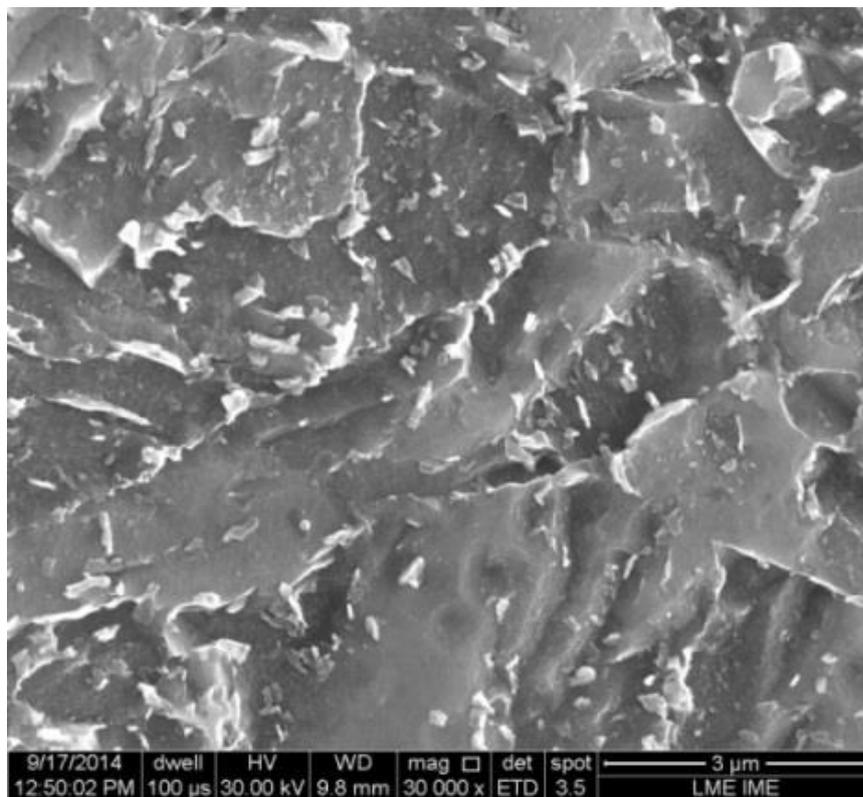
(b)

Região GG - ERNiCrMo-3

(340 μm da LF)



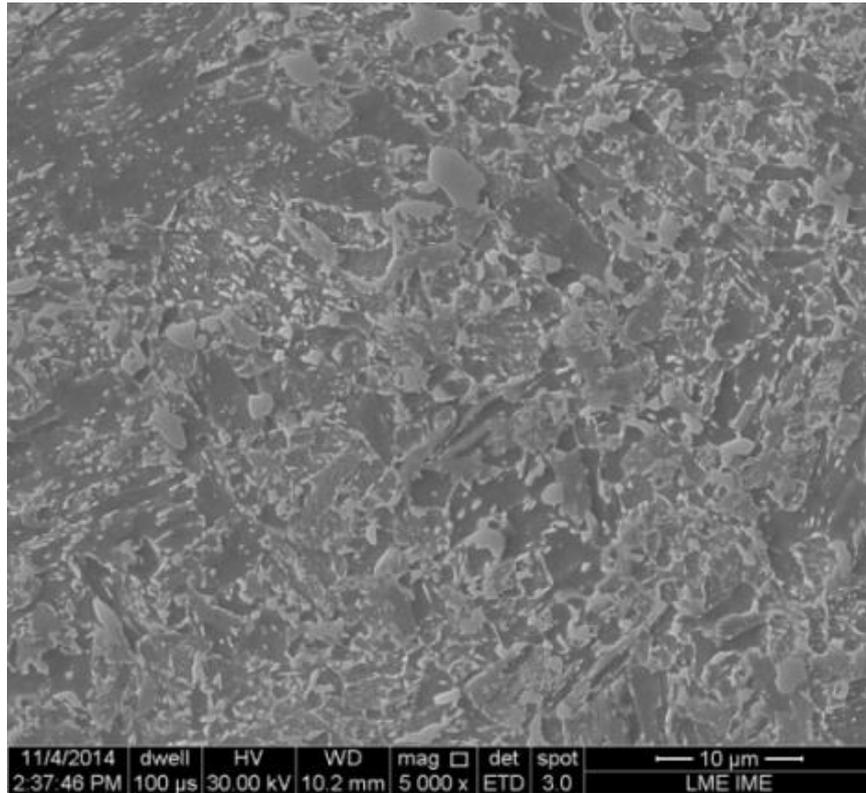
(c)



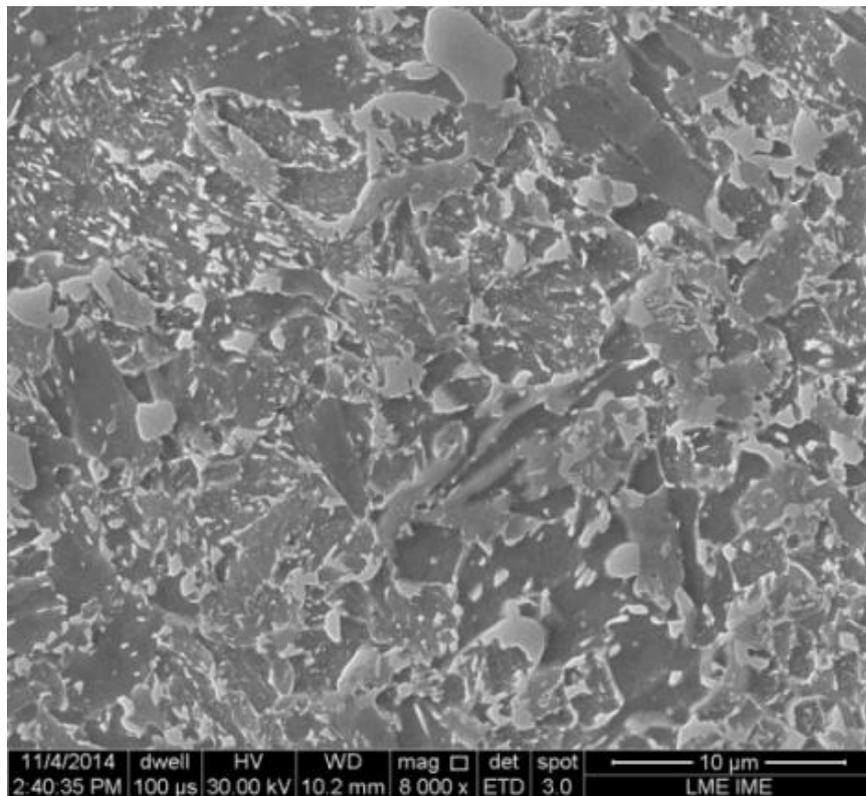
(d)

Região GG - ER80S-D2

(340 µm da LF)



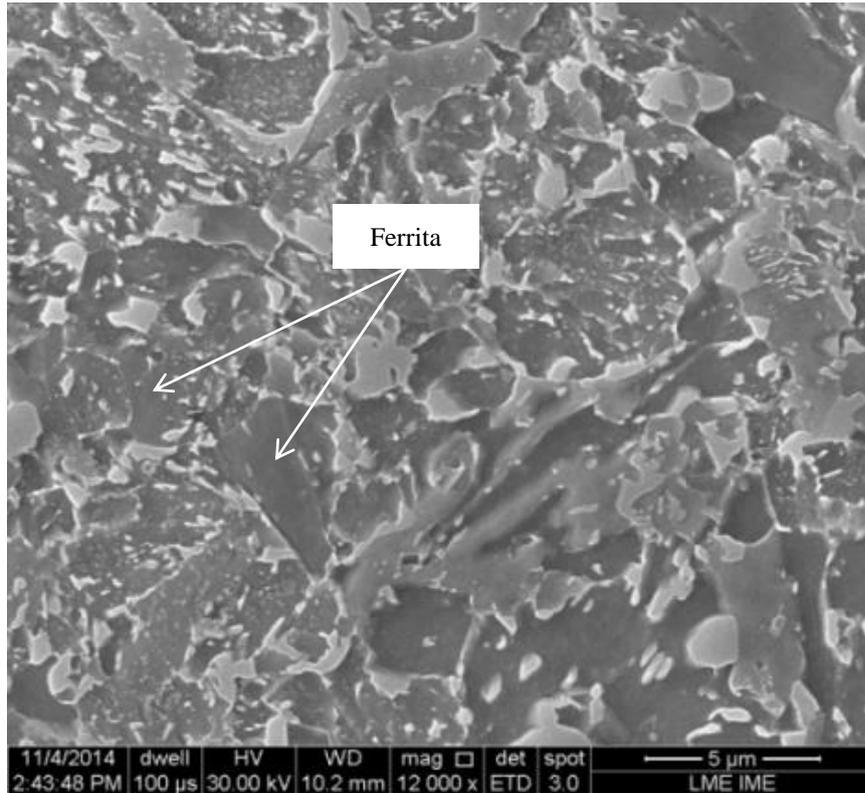
(e)



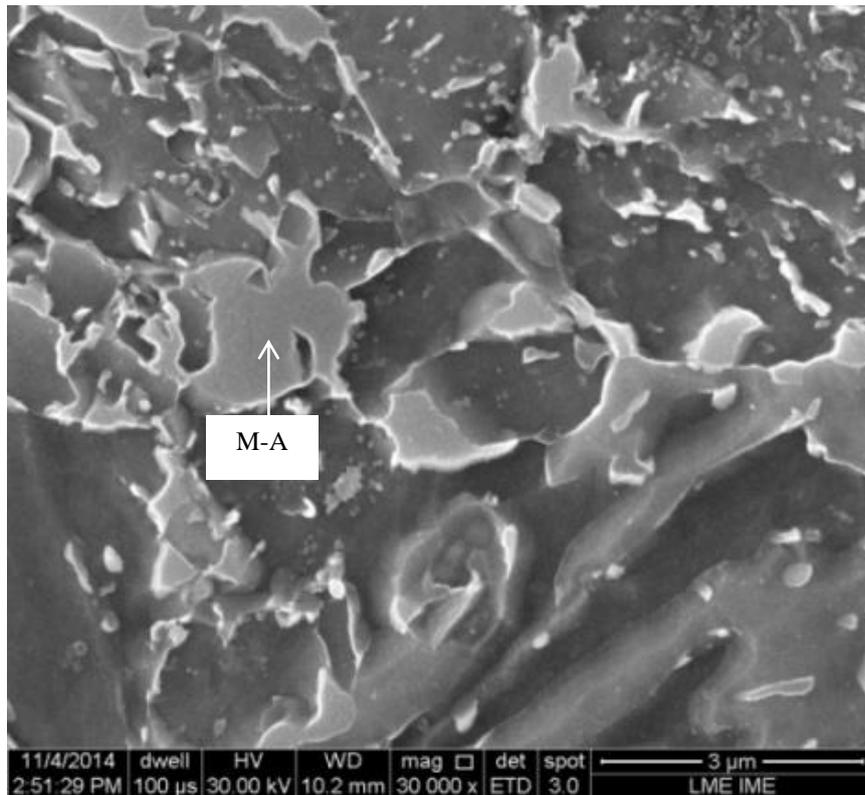
(f)

Região GG- ER80S-D2

(340 μm da LF)



(g)

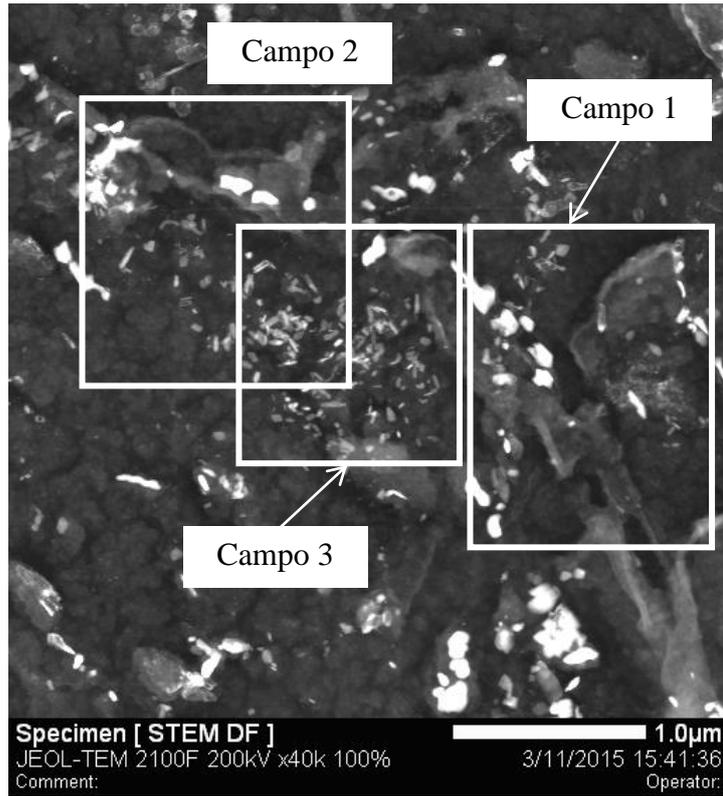


(h)

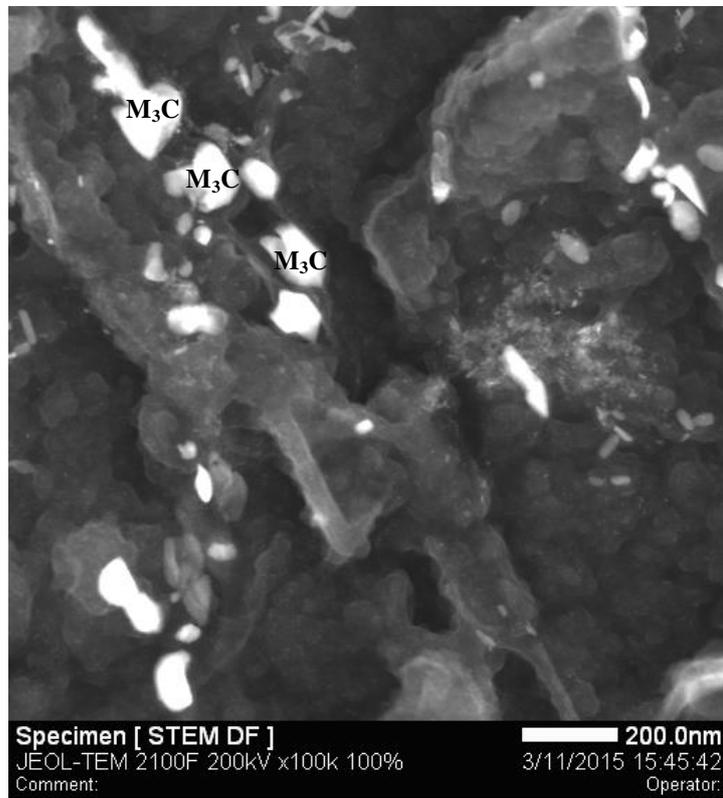
Figura 48 – MO em diferentes magnitudes da região grãos grosseiros do aço 2,25Cr-1Mo, a 340 μm da LF, revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.

Região de GG – ERNiCrMo-3

(340 μm da LF)



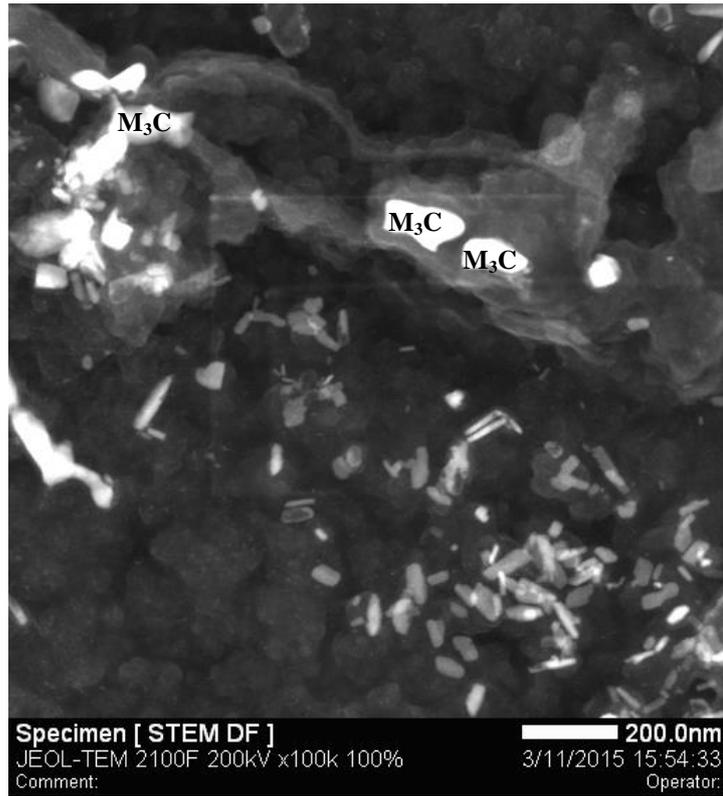
(a)



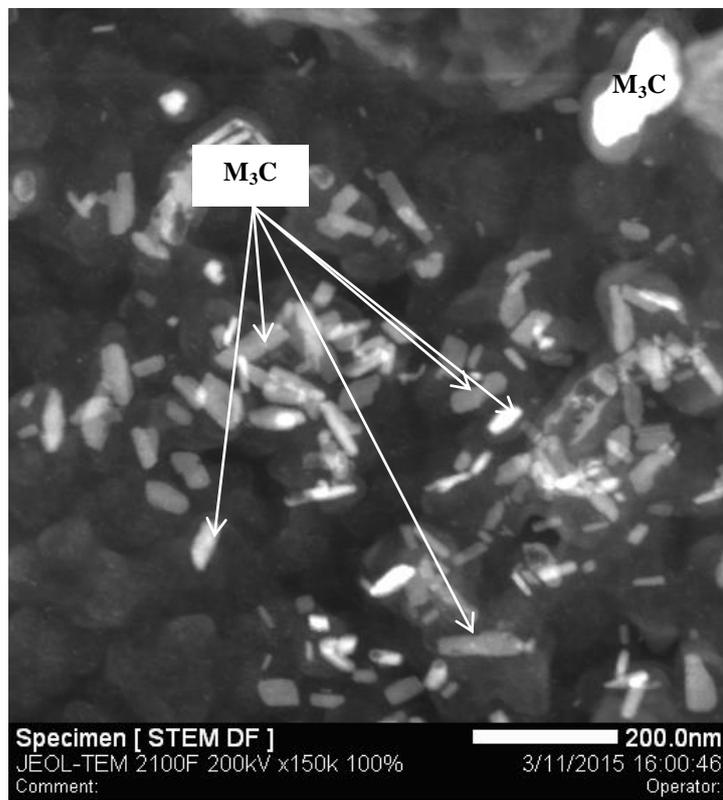
(b)

Região de GG – ERNiCrMo-3

(340 μm da LF)



(c)



(d)

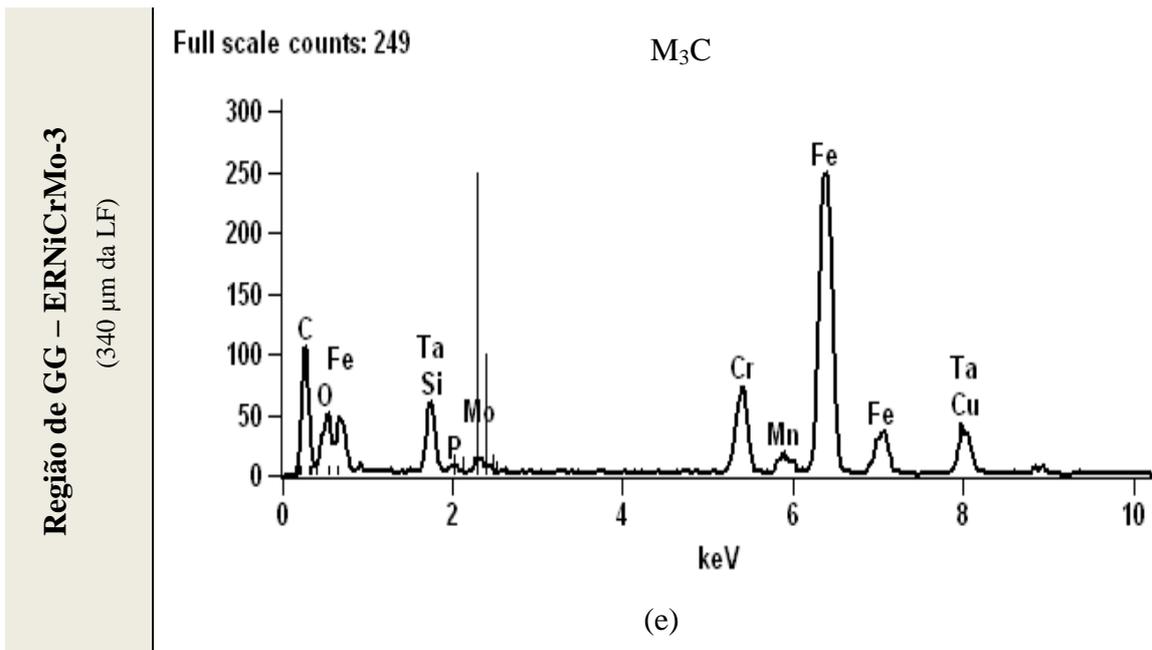
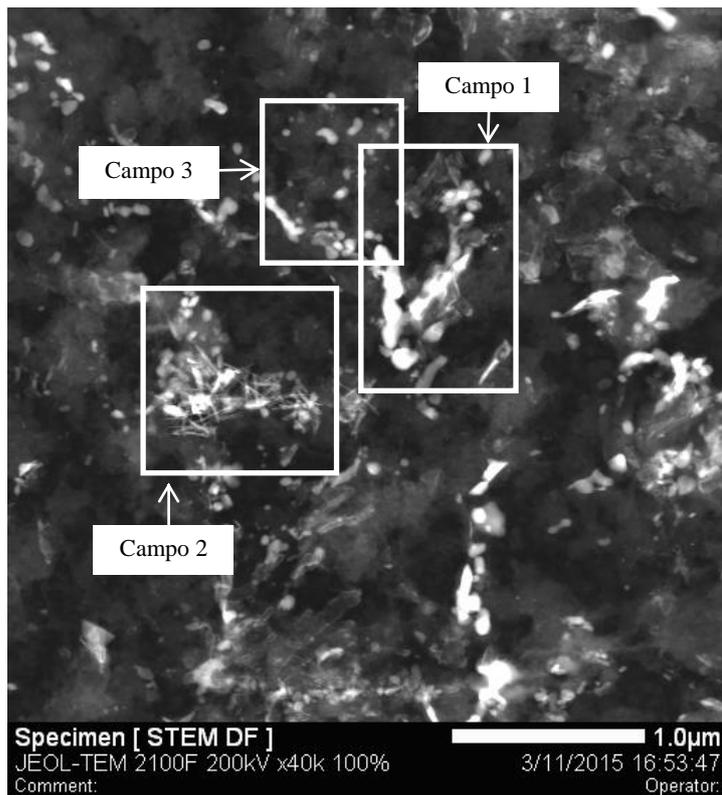


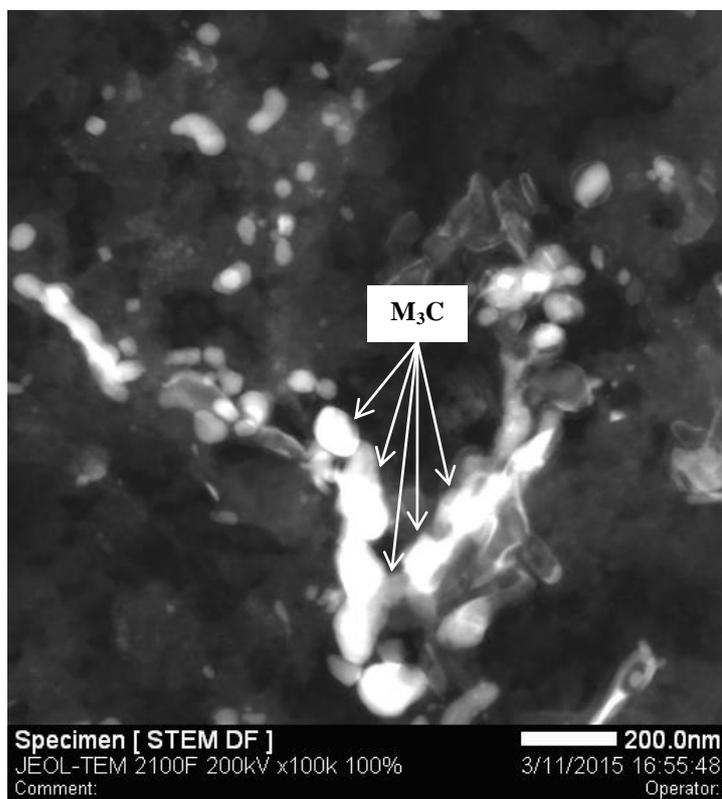
Figura 49 – MET na região de GG a 340 μm da LF do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel. (a) Identificação dos campos a serem analisados; (b) Campo1 no CG; (c) Campo 2 no CG; (d) Campo 3 no interior do grão; (e) EDS característico dos carbonetos M_3C encontrados nos Campos 1,2 e 3.

Região de GG – ER80S-D2

(340 μm da LF)



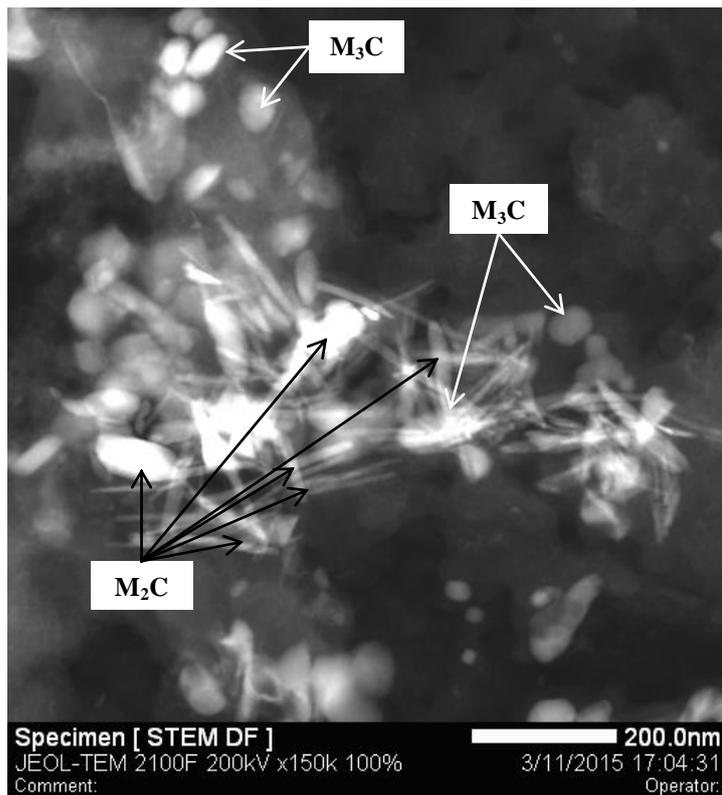
(a)



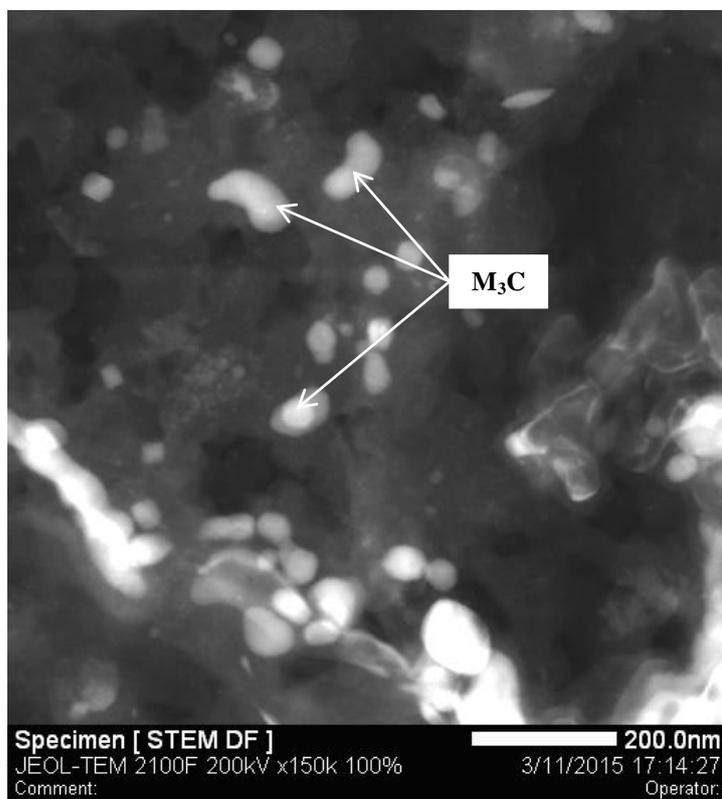
(b)

Região de GG – ER80S-D2

(340 μm da LF)

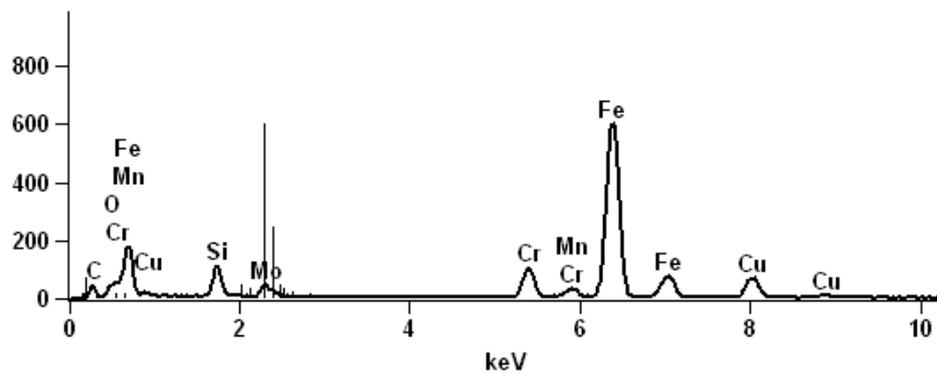


(c)



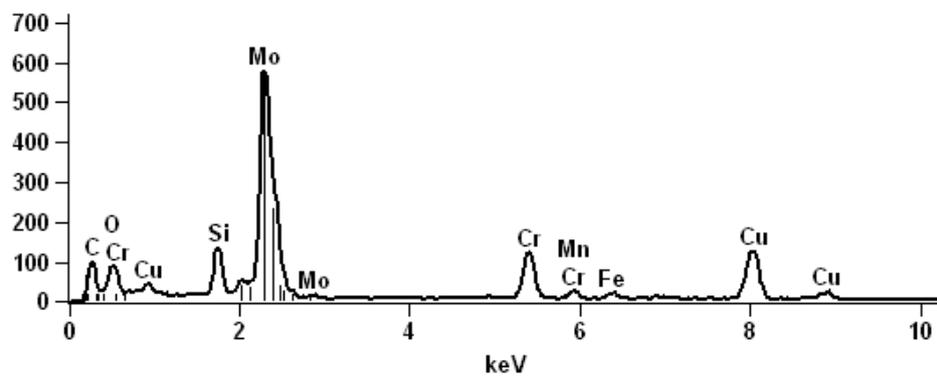
(d)

Full scale counts: 599

 M_3C 

(e)

Full scale counts: 579

 M_2C 

(f)

Figura 50 – MET na região de GG a 340 μm da LF do aço 2.25Cr-1Mo revestido com aço carbono. (a) Identificação dos campos a serem analisados; (b) Campo1 no interior do grão; (c) Campo 2 no CG; (d) Campo 3 no interior do grão; (e) EDS característico do carboneto M_3C e (f) EDS característico do M_2C .

4.1.3. Caracterização da interface no estado como soldado

4.1.3.1. Interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e a liga de níquel ERNiCrMo-3

Durante a soldagem, o níquel e o cromo presentes no metal de adição se difundem para o aço 2,25Cr-1Mo. O ferro contido no mesmo se difunde em direção a liga de níquel formando uma interface com elevados níveis de níquel, cromo e ferro, e formação de martensita no resfriamento (LAHA et al., 1990) (KLUEH et al., 1982)(NATH, 1982). O aumento dos teores de níquel e cromo da interface da solda faz com que esta região fique resistente ao ataque químico com Nital 2%.

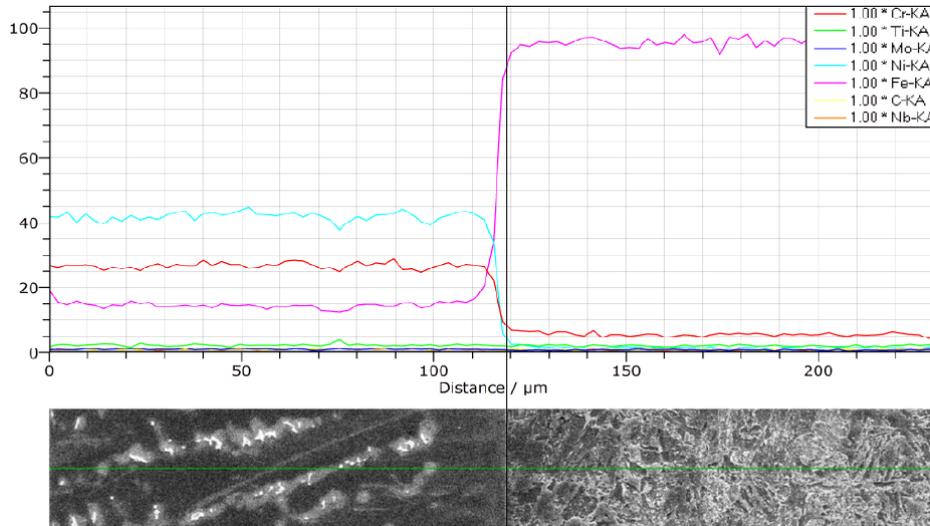
Formação de pequenas zonas descontínuas, duras e frágeis de martensita são observadas ao longo da interface definida pela linha de fusão, chamada de Zona Parcialmente Diluída (ZPD), é o principal problema de ordem metalúrgica em soldas dissimilares entre materiais austeníticos e ferríticos por ser suscetível à corrosão por pite, fragilização por hidrogênio, trincas de corrosão sob tensão em meios ácidos e ruptura por fadiga. Além disso, há a presença de constituintes intermetálicos (carbonetos e nitretos), como produtos de transformação no estado sólido após TTPS, bem como a possível precipitação de fases *sigma* ou *chi* durante a soldagem (OLIVEIRA, 2013).

Sua dimensão é na ordem de dezenas de micrometros, possuindo composição química diferente entre si, e intermediárias entre o metal de adição e o substrato, não podendo ser estimadas por cálculos de diluição, sendo possível conhecer a composição química apenas por técnicas de microanálise (OLIVEIRA, 2013).

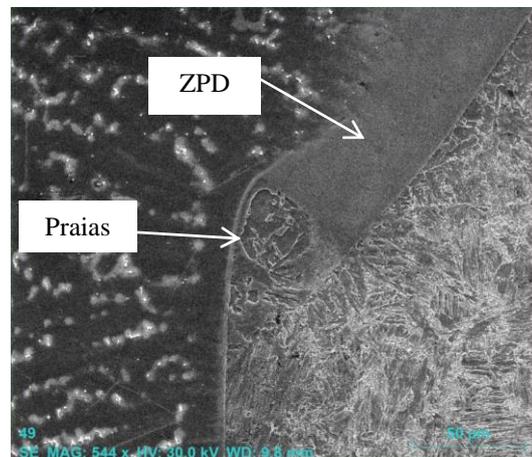
Além das estruturas de “praias” que são faixas finas e estreitas ao longo da linha de fusão das ZPD, análise em MEV da região interfacial das amostras evidencia que algumas áreas durante o processo de soldagem, não foram totalmente fundidas (Figura 51). A presença de ZPD e regiões não-fundidas podem causar uma interface ondulada com características tridimensionais.

Com auxílio de EDS em linha, Figura 52, foi possível analisar a composição química através da junta dissimilar entre o aço 2,25Cr-1Mo e a liga de níquel. Nela se observa que na ZPD próxima ao substrato, ocorre uma queda do teor de ferro, acompanhada de aumento dos teores de níquel e cromo. No ponto de interseção entre a curva do ferro e do níquel é onde este elemento passa a ser solvente em detrimento ao ferro. Outro ponto

a ser ponderado é que a ZPD não está necessariamente associada à divisa macro/microscópica entre os materiais dissimilares, podendo estar a alguns μm da LF na ZTA do aço 2,25Cr-1Mo. Esta região de início da ZPD corresponderia a uma zona estagnada ou com escoamento laminar proposto por Kou e Yang (KOU; YANG, 2007).

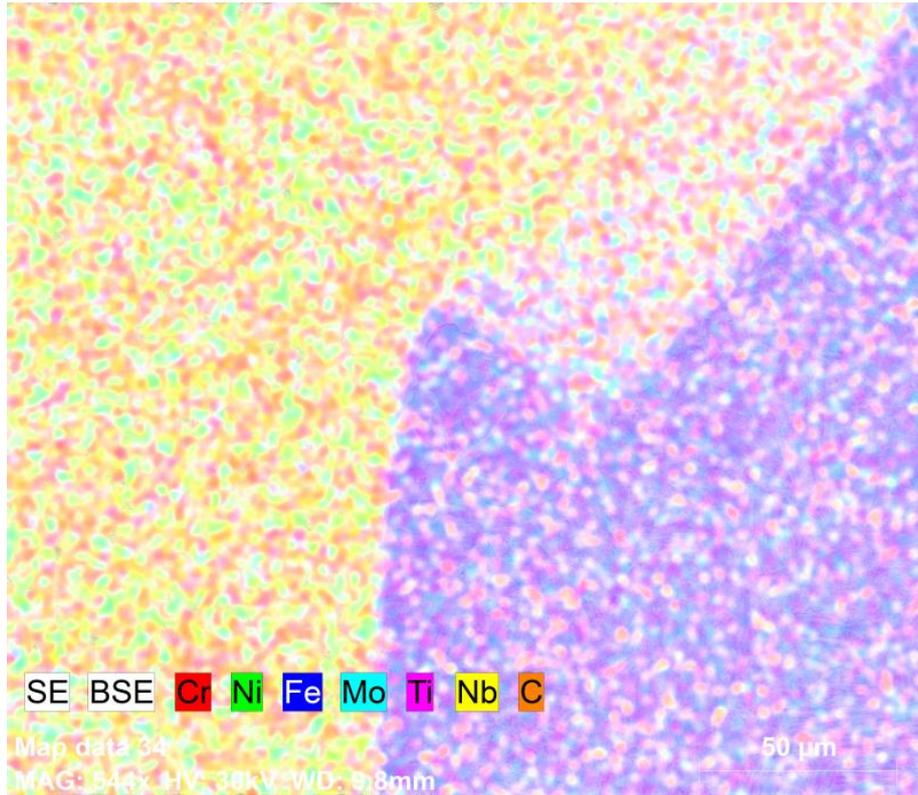


(a)

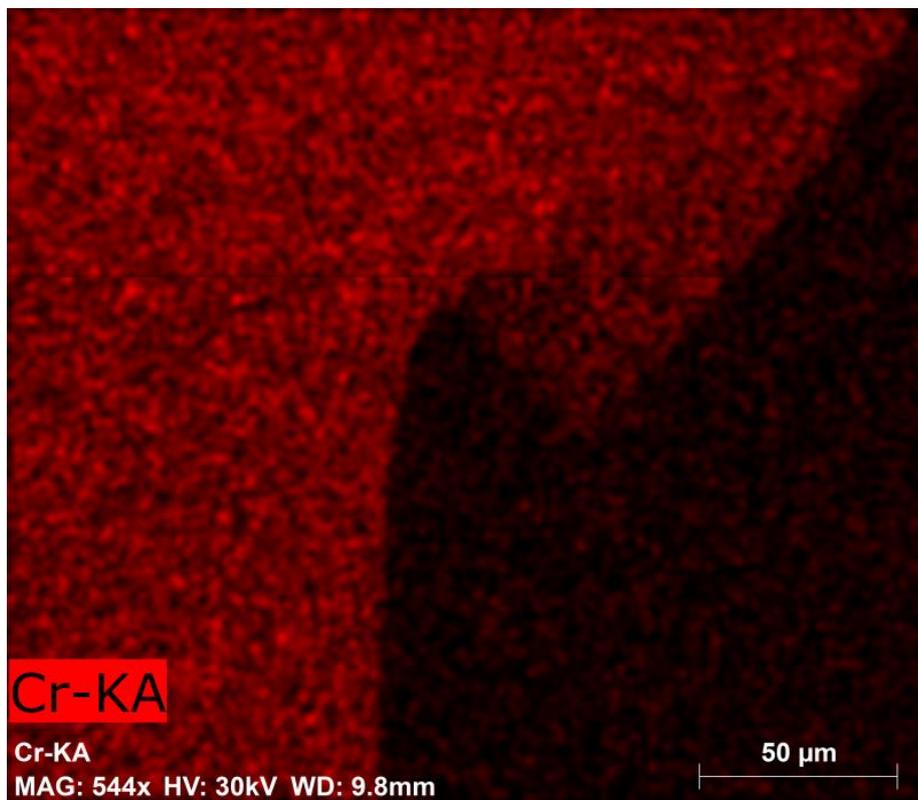


(b)

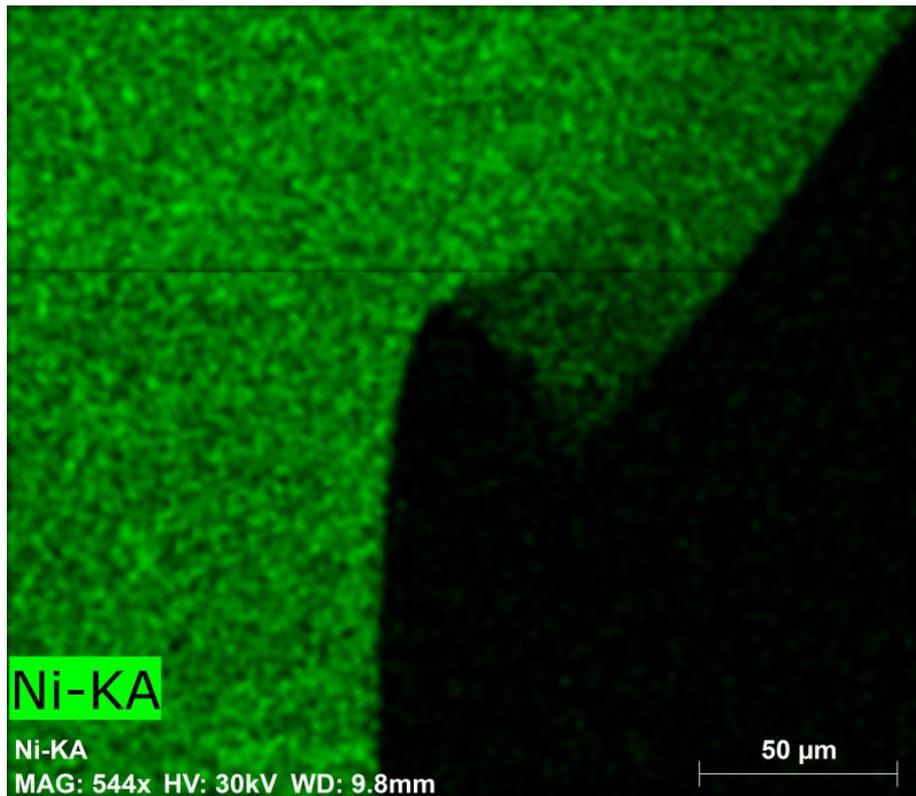
Figura 51 – (a) EDS em linha indicando mudança composicional entre os materiais de solda dissimilar compostos por liga de níquel e pelo aço baixa liga 2,25Cr-1Mo. (b) MEV da interface entre o revestimento de liga de níquel e o aço 2,25Cr-1Mo mostrando as regiões de praia e ZPD.



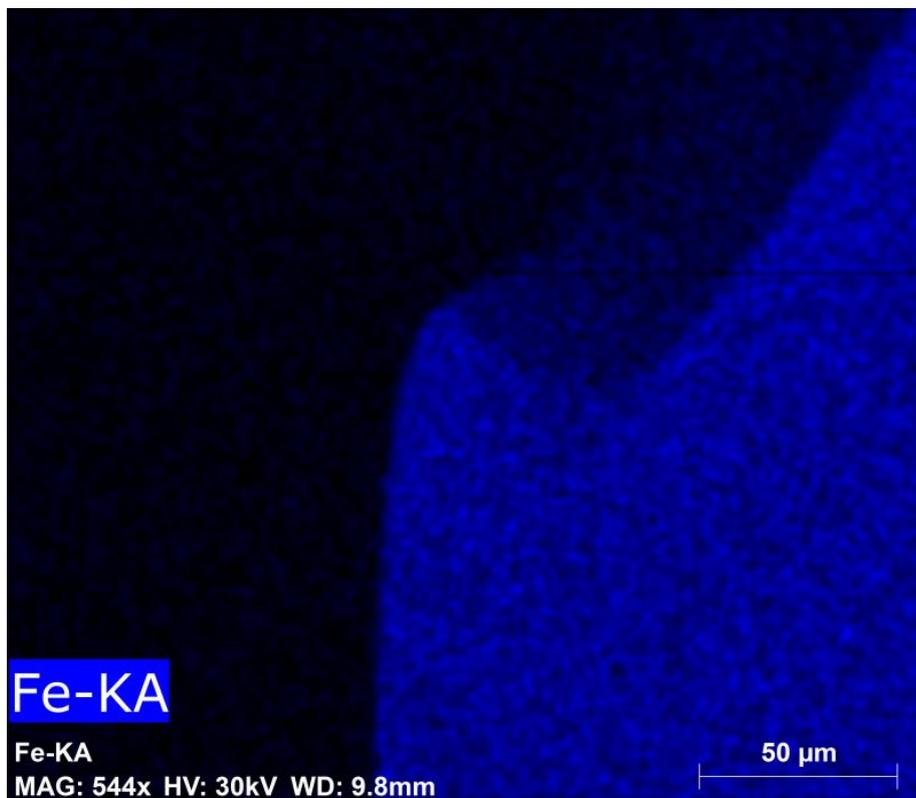
(a)



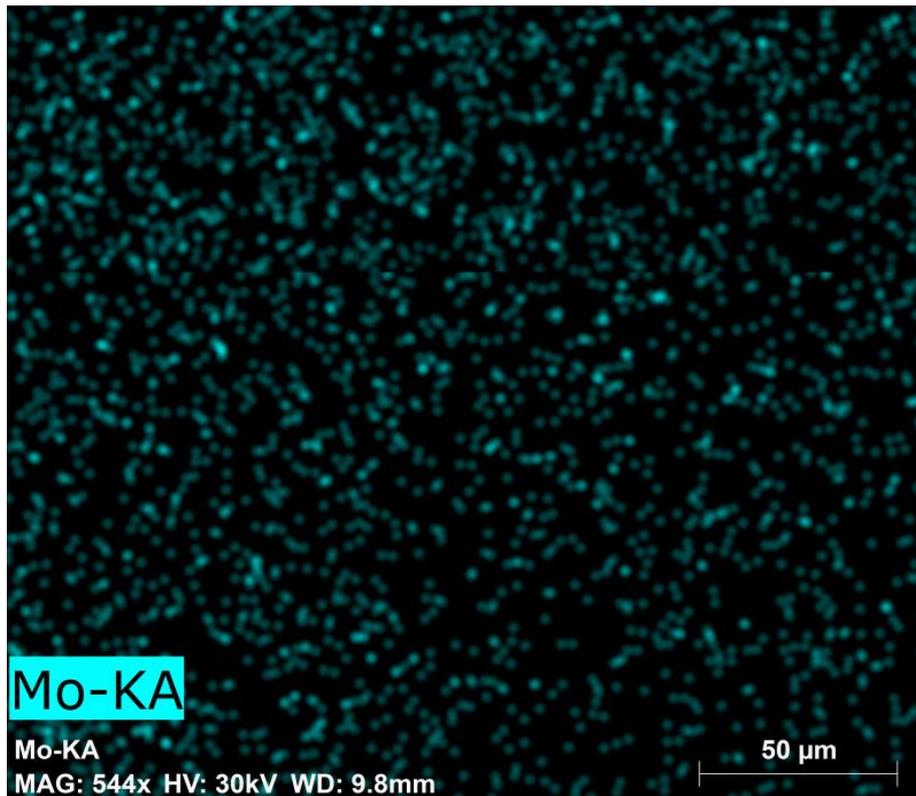
(b)



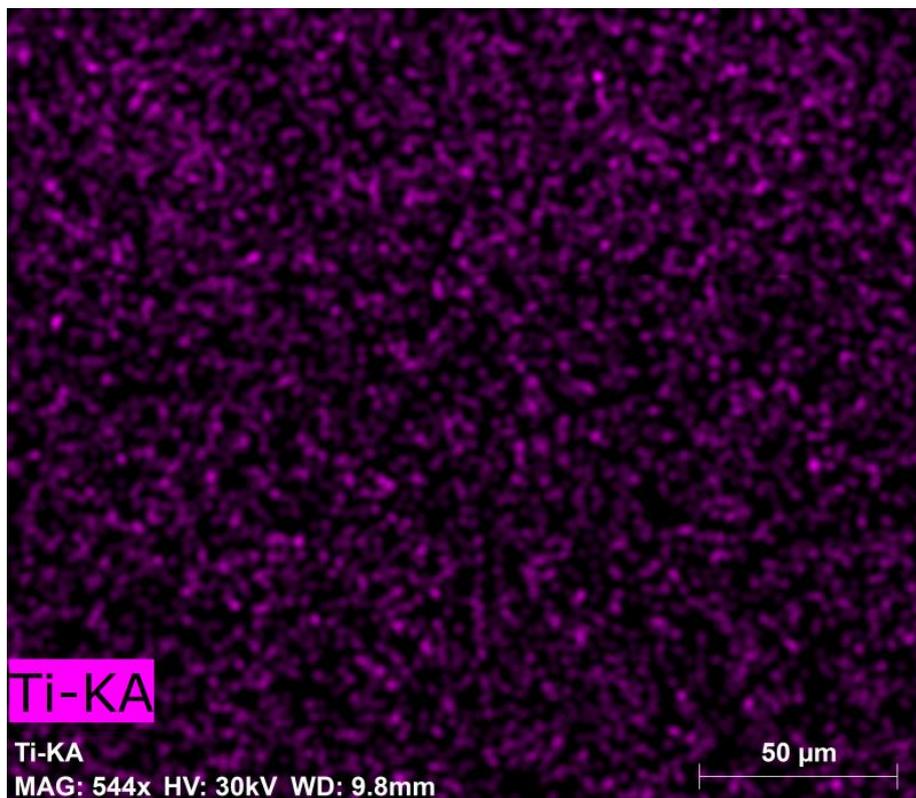
(c)



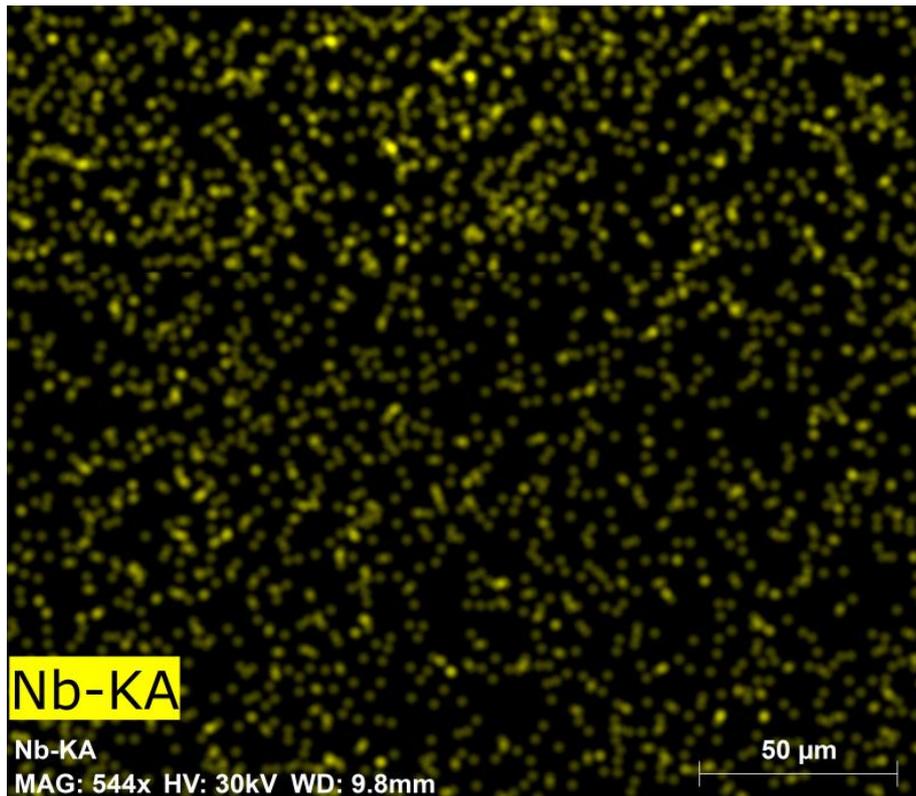
(d)



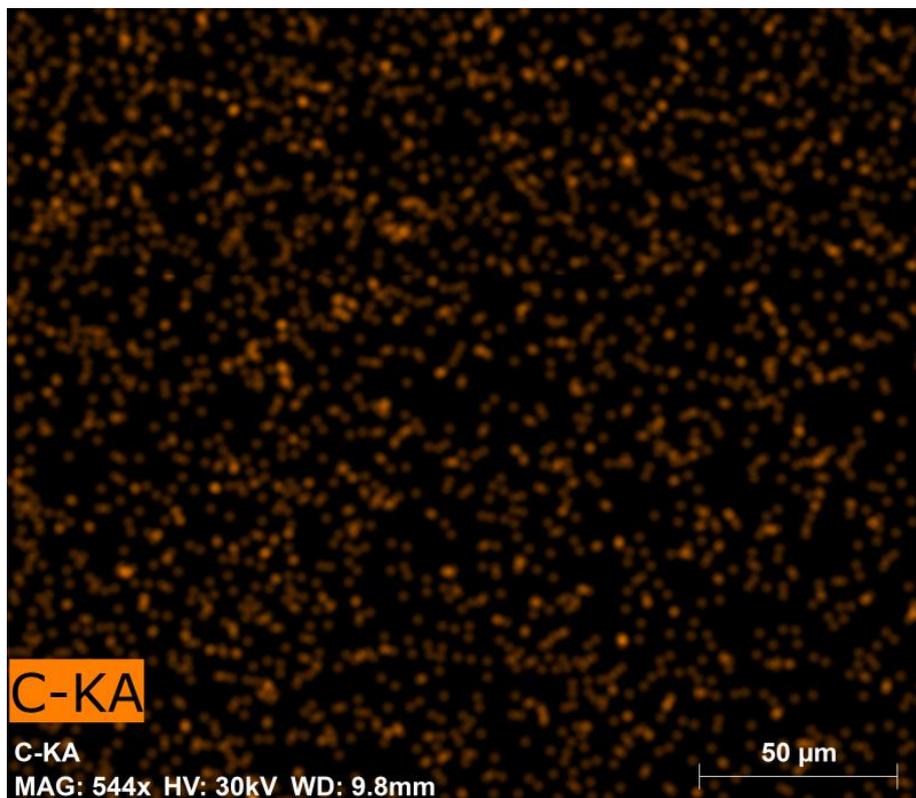
(e)



(f)



(g)



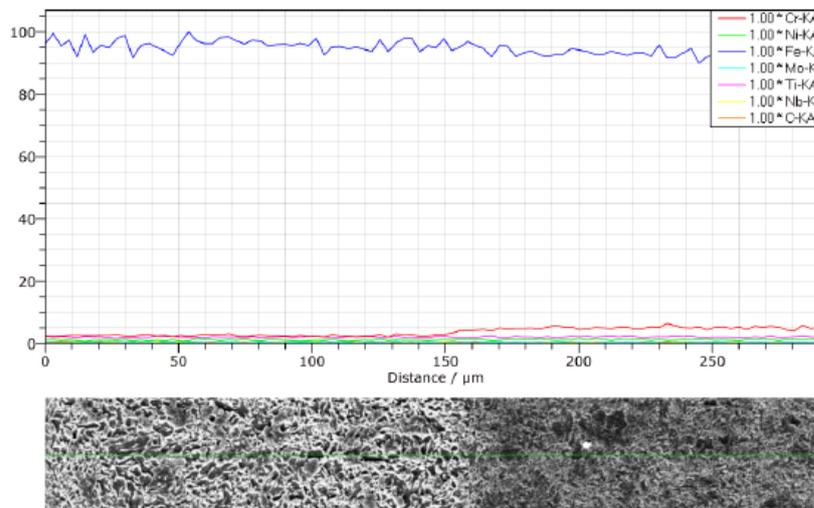
(h)

Figura 52 – Mapas da composição química da interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e o revestimento de liga de níquel. (a) multicomposicional; (b) Cr; (c) Ni; (d) Fe; (e) Mo; (f) Ti; (g) Nb; (h) C.

4.1.3.2. Interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e o aço carbono ER80S-D22

Ao analisar a distribuição dos elementos químicos, por EDS em linha (Figura 53), ao longo da interface de solda dissimilar entre o aço 2,25Cr-1Mo e o metal de solda de aço carbono é possível notar uma sutil diferença do teor de Cr, sendo superior no substrato. Além disso, devido ao substrato ser de baixa liga, há menor teor de ferro no material, sendo em torno de 5% menor quando comparado ao metal de solda. Os demais elementos analisados não foram observadas diferenças relevantes, em função da resolução limitada do equipamento.

Mapas dessa região também foram realizados (Figura 54), evidenciando, de fato, uma maior diferenciação entre os materiais no que diz respeito ao teor de cromo, sendo maior na região da ZTA.

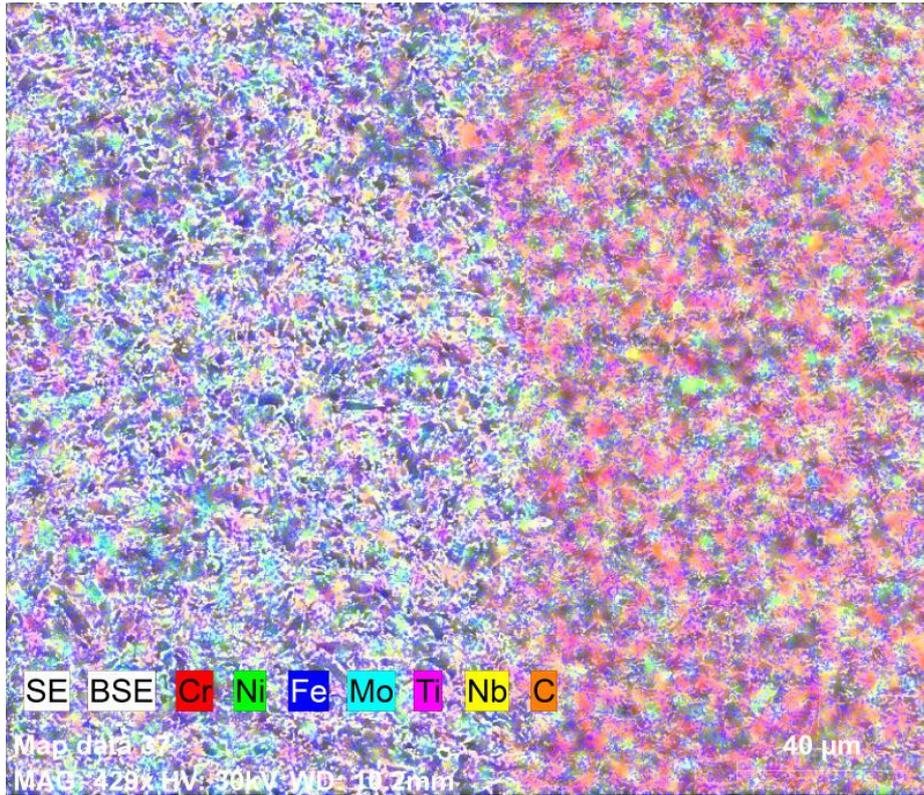


(a)

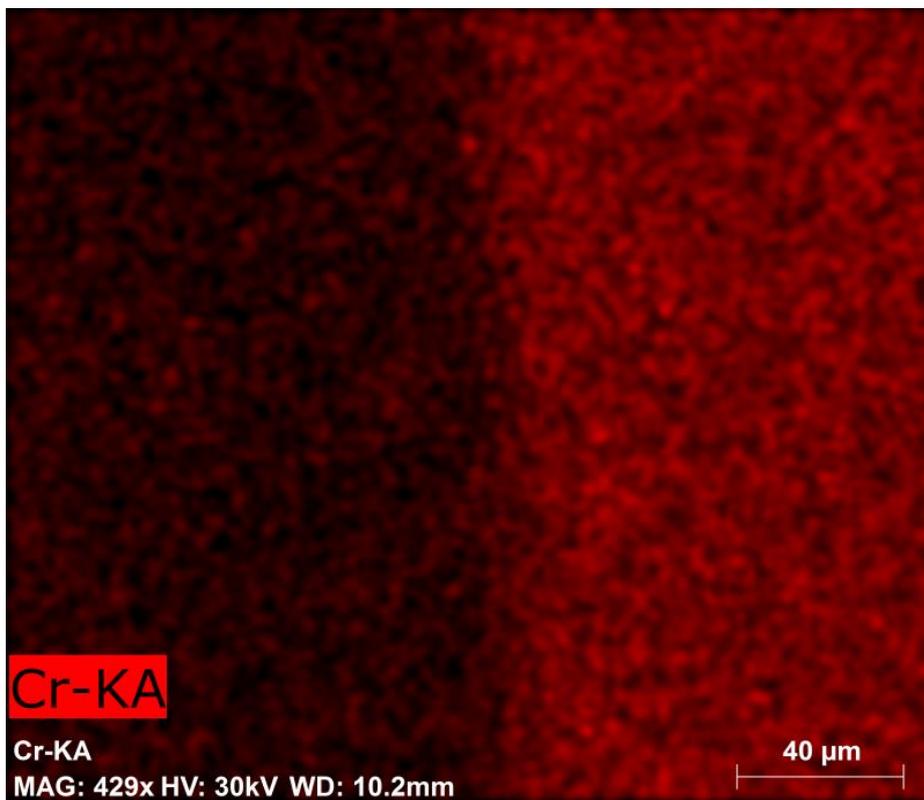


(b)

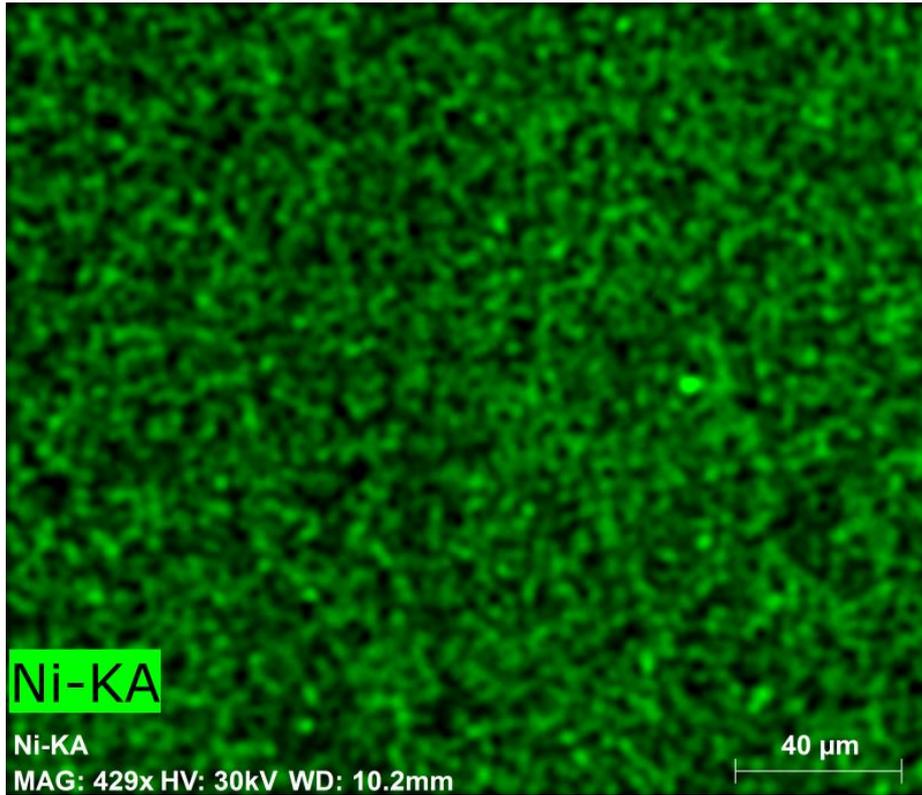
Figura 53 – (a) EDS em linha e (b) MEV da interface do aço 2,25Cr-1Mo amanteigado com aço carbono no estado como soldado.



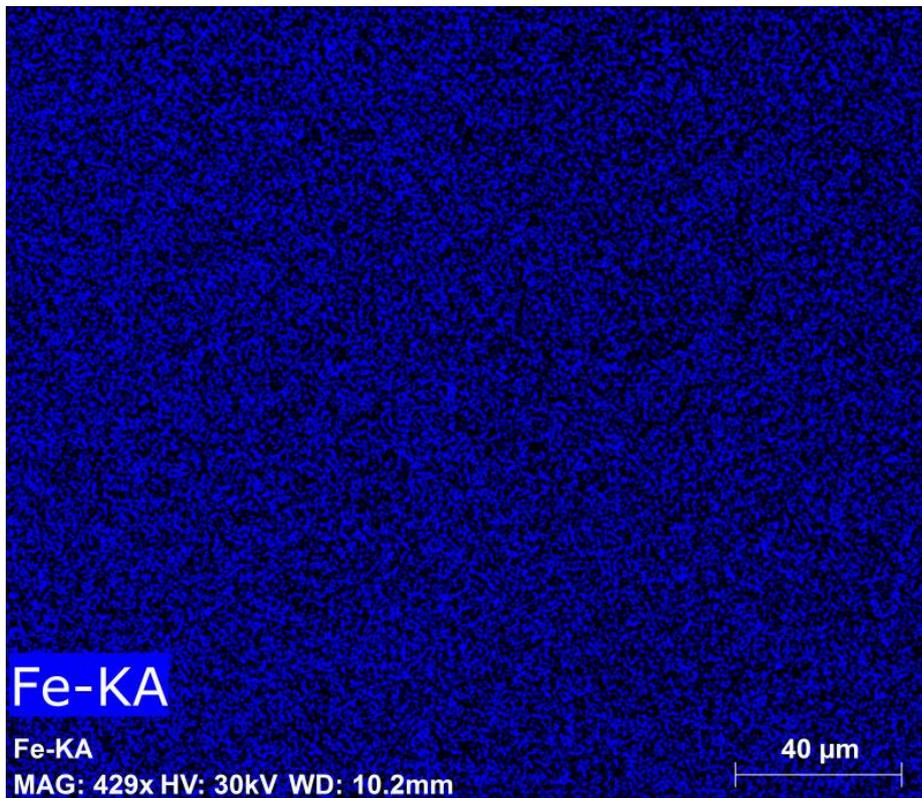
(a)



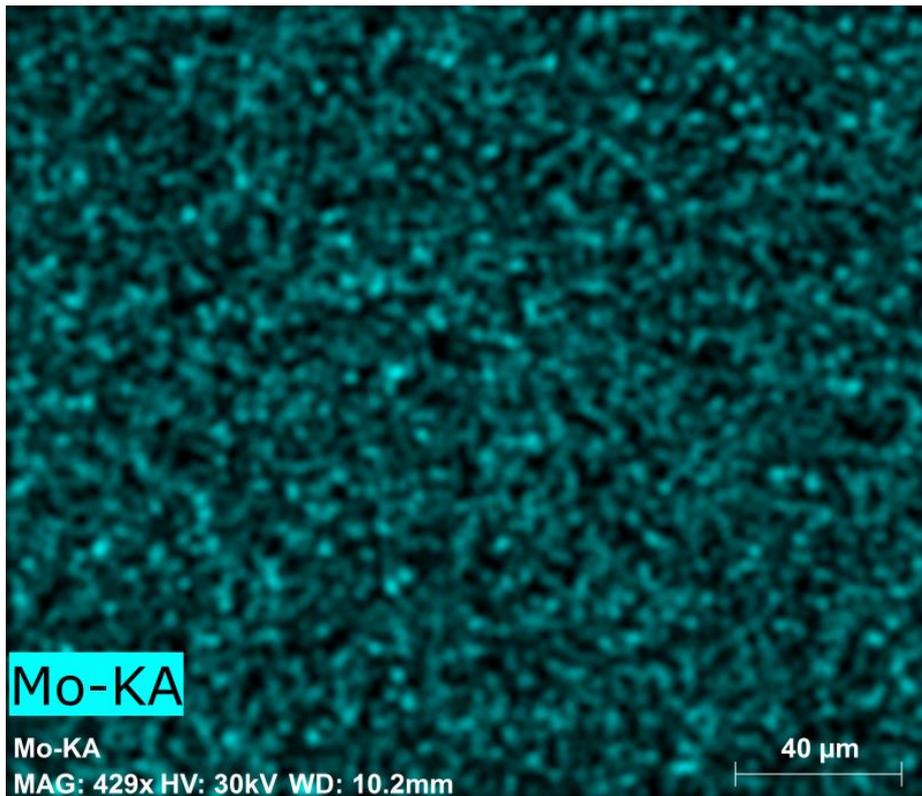
(b)



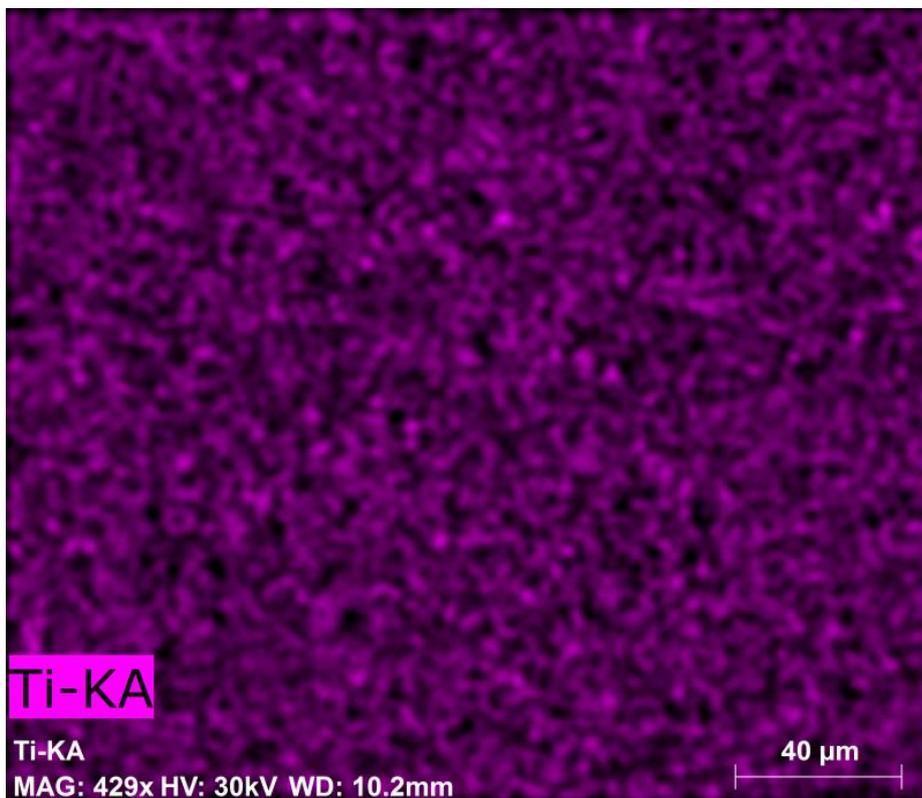
(c)



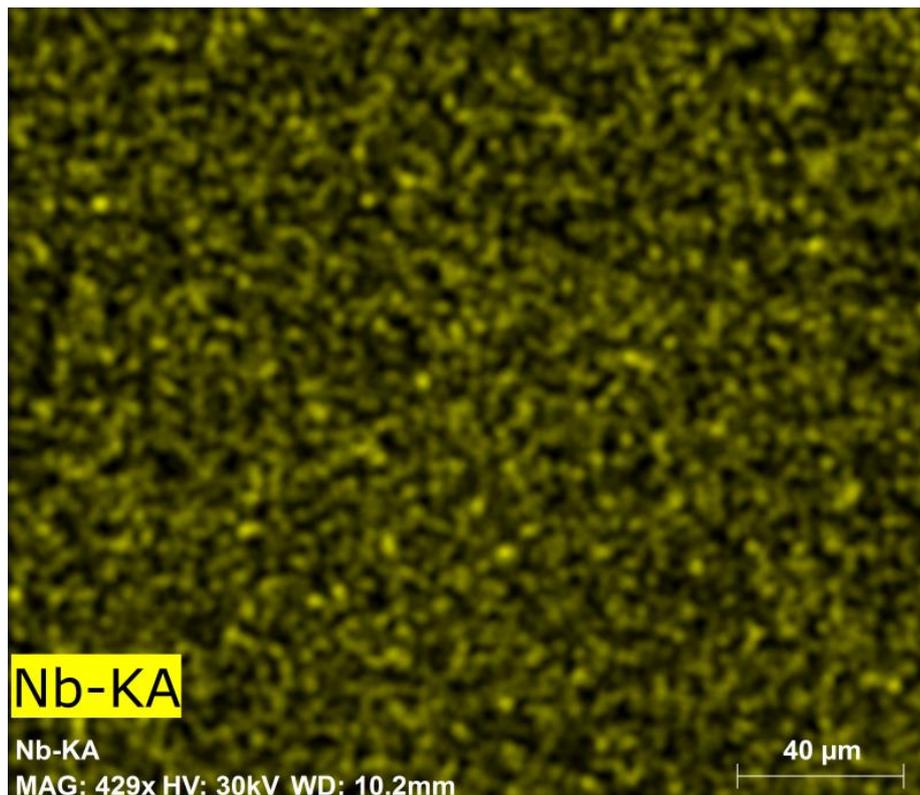
(d)



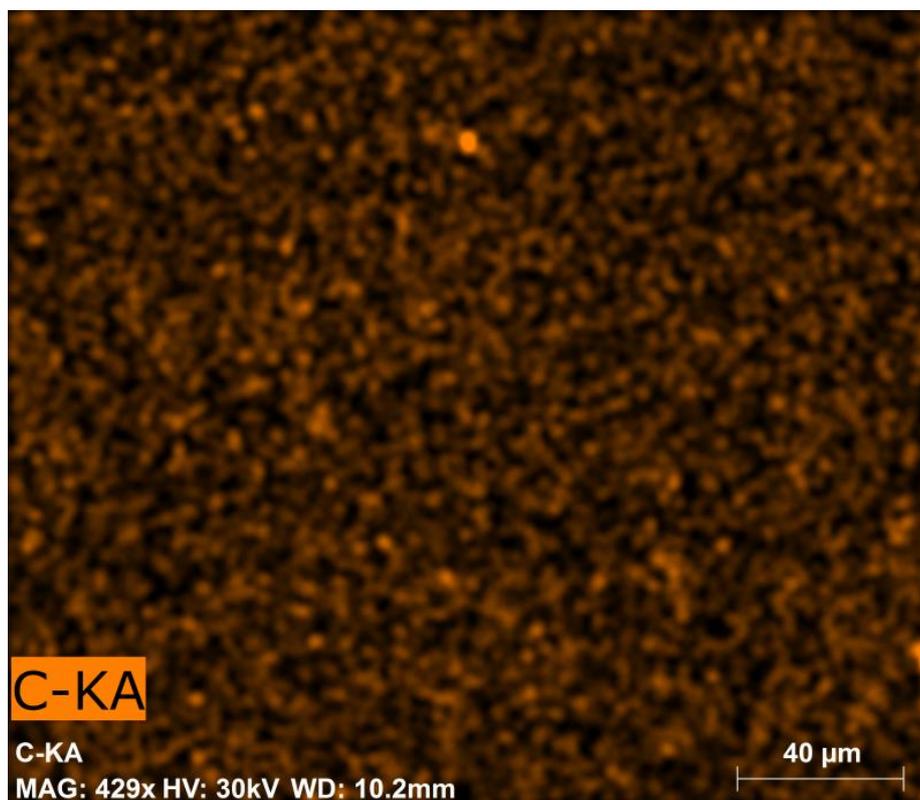
(e)



(f)



(g)



(h)

Figura 54 – Mapas da composição química da interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e o amantejamento com aço carbono. (a) multicomposicional; (b) Cr; (c) Ni; (d) Fe; (e) Mo; (f) Ti; (g) Nb; (h) C.

4.1.4. Caracterização microestrutural da ZTA do aço 2,25Cr-1Mo após TTPS

Com objetivo de minimizar falhas, como o trincamento sob tensão induzido pelo hidrogênio, o aço 2,25Cr-1Mo é submetido a tratamento térmico de alívio de tensões a 650 °C durante 5 h. O TTPS fornece maior homogeneização à microestrutura formada após a soldagem e reduz a dureza ao longo da ZTA (TAMMASOPHON; HOMHRAJAI, 2011).

4.1.4.1. Região subcrítica

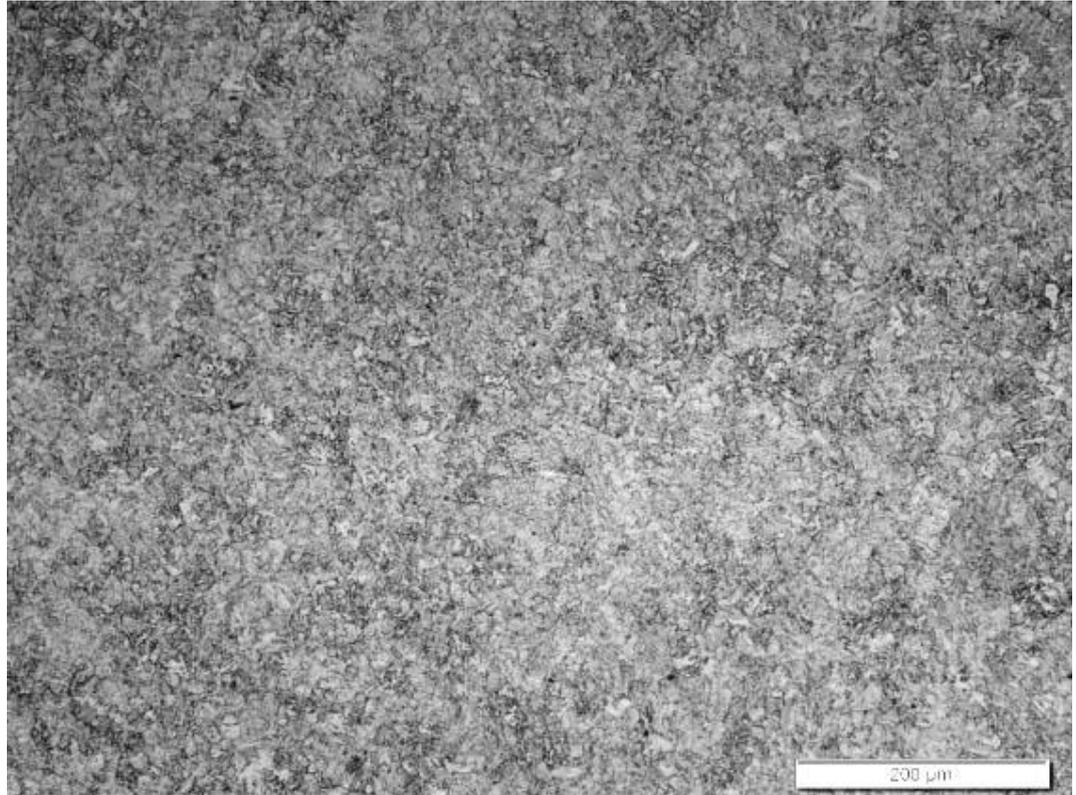
Esta região aquecida durante o ciclo térmico de soldagem em temperaturas subcríticas apresenta uma redução da dureza após TTPS, Figura 29. Com auxílio de MEV é possível observar a presença de carbonetos globulares (Figura 56), diferentes dos aciculares finamente dispersos no estado como soldado, podendo ser este o motivo da redução de sua dureza. Este efeito é mais expressivo na ZTA do aço amanteigado com decaimento de cerca de 50 HV na dureza desta região.

4.1.4.2.Região intercrítica

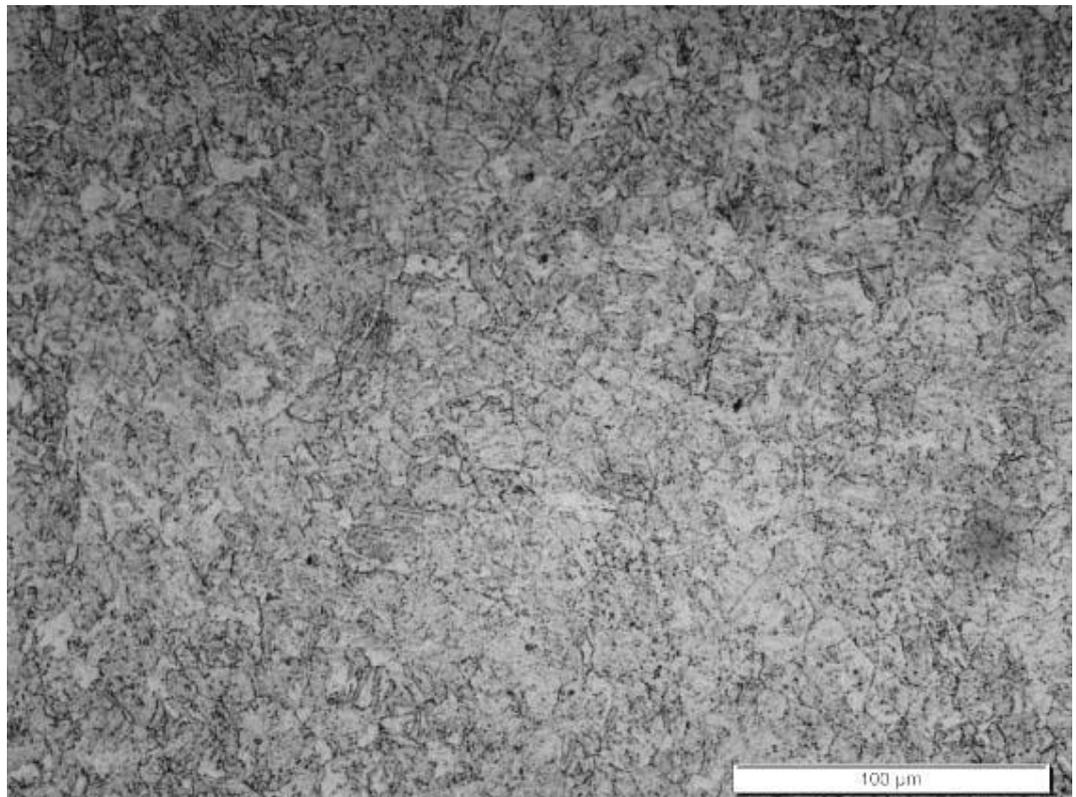
Evidencia-se, na Figura 58, a presença de carbonetos globulares nas regiões que foram reaustenitizadas durante o procedimento de soldagem e uma matriz ferrítica sem precipitados. Por microscopia ótica, Figura 57, nota-se maior precipitação e coalescimento do material revestido com liga de níquel que no amanteigamento.

Região SC – ERNiCrMo-3

(2470 μm da LF)



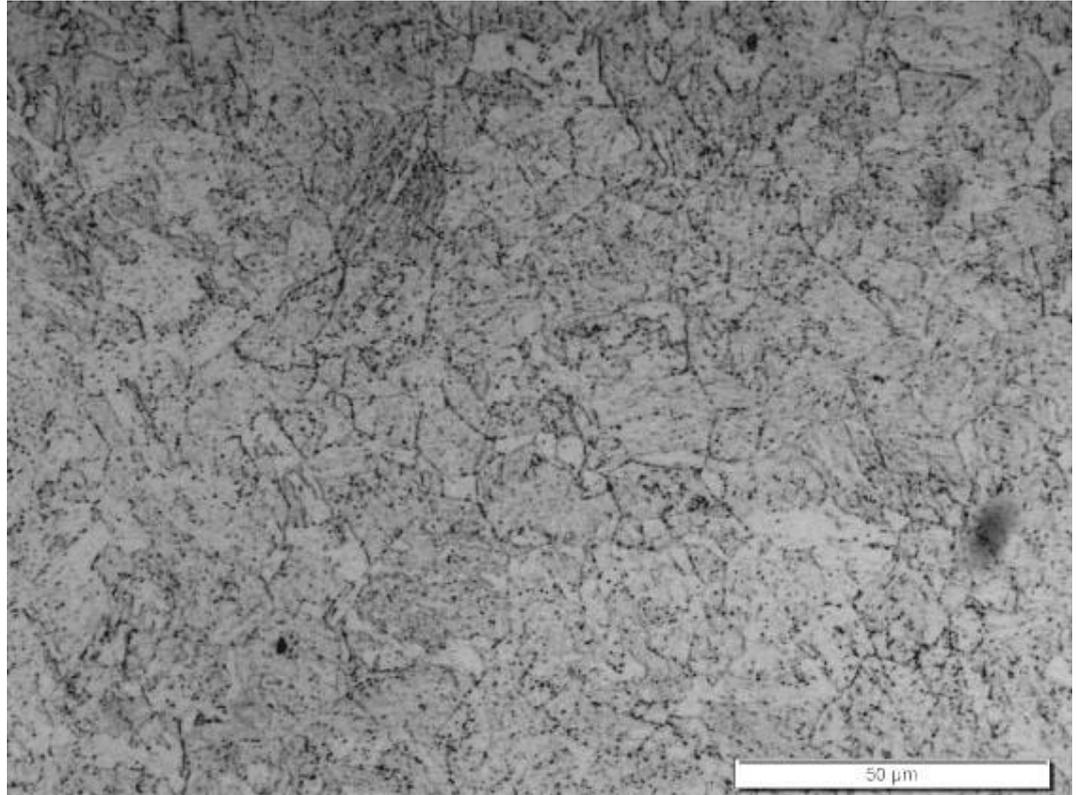
(a)



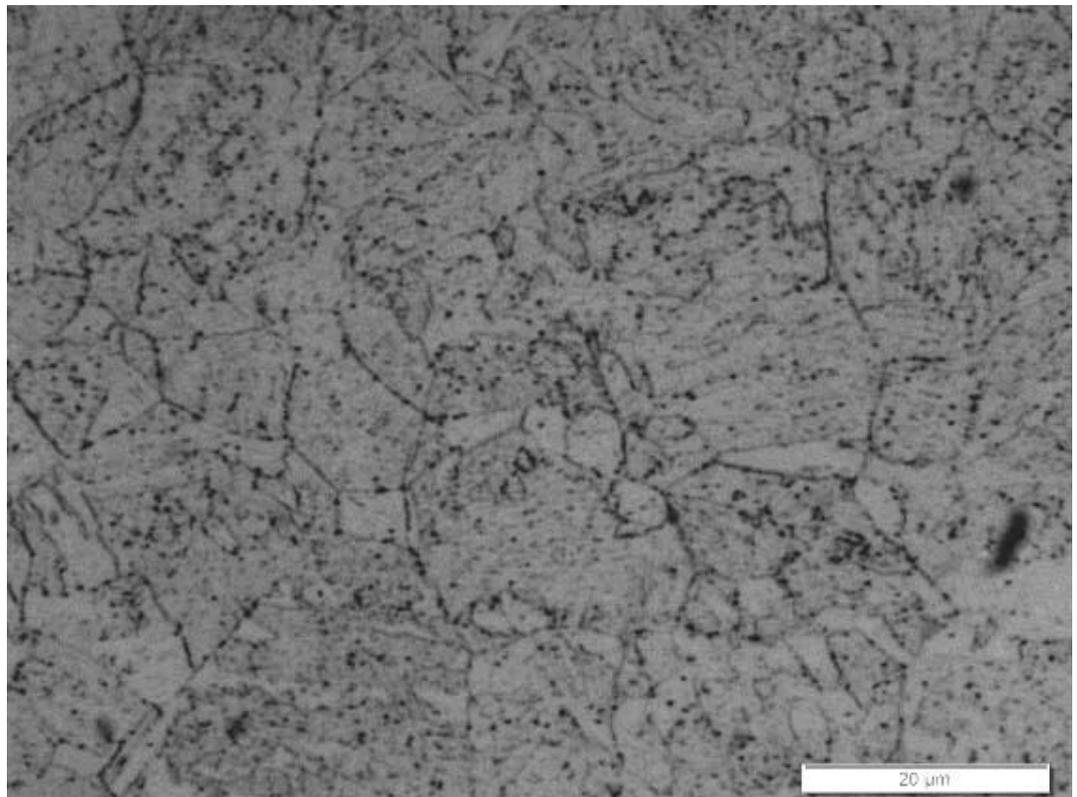
(b)

Região SC – ERNiCrMo-3

(2470 μm da LF)

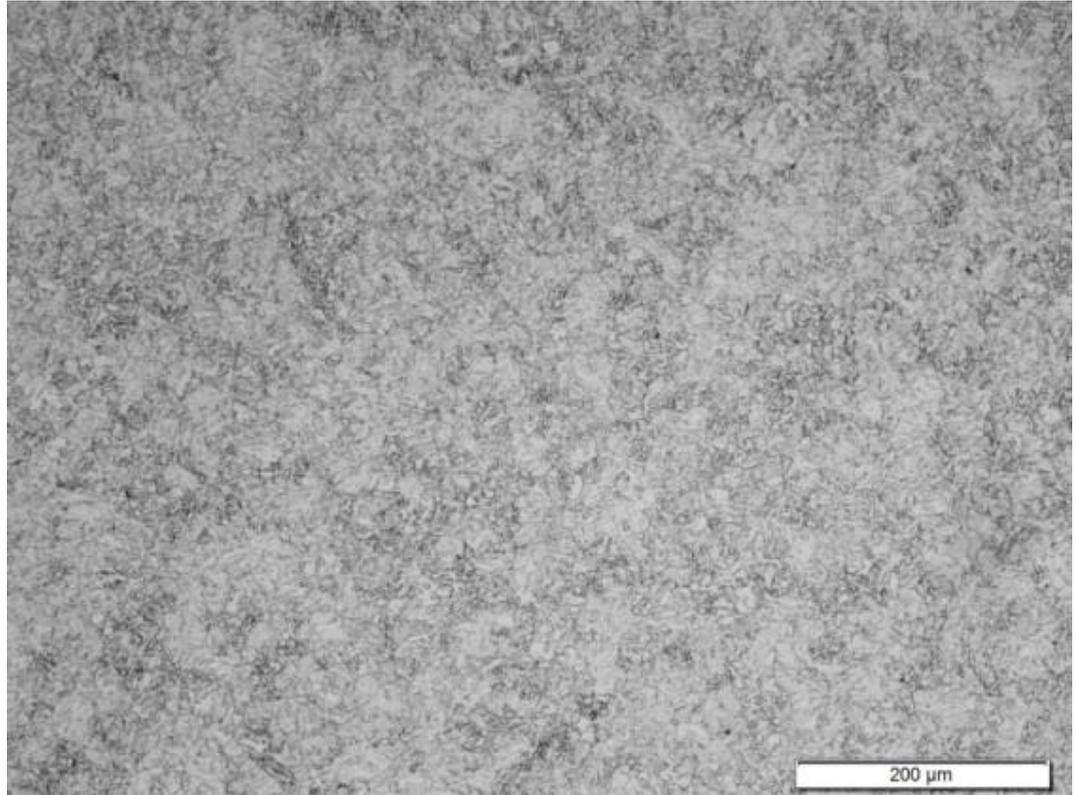


(c)

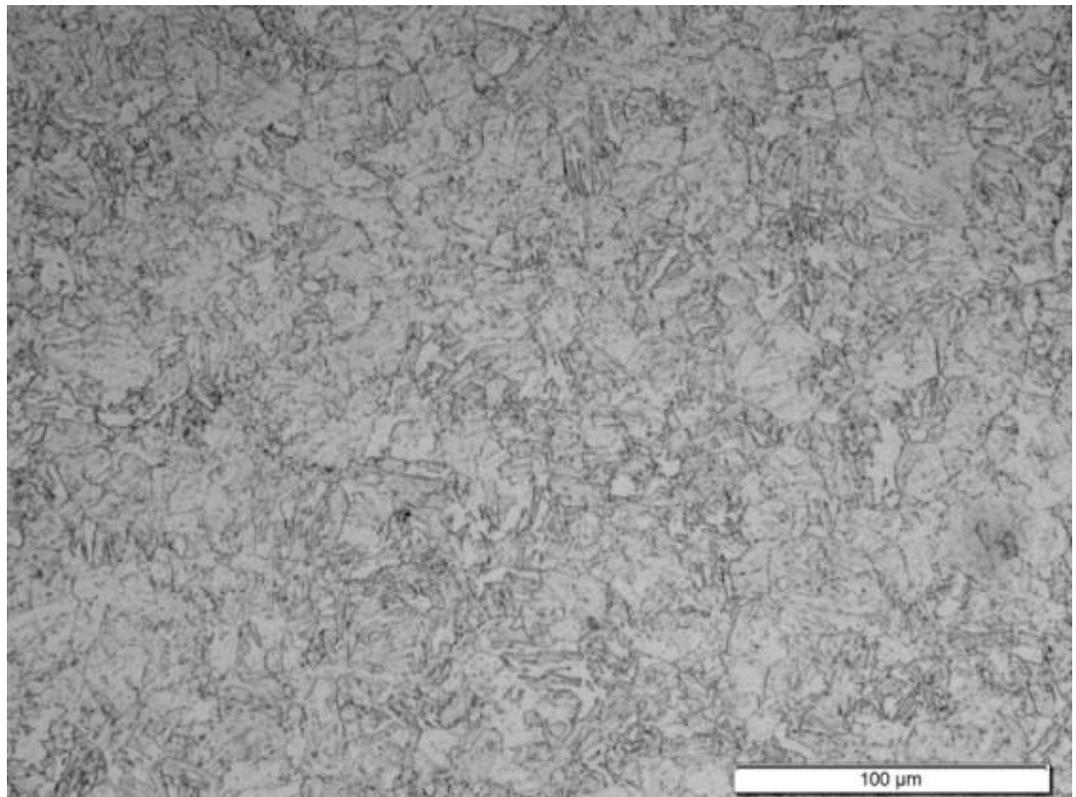


(d)

Região SC – ER80S-D2
(4000 µm da LF)



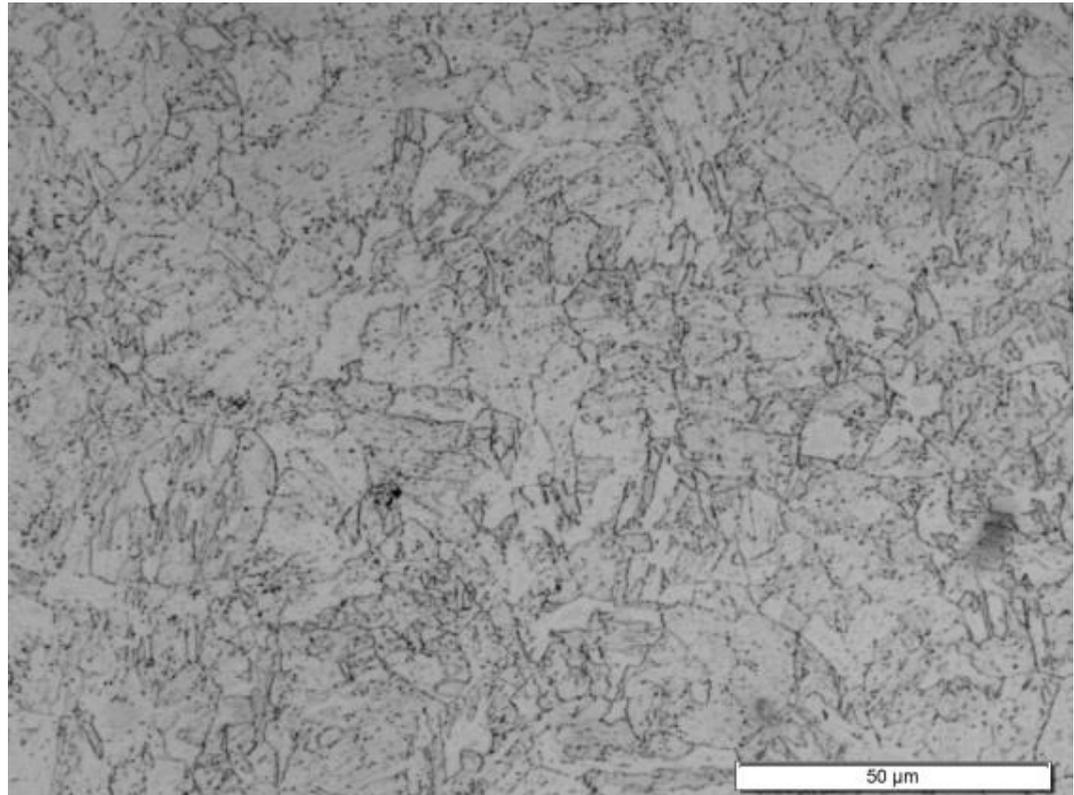
(e)



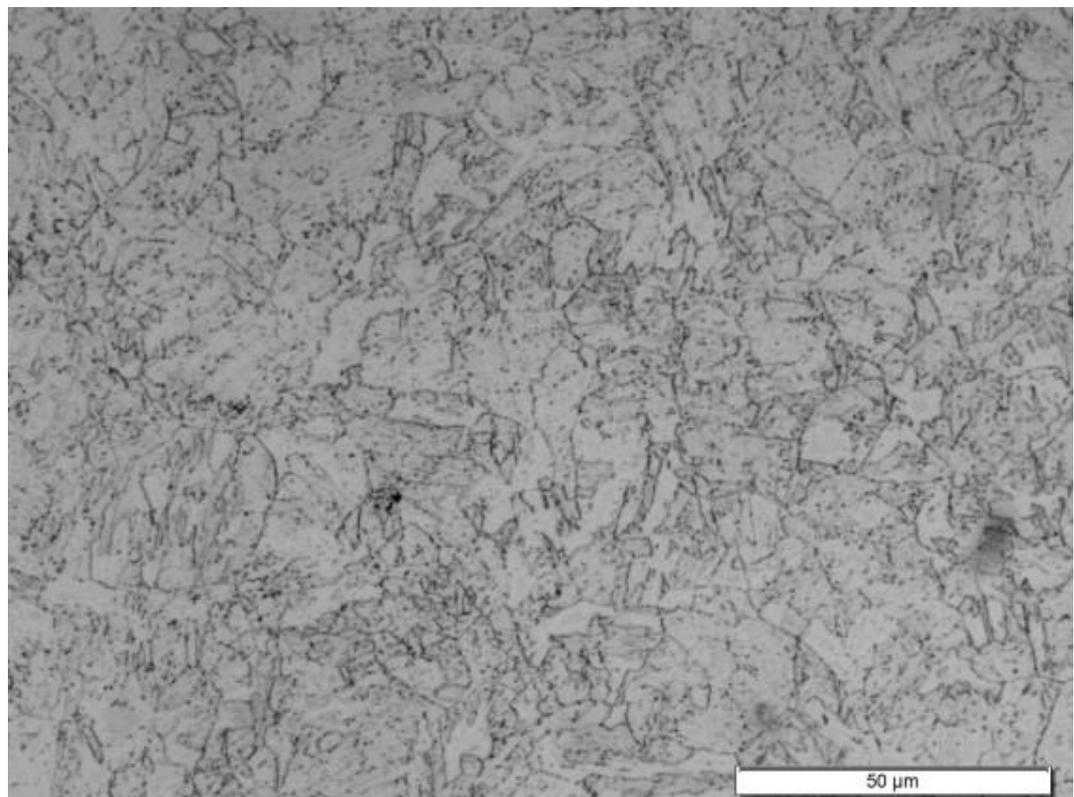
(f)

Região SC – ER80S-D2

(4000 μm da LF)



(g)

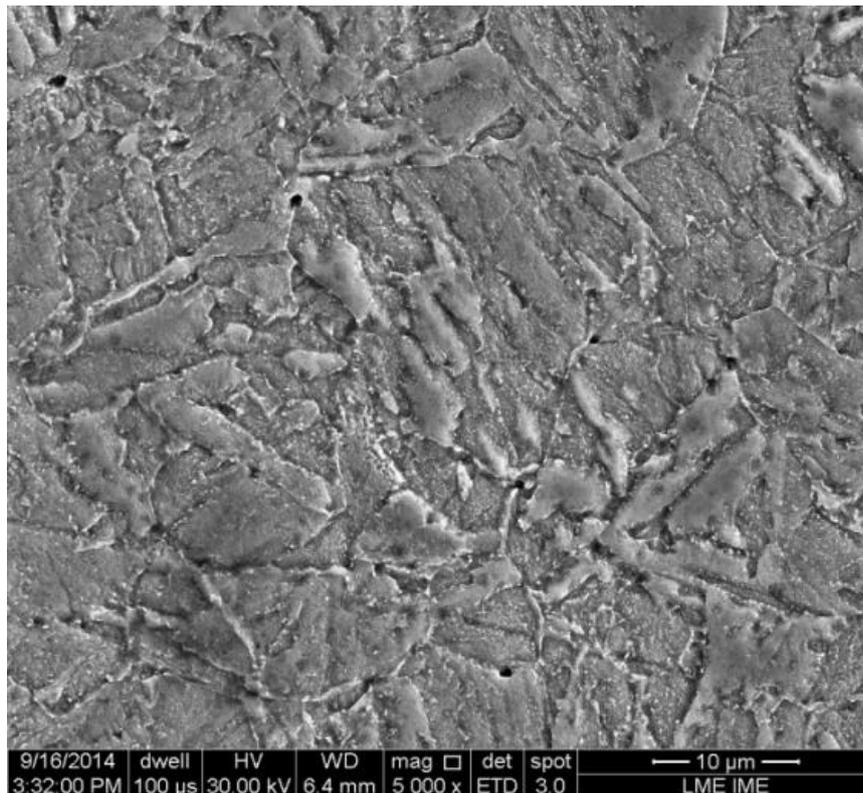


(h)

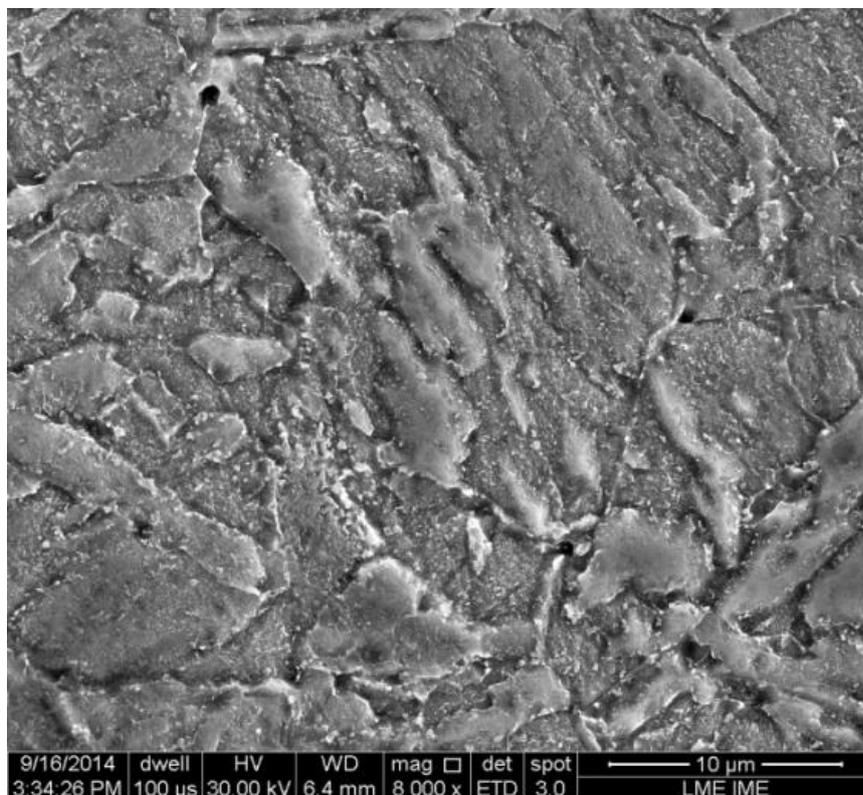
Figura 55 – MO em diferentes magnitudes da região subcrítica do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.

Região SC – ERNiCrMo-3

(2470 µm da LF)



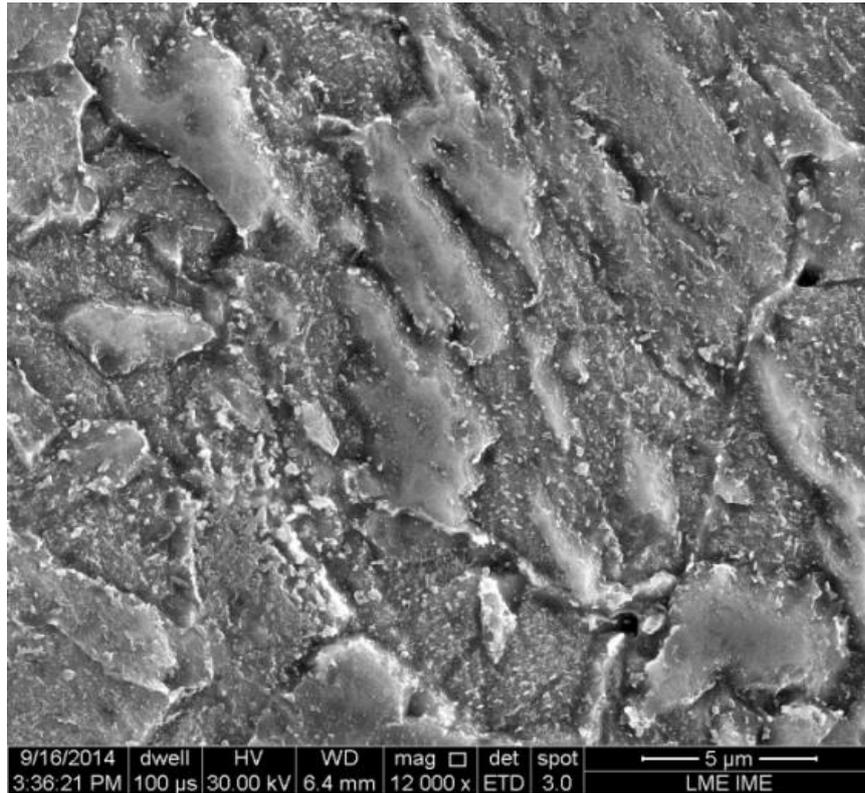
(a)



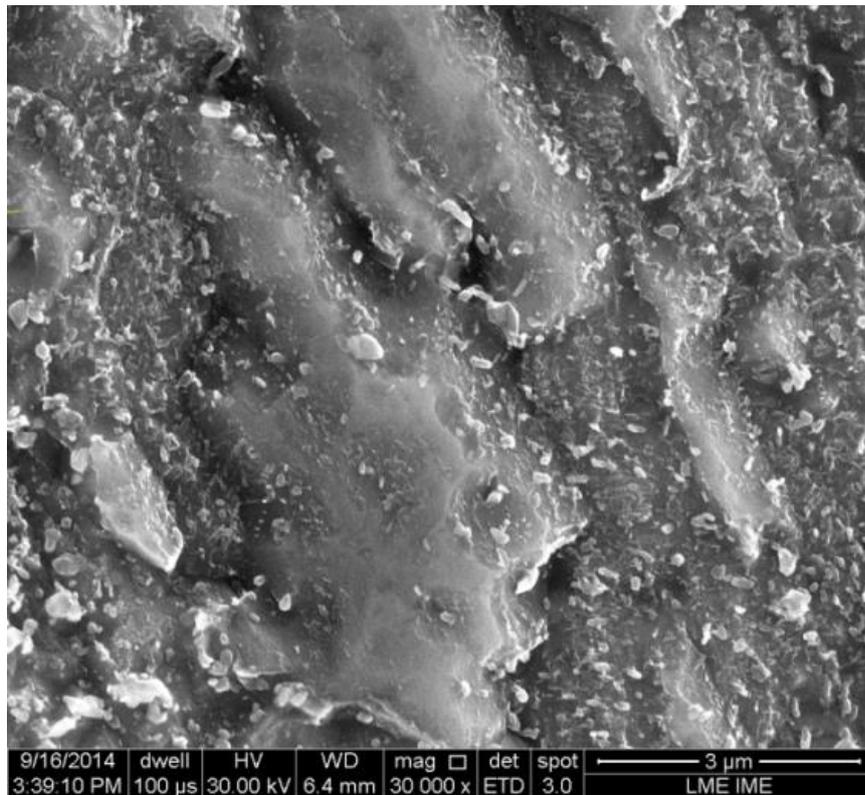
(b)

Região SC – ERNiCrMo-3

(2470 μm da LF)



(c)

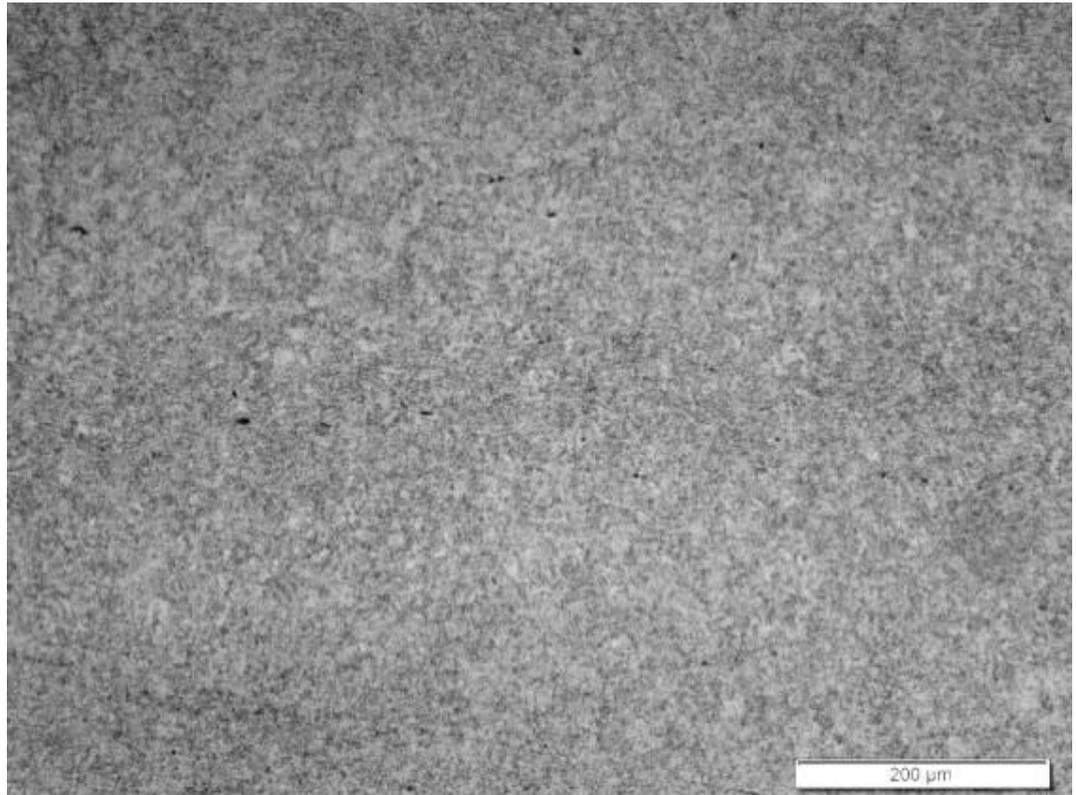


(d)

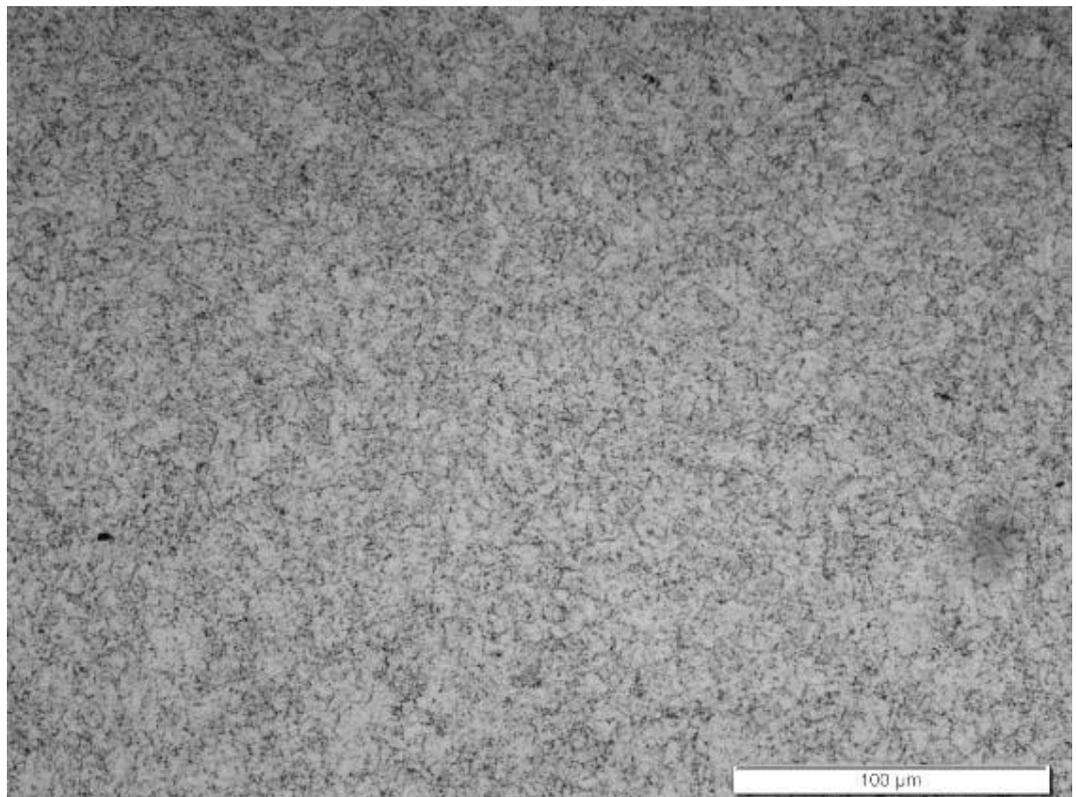
Figura 56 – MEV em diferentes magnitudes da região subcrítica do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel.

Região IC – ERNiCrMo-3

(2100 μm da LF)



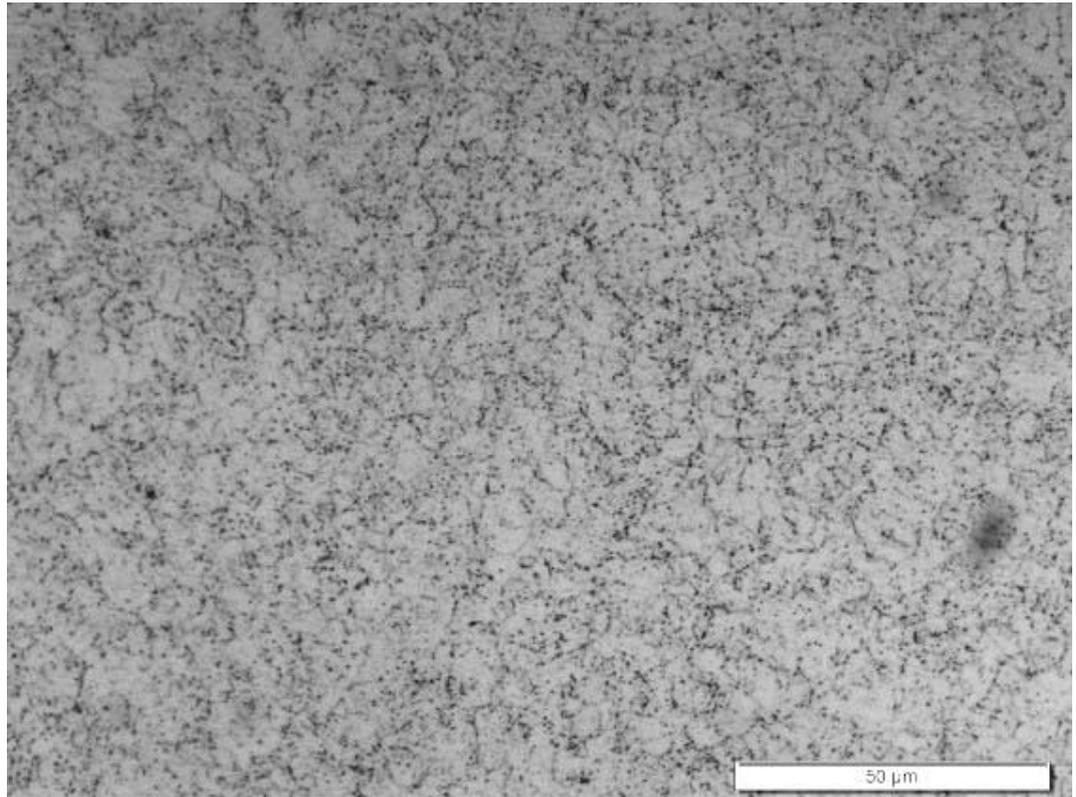
(a)



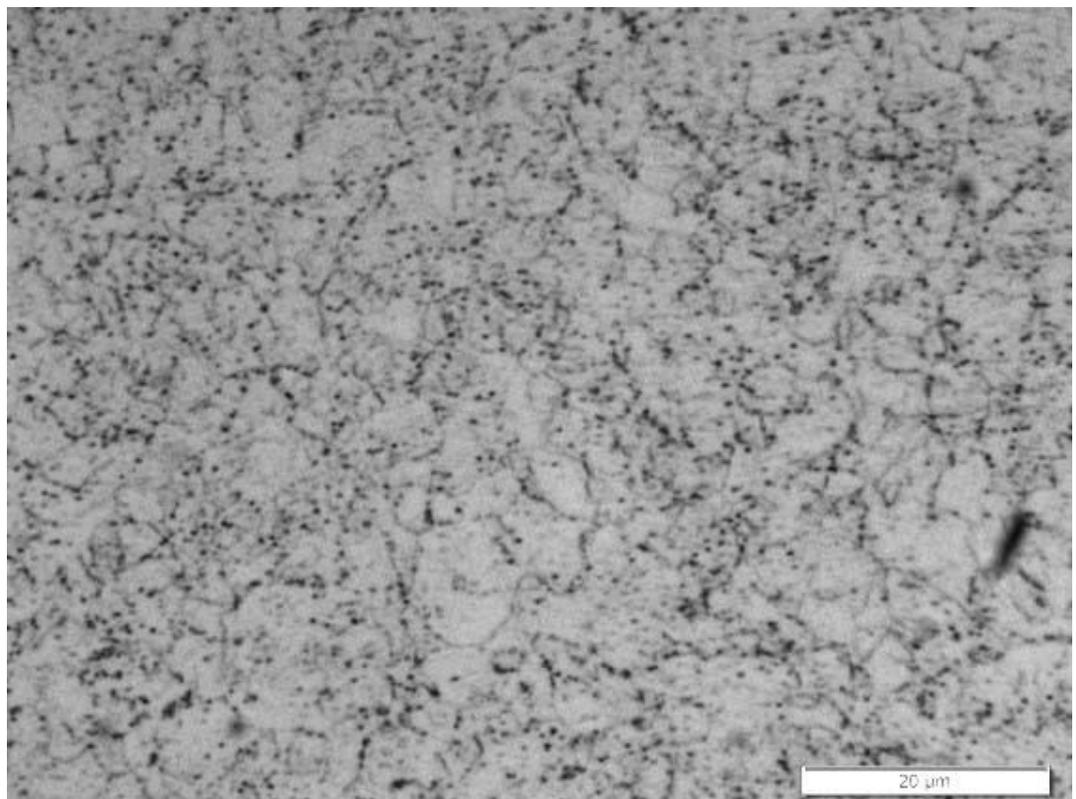
(b)

Região IC – ERNiCrMo-3

(2100 µm da LF)

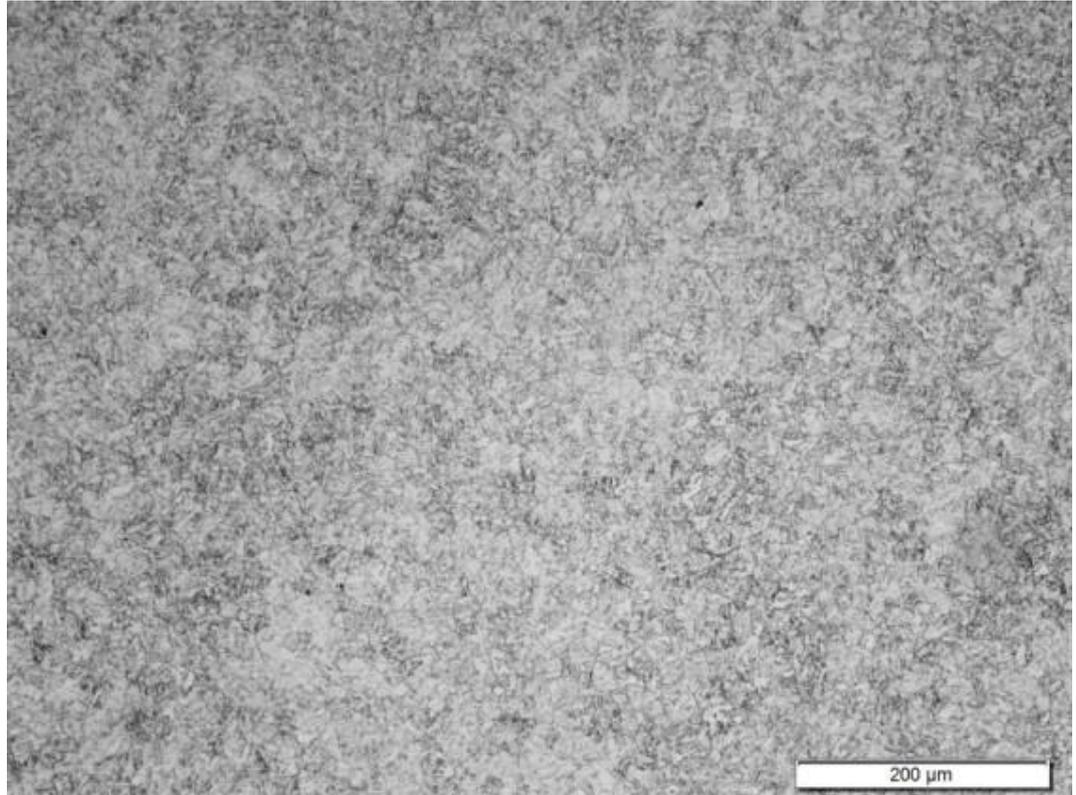


(c)

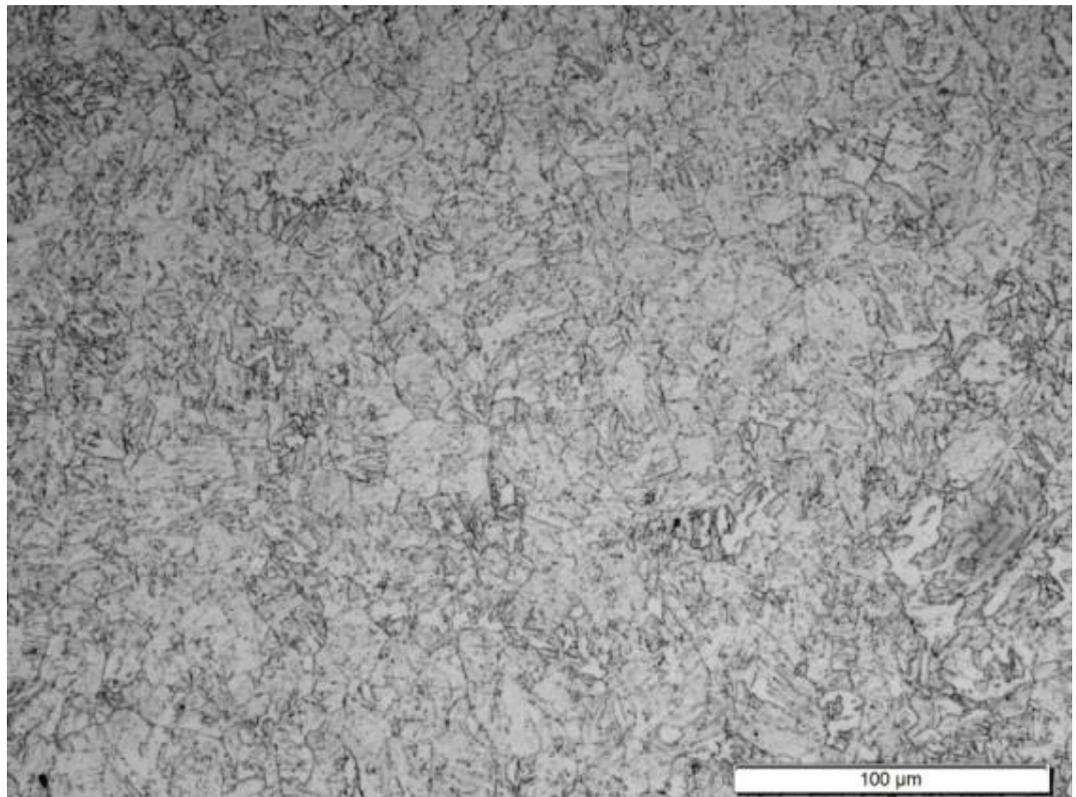


(d)

Região IC – ER80S-D2
(3185 μm da LF)



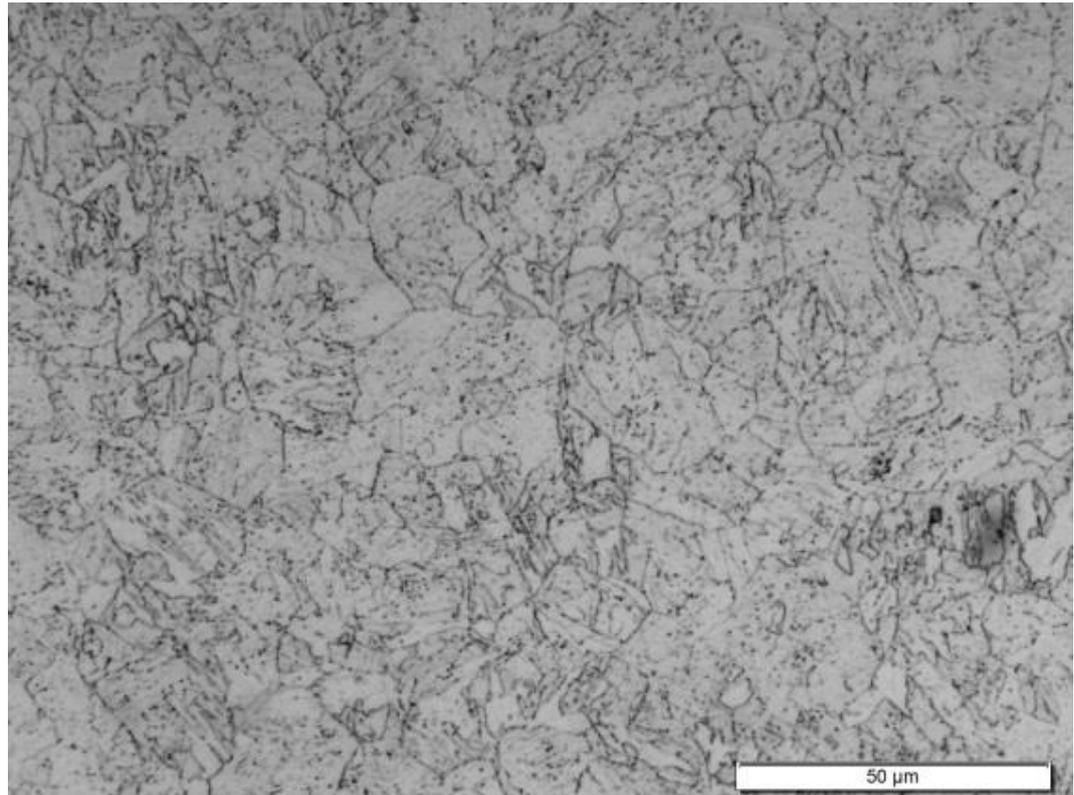
(e)



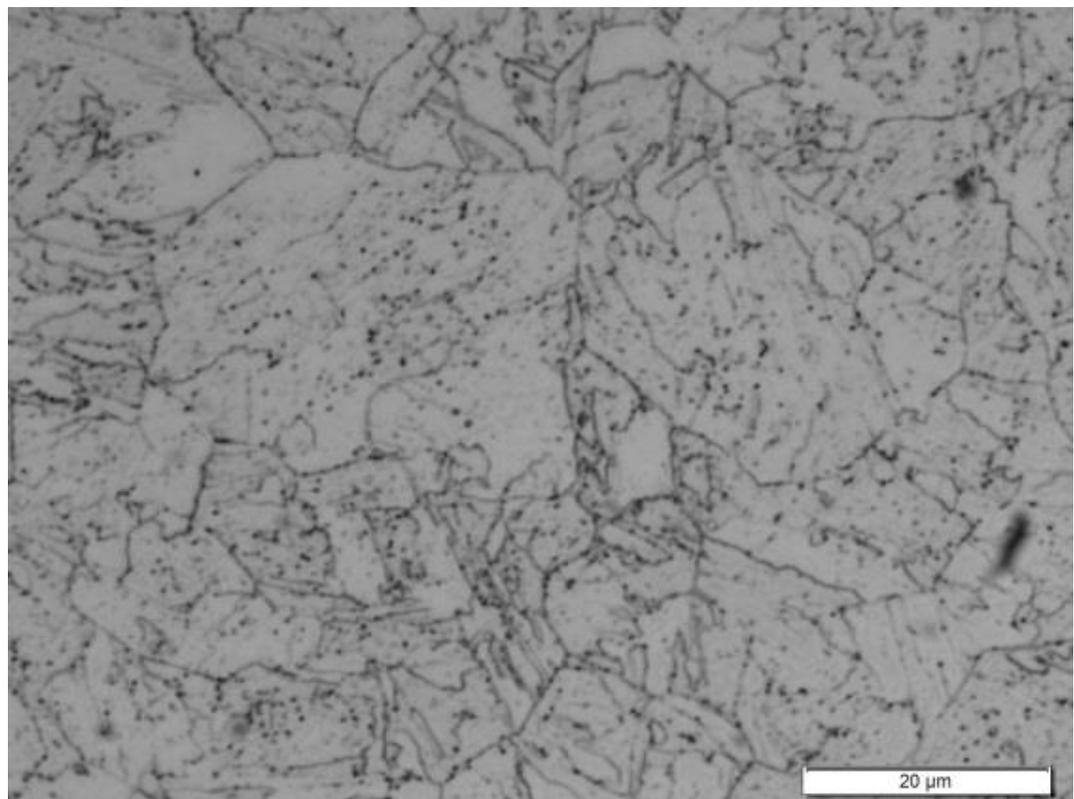
(f)

Região IC – ER80S-D2

(3185 μm da LF)



(g)

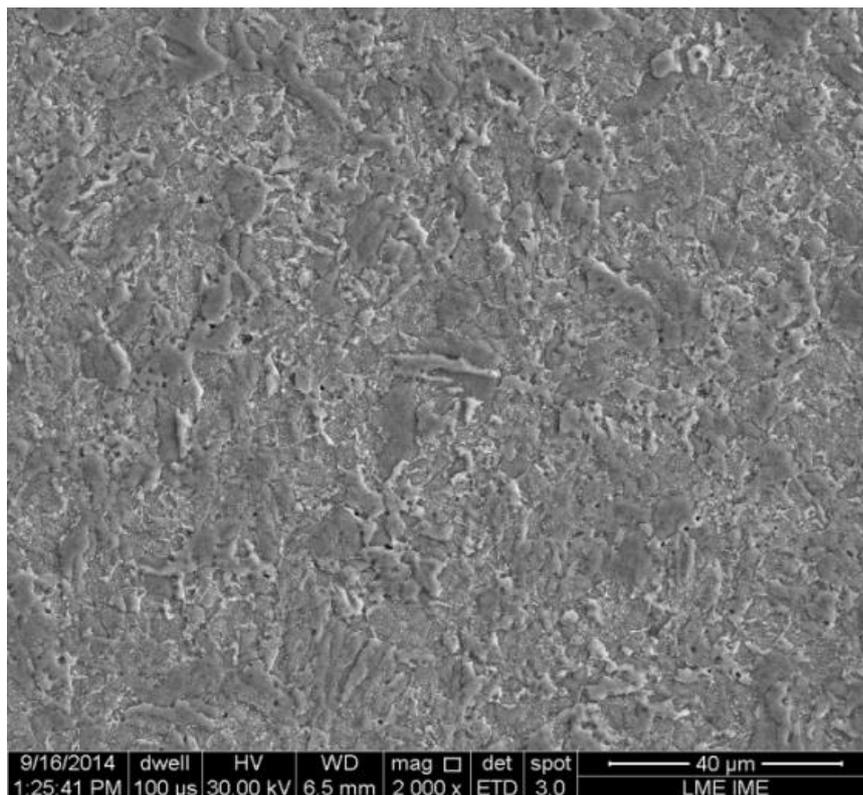


(h)

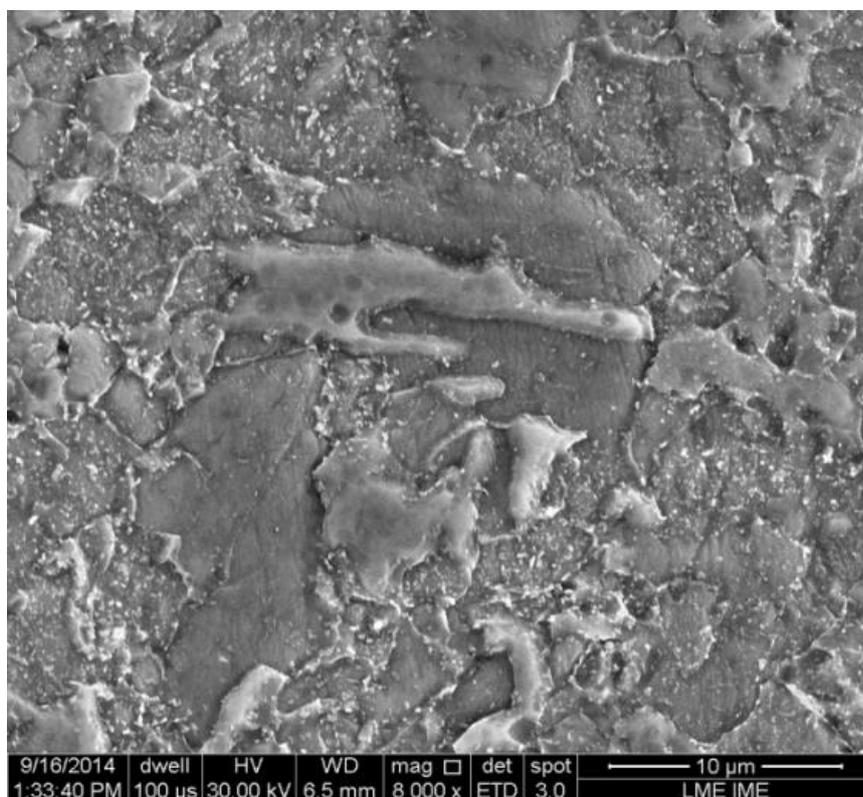
Figura 57 – MO em diferentes magnitudes da região intercrítica do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.

Região IC – ERNiCrMo-3

(2100 μm da LF)



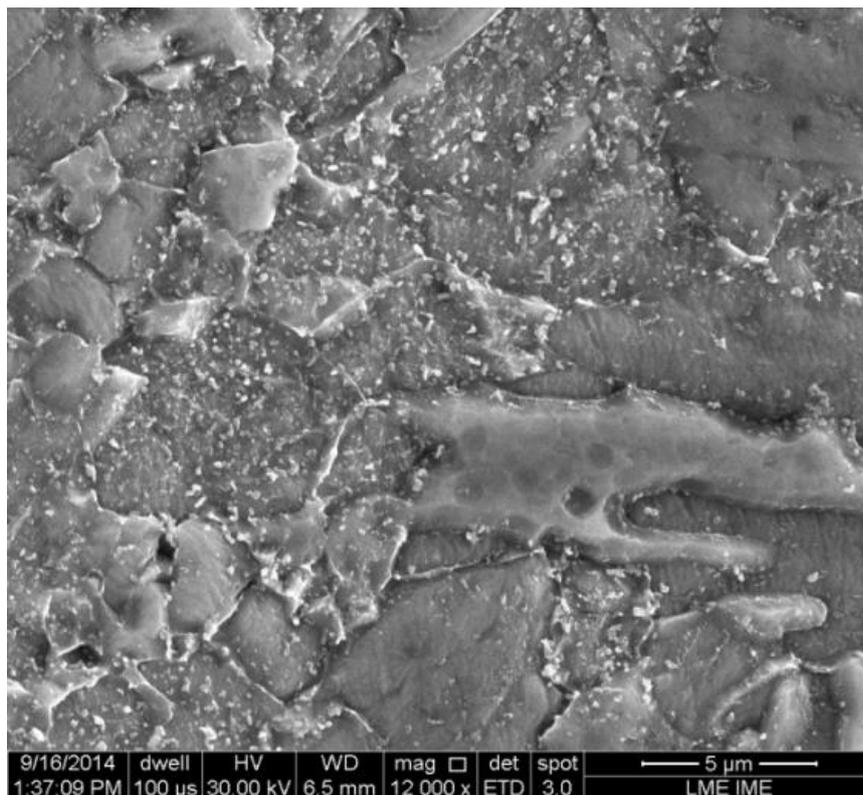
(a)



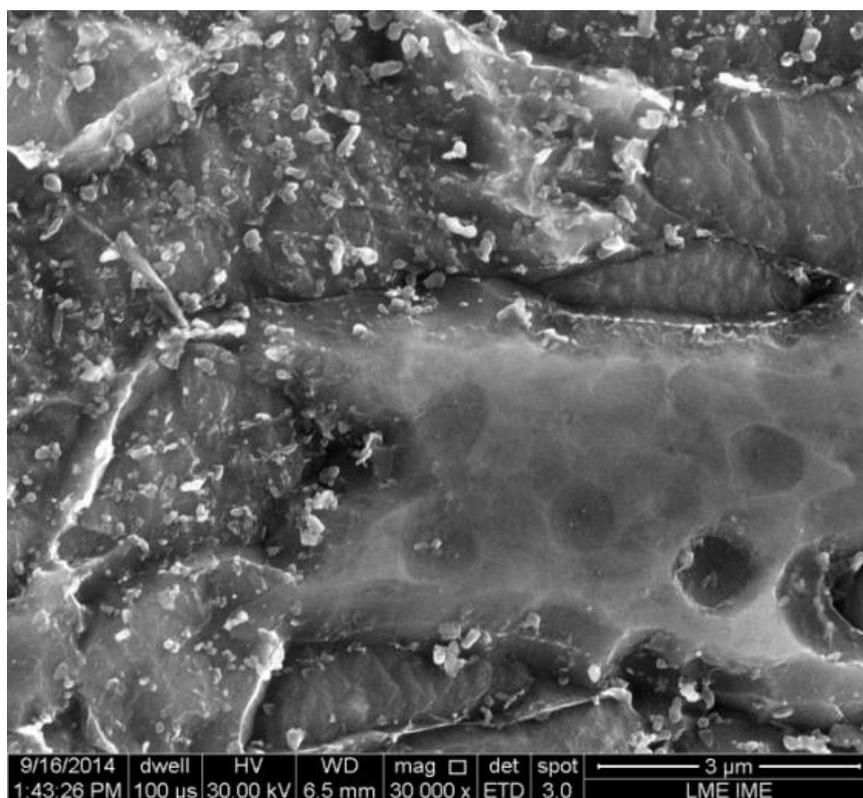
(b)

Região IC – ERNiCrMo-3

(2100 μm da LF)



(c)



(d)

Figura 58 – MEV em diferentes magnitudes da região intercrítica do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel.

4.1.4.3. Região de grãos finos

Precipitação e coalescimento de carbonetos ocorrem mais rapidamente em grãos refinados da ZTA, bem como redução da densidade de discordâncias (TABUCHI et al., 2002). Carbonetos globulares são observados na Figura 60 quando observado em MEV.

A ZTA a 1270 μm da LF do substrato de aço baixa liga, quando revestido com ER80S-D2, evidencia maior precipitação nos contornos de grão, Figura 59, quando comparado com a região de grãos finos da ZTA do aço revestido com liga de níquel. Isto indica que os parâmetros de soldagem bem como o maior número de camadas do material amanteigado influenciam diretamente na precipitação de carbonetos.

4.1.4.4. Região de grãos grosseiros

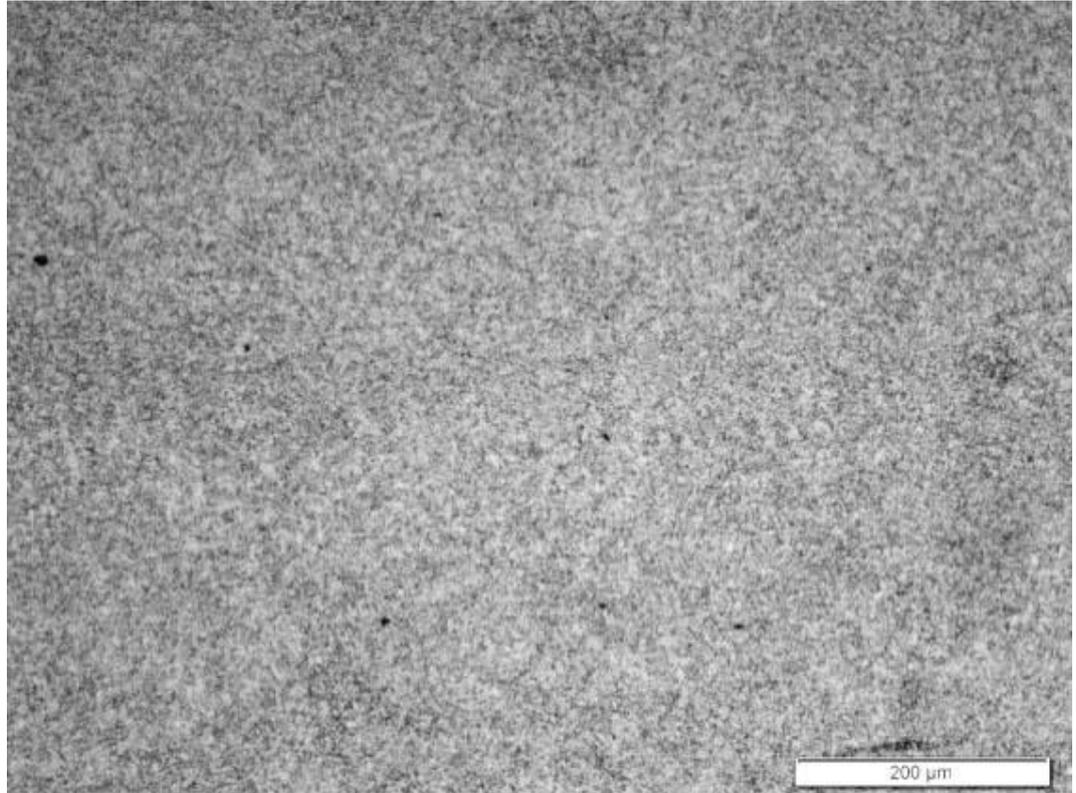
Dissolução e coalescimento de precipitados, bem como diminuição da densidade de discordâncias são também apresentadas na ZTA do aço 2,25Cr-1Mo após TTPS adjacente à LF (LAHA et al., 2011). A formação de carbonetos ocorre durante o resfriamento após a soldagem e durante TTPS, principalmente nos contornos de grão, devido à alta concentração de cromo nessas regiões, havendo um maior potencial de formação de carbonetos, principalmente de cromo e molibdênio. Esses carbonetos coalescem a partir da difusão de cromo advindos da matriz imediatamente adjacente ao contorno de grão (KLUEH; KING, 1982), delineando a região da interface de escuro, quando visualizado no MO, e claro em MEV.

A soldagem dissimilar do substrato de aço 2,25Cr-1Mo com liga de níquel implica em difusão de carboneto para o metal de solda durante o TTPS, formando uma faixa clara na ZTA de GG próxima da LF, e escura na ZPD. Este mecanismo será melhor analisado no item 4.1.5.1.

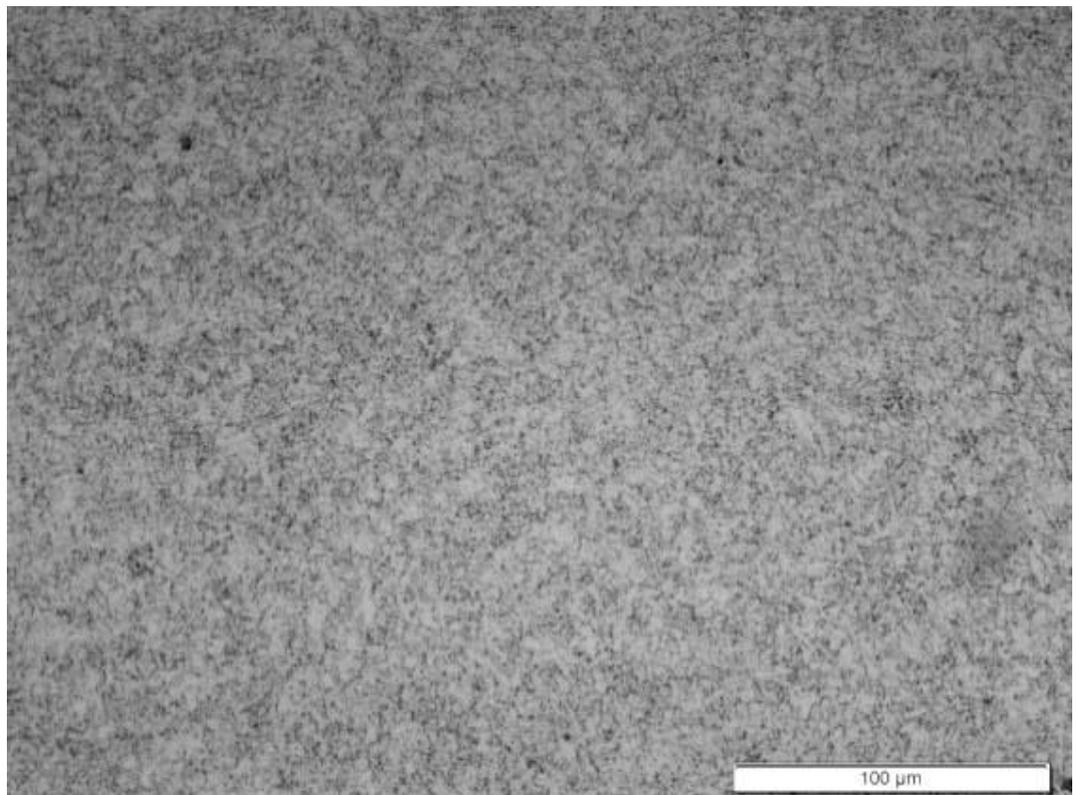
Segundo Laha *et al.* (LAHA et al., 2001), estudos em MEV apontam precipitados globulares na interface da solda dissimilar entre o aço 2,25Cr-1Mo e liga de níquel após TTPS, sendo este apontado como um carboneto do tipo M_{23}C_6 (NATH, 1982).

Região de GF – ERNiCrMo-3

(1270 μm da LF)



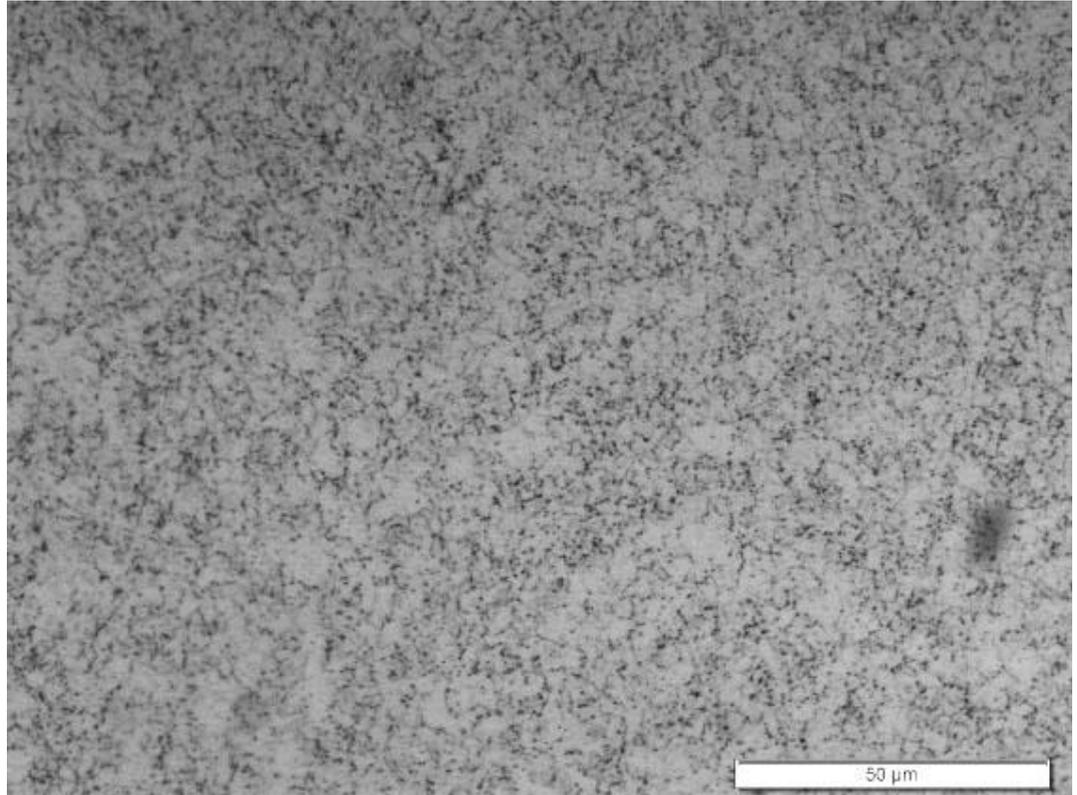
(a)



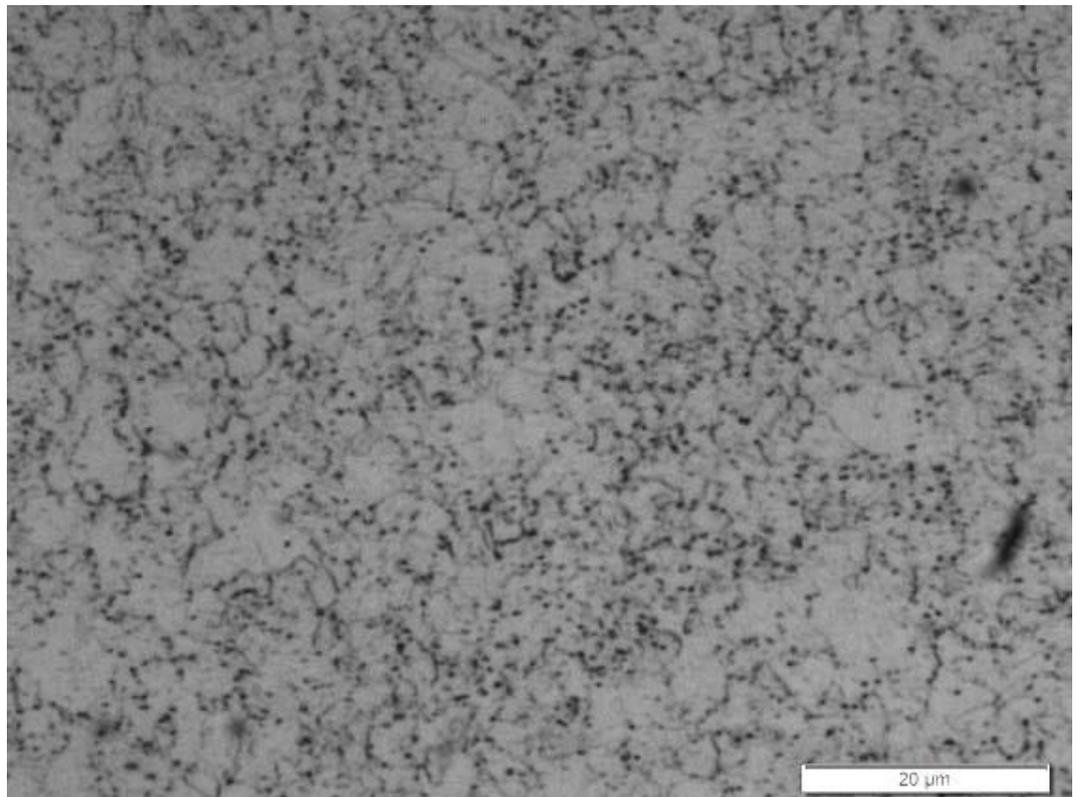
(b)

Região de GF – ERNiCrMo-3

(1270 μm da LF)



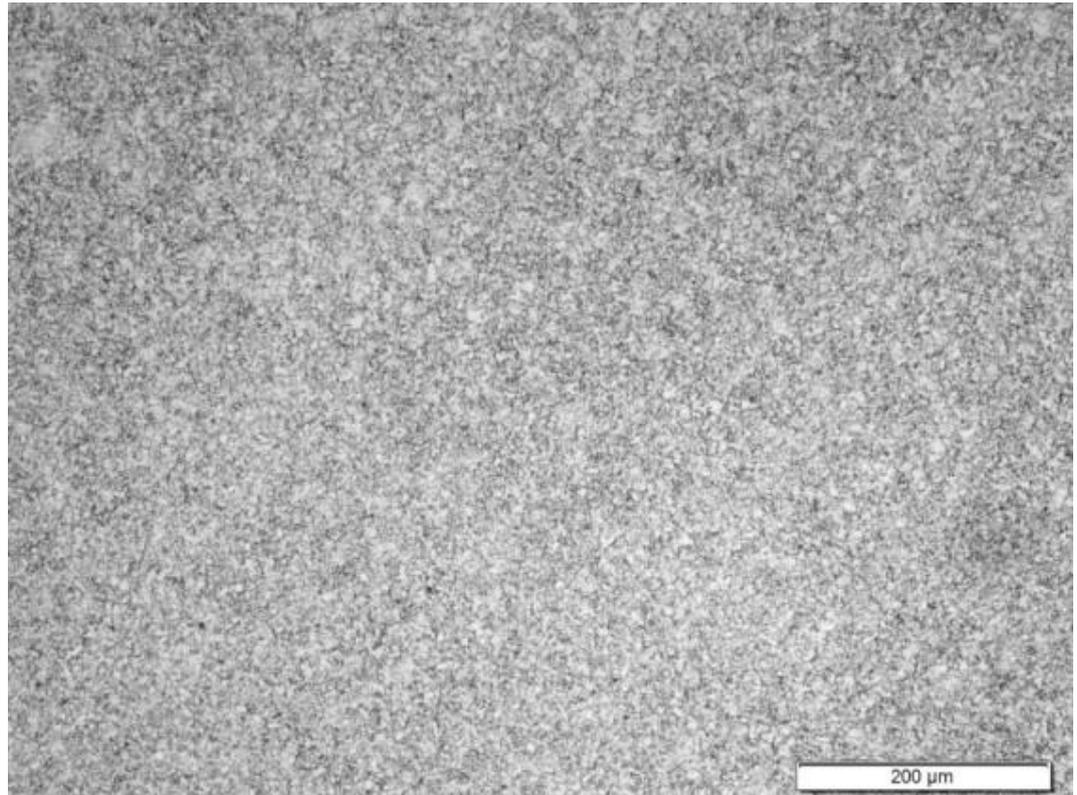
(c)



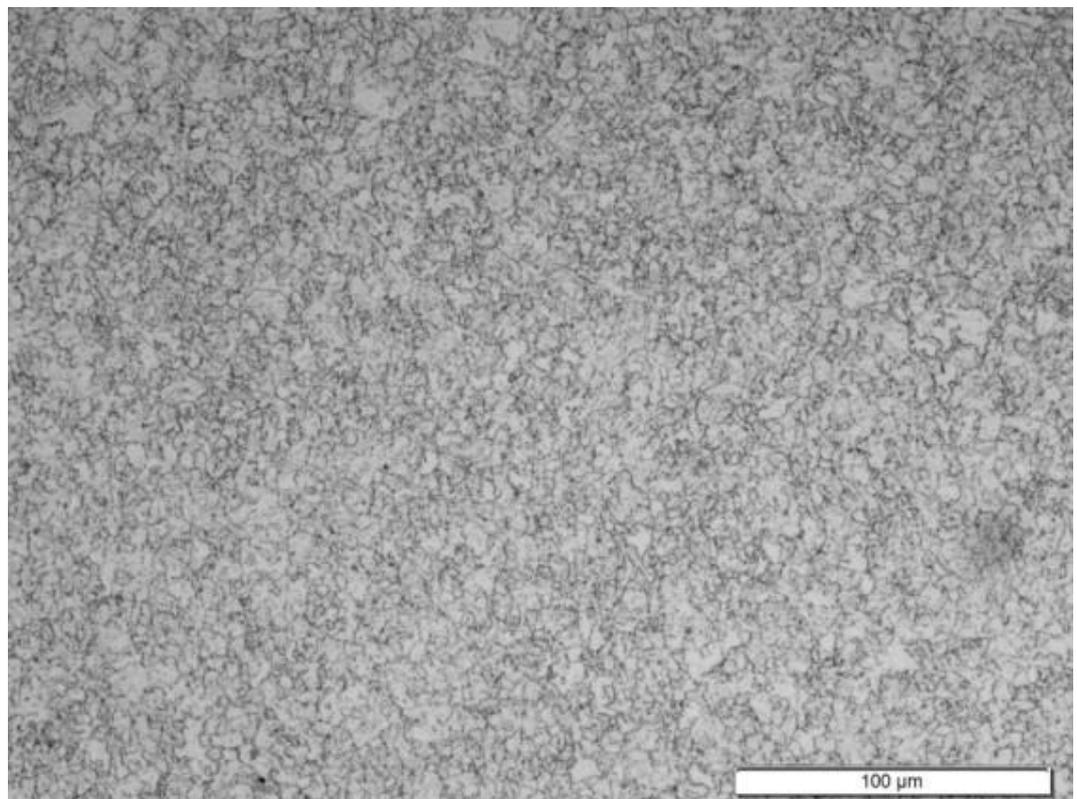
(d)

Região de GF – ER80S-D2

(1270 μm da LF)



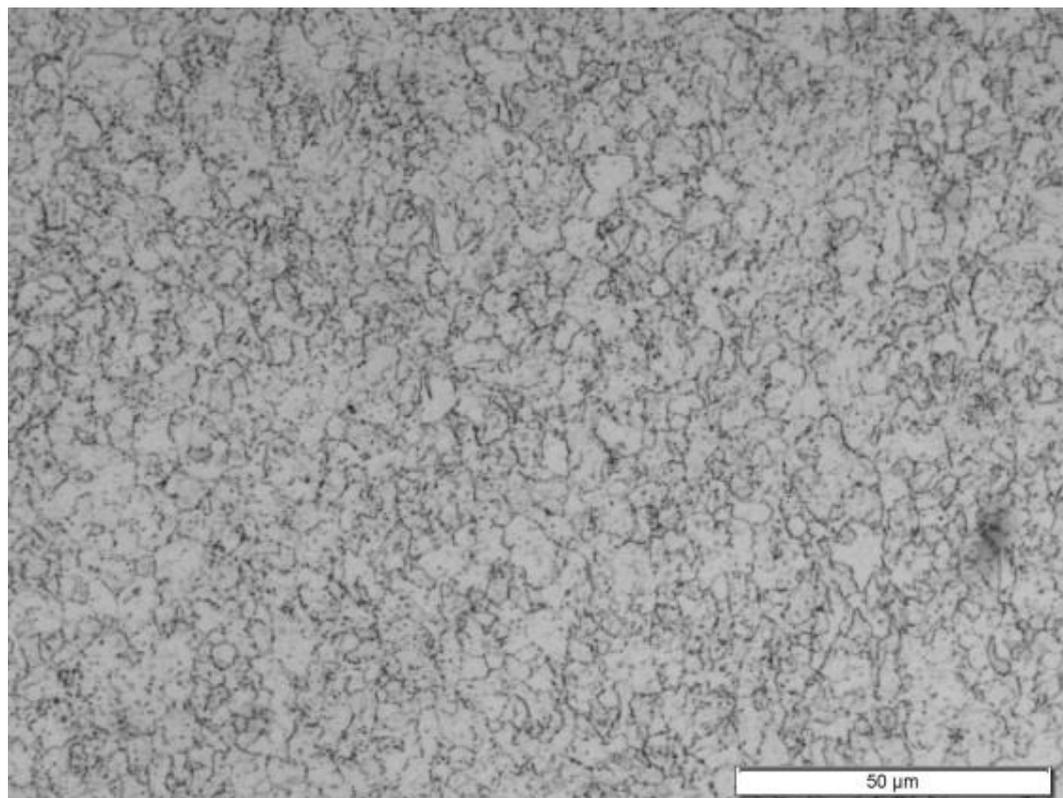
(e)



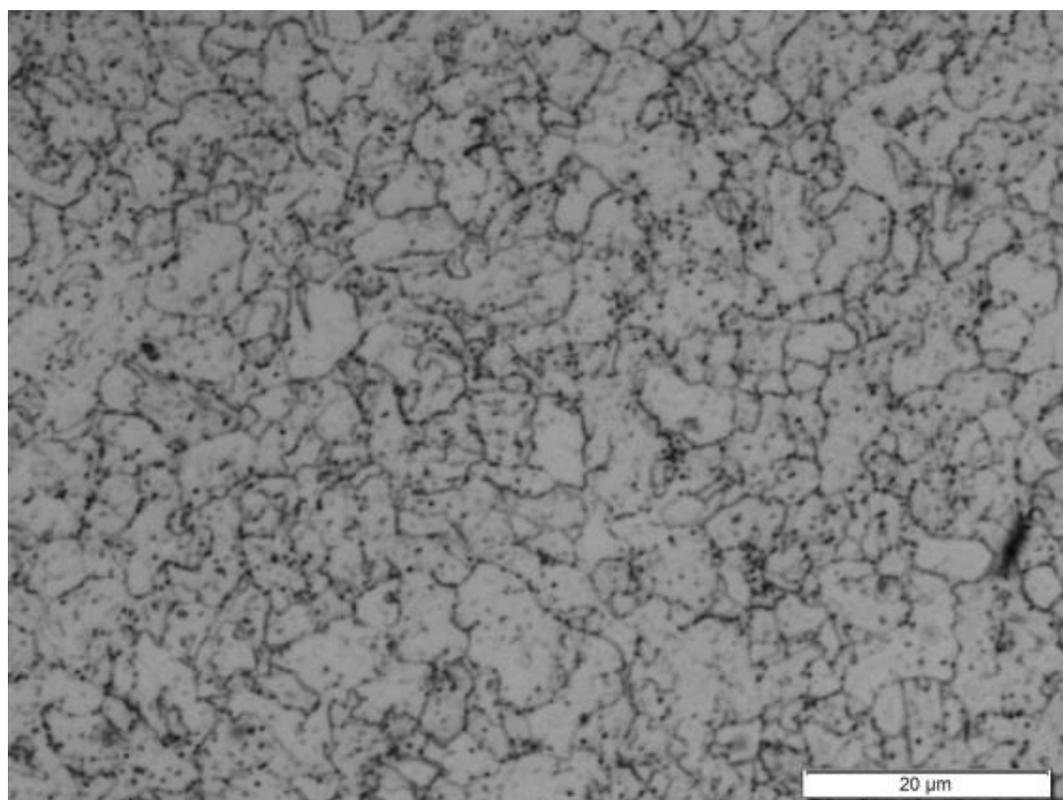
(f)

Região de GF – ER80S-D2

(1270 μm da LF)



(g)

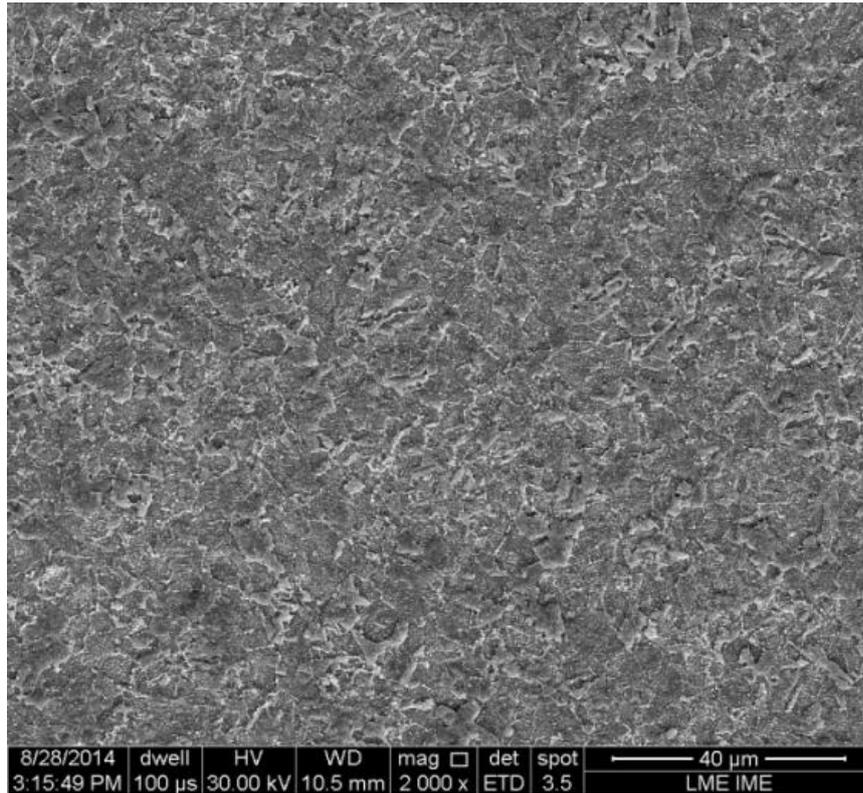


(h)

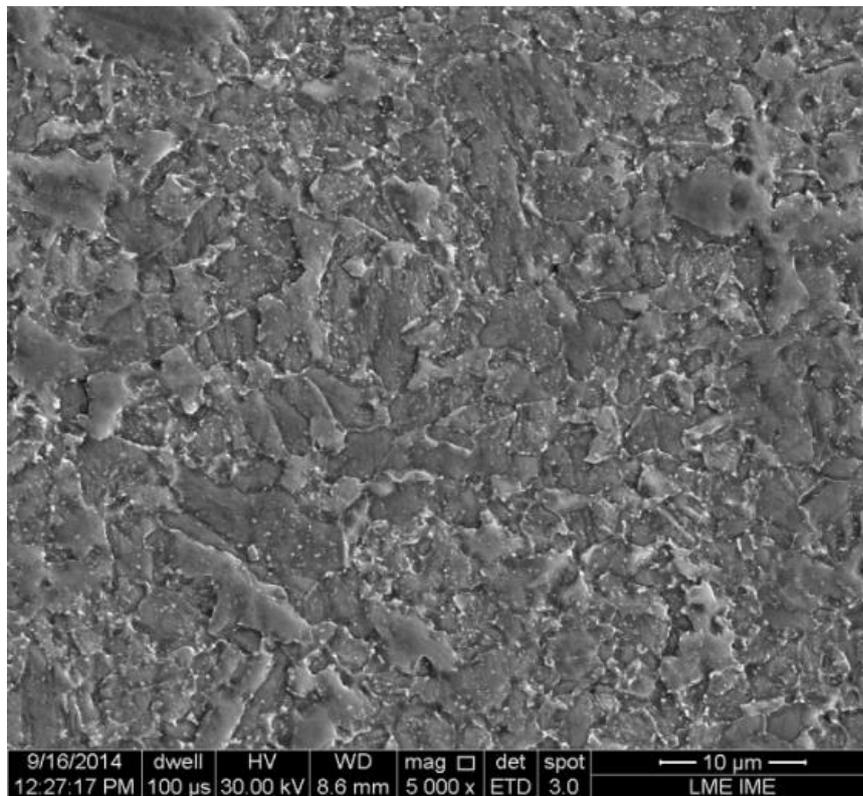
Figura 59 – MO em diferentes magnitudes da região grãos finos do aço 2,25Cr-1Mo revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.

Região de GF – ERNiCrMo-3

(1270 µm da LF)



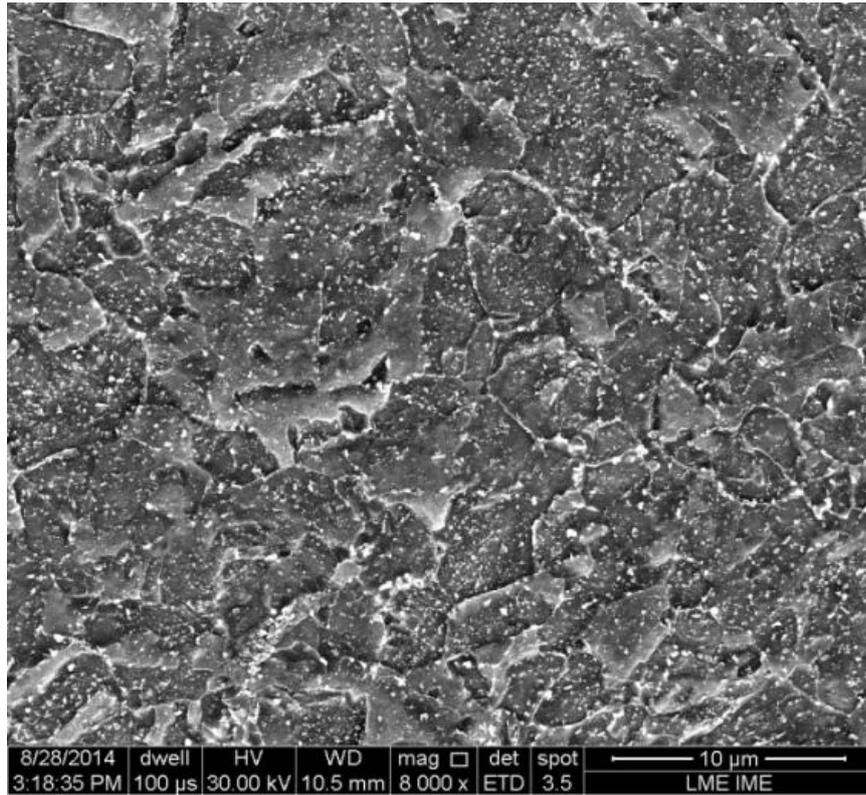
(a)



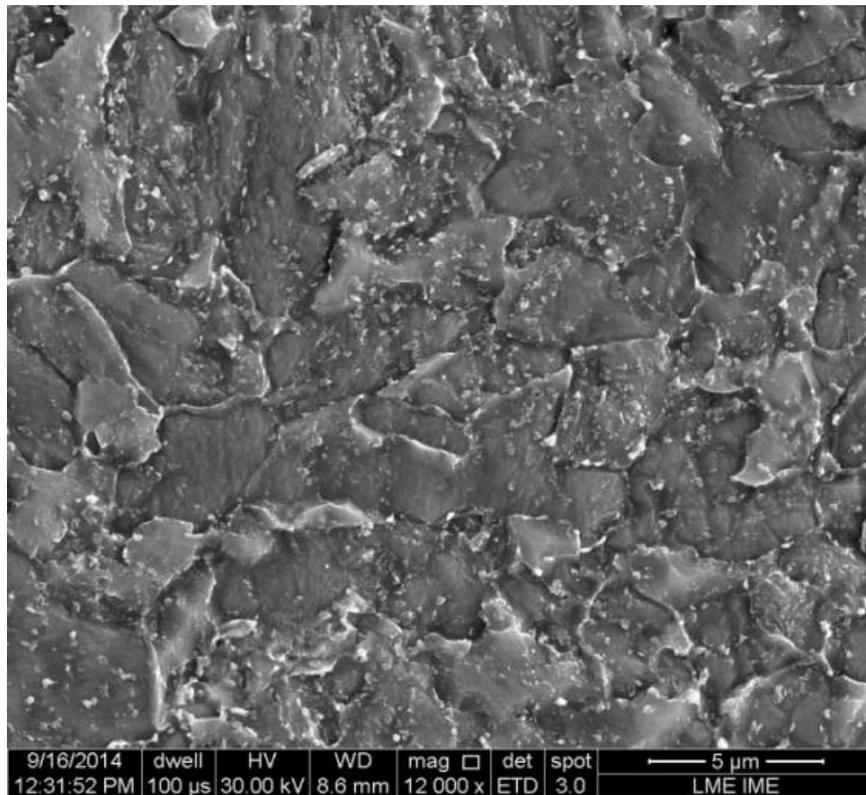
(b)

Região de GF – ERNiCrMo-3

(1270 μm da LF)



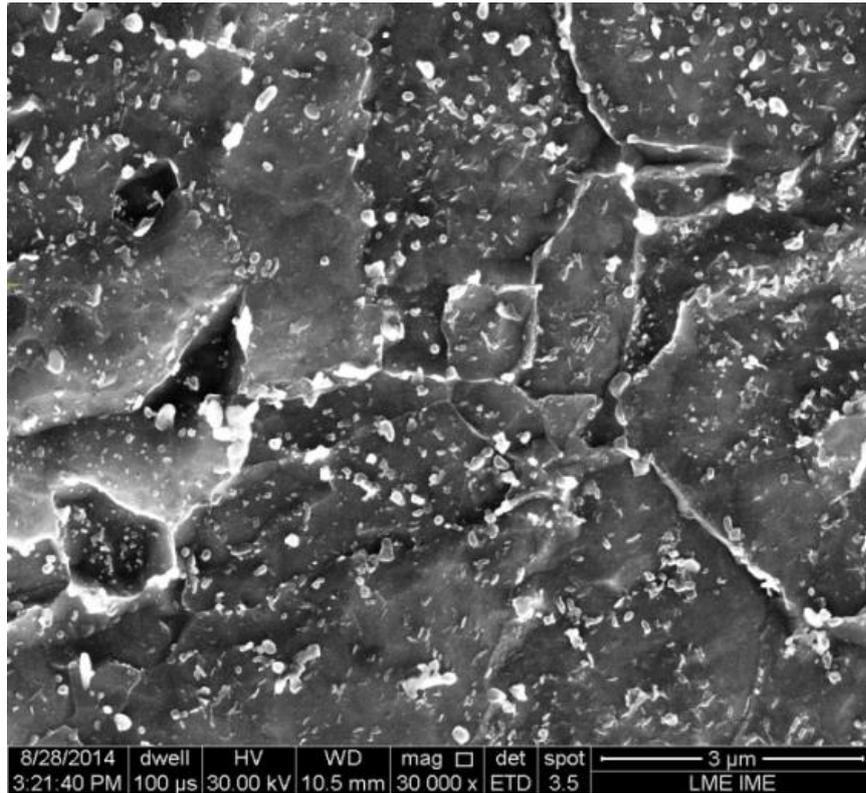
(c)



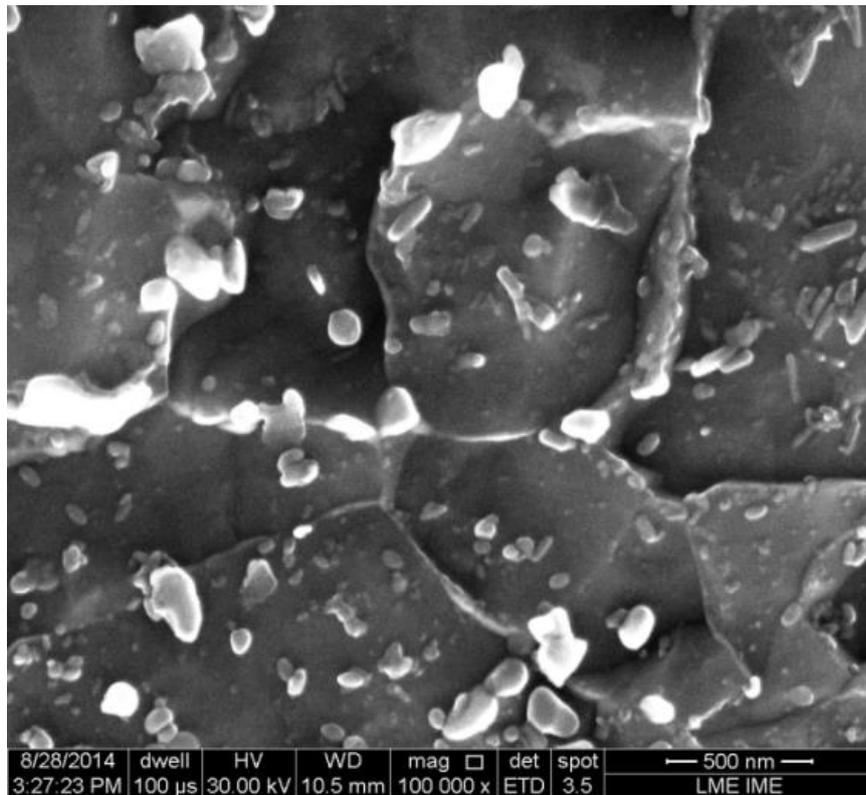
(d)

Região de GF – ERNiCrMo-3

(1270 μm da LF)



(e)

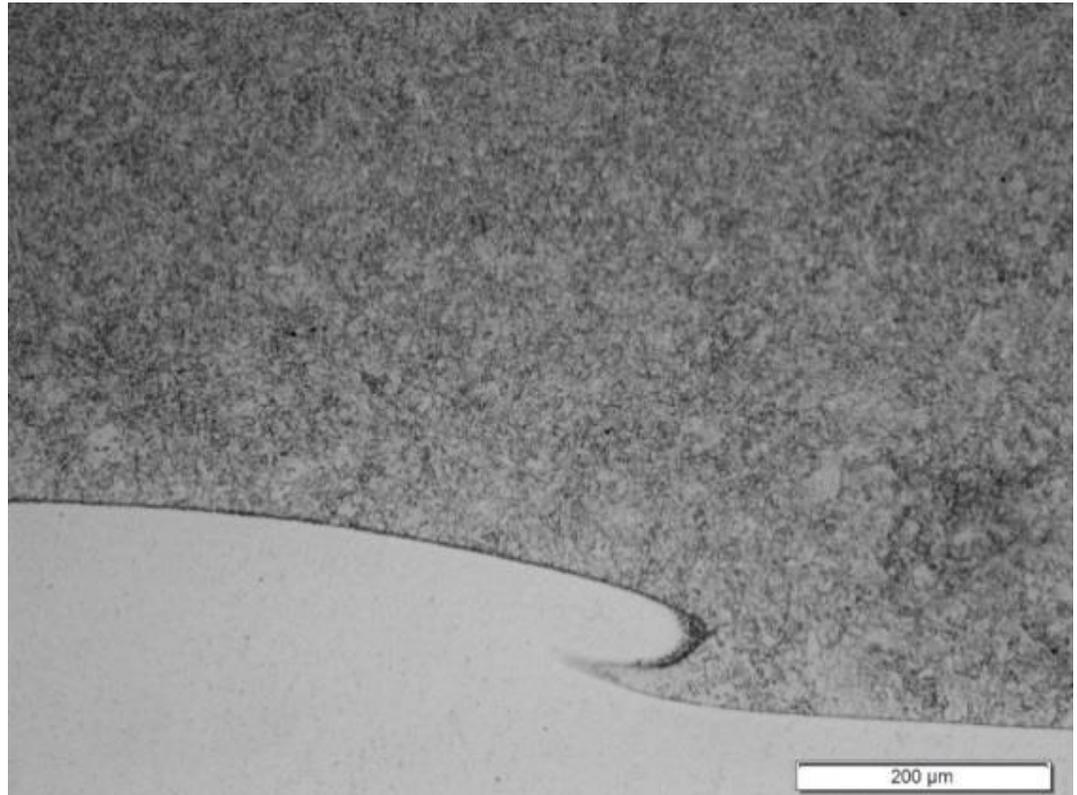


(f)

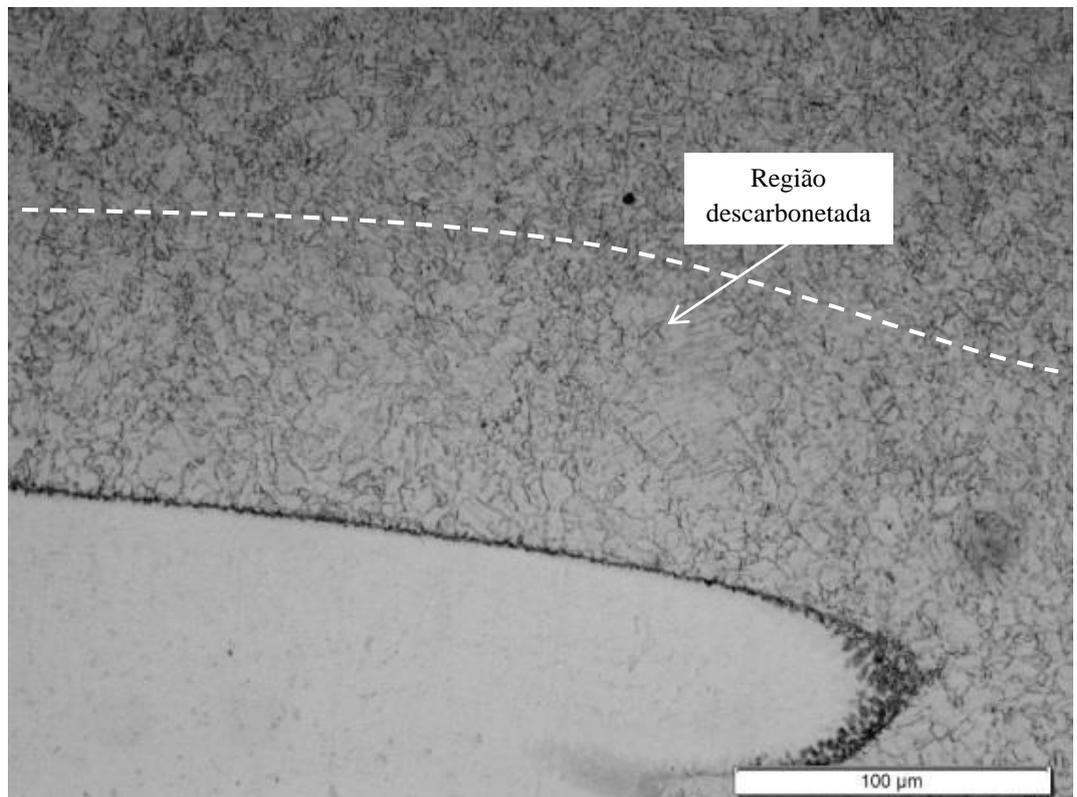
Figura 60 – MEV em diferentes magnitudes de grãos finos do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel.

Região de GG – ERNiCrMo-3

(adjacente a LF)



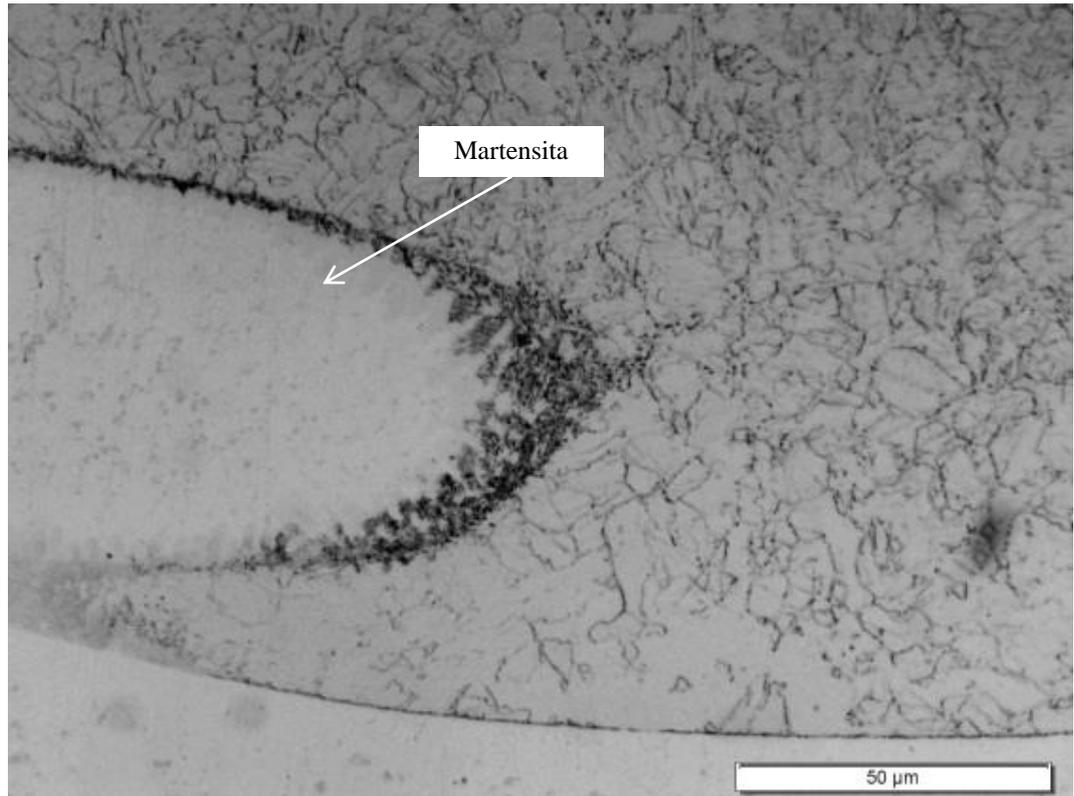
(a)



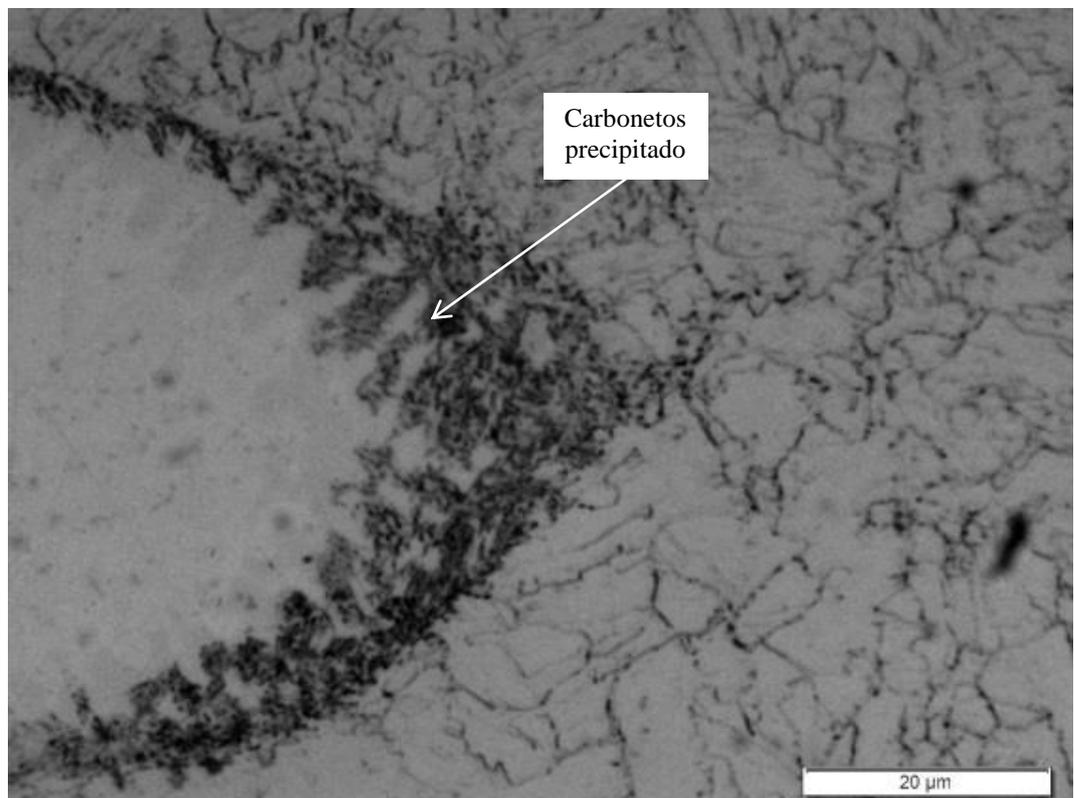
(b)

Região de GG – ERNiCrMo-3

(adjacente a LF)



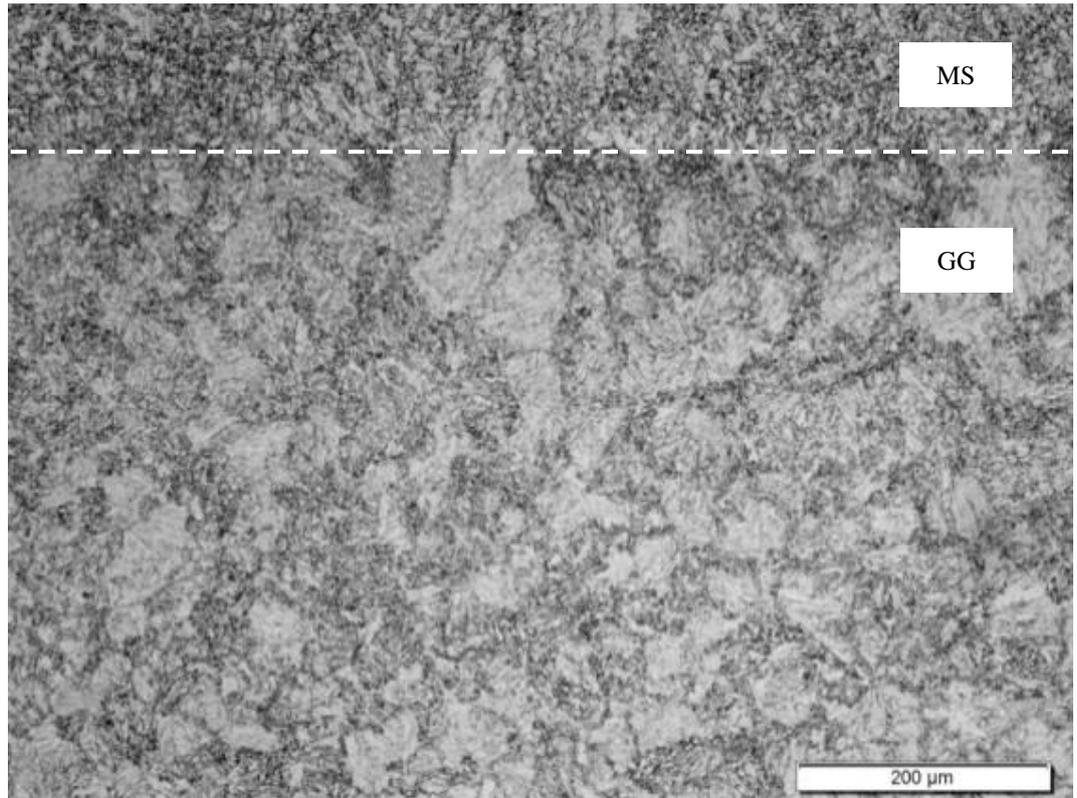
(c)



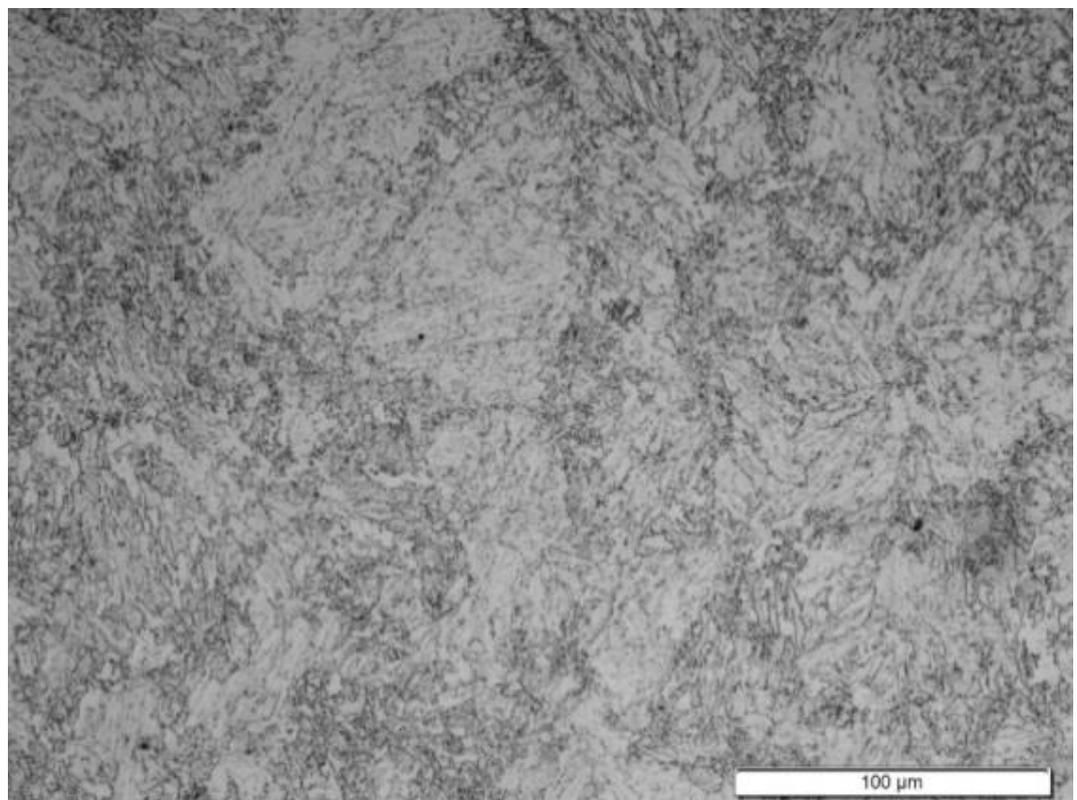
(d)

Região de GG – ER80S-D2

(Adjacente a LF)



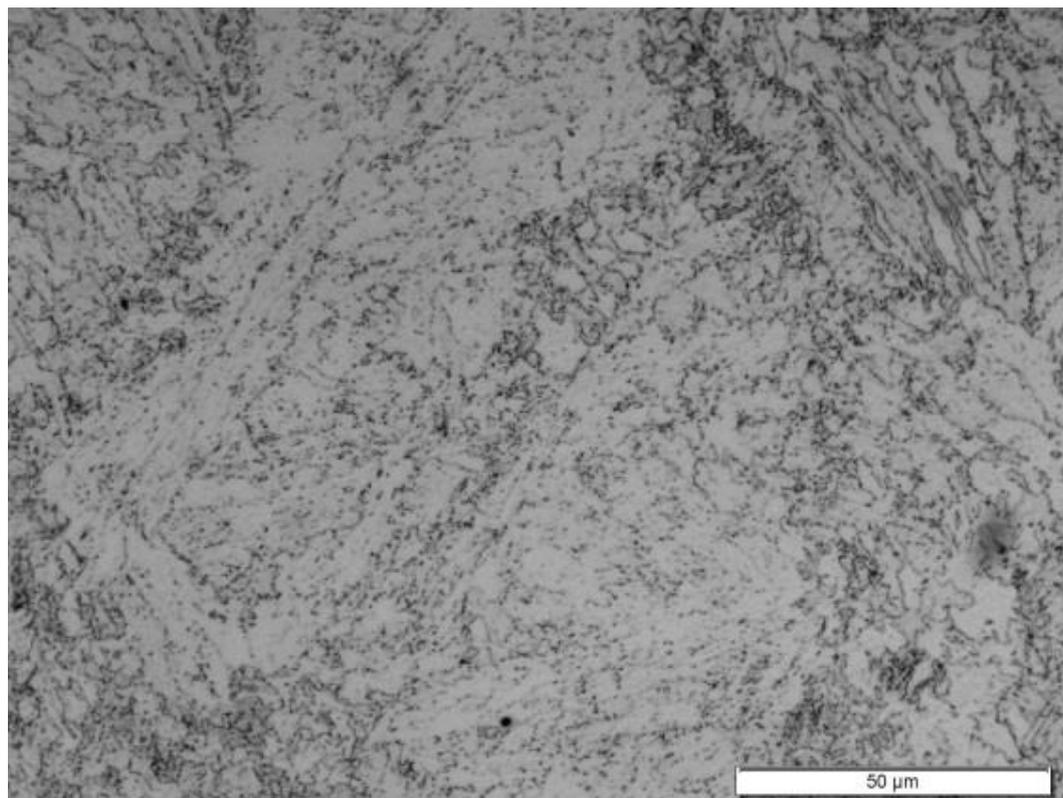
(e)



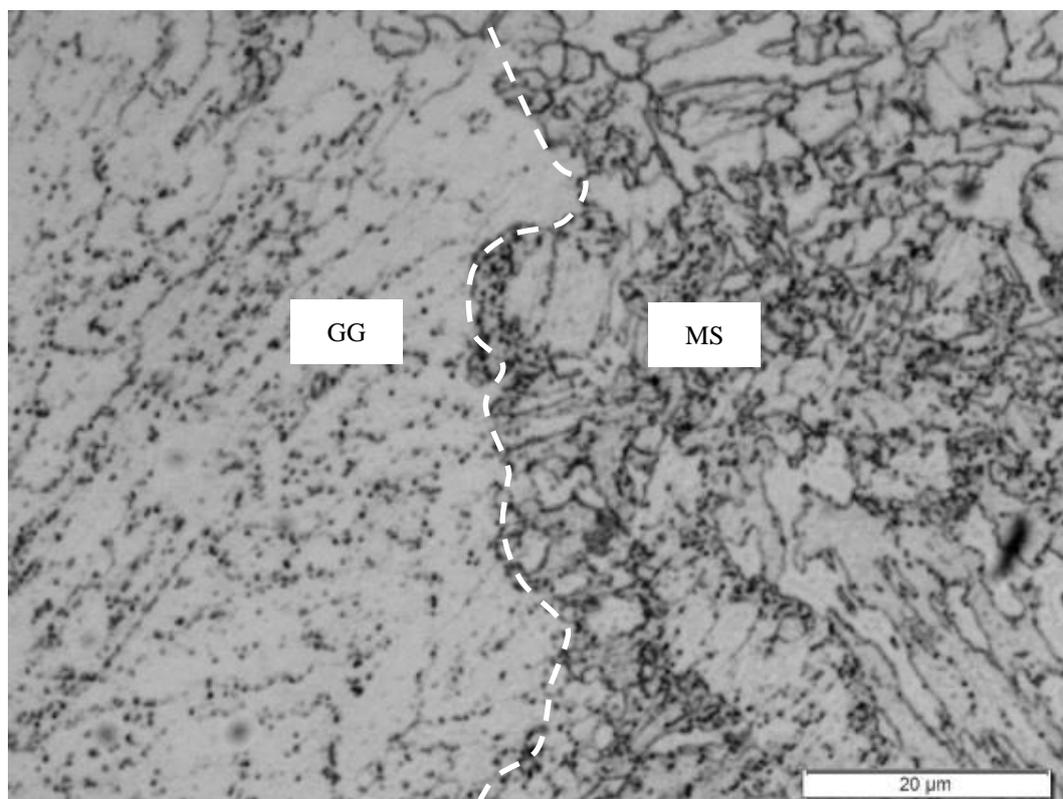
(f)

Região de GG – ER80S-D2

(Adjacente a LF)



(g)

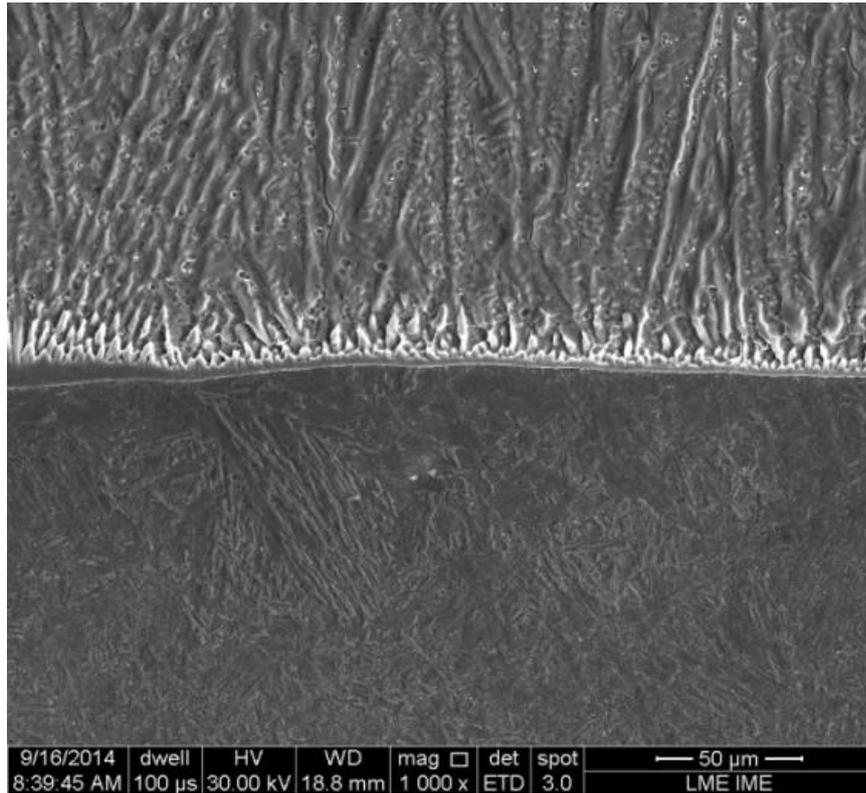


(h)

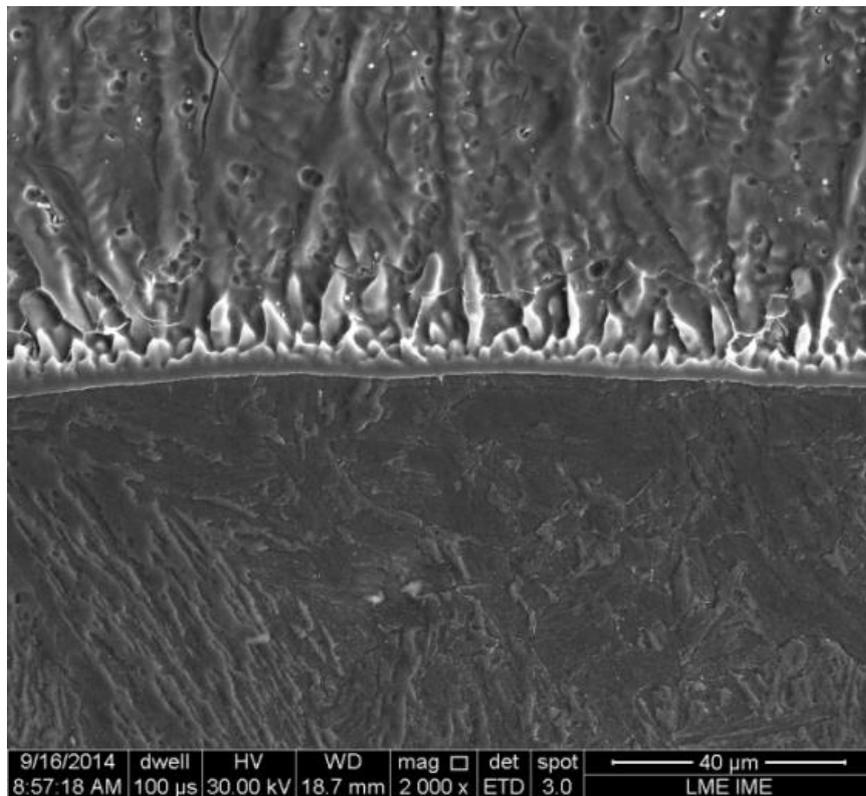
Figura 61 – MO em diferentes magnitudes da região grãos grosseiros do aço 2,25Cr-1Mo, adjacente a LF, revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.

Região de GG – ERNiCrMo-3

(Adjacente a LF)



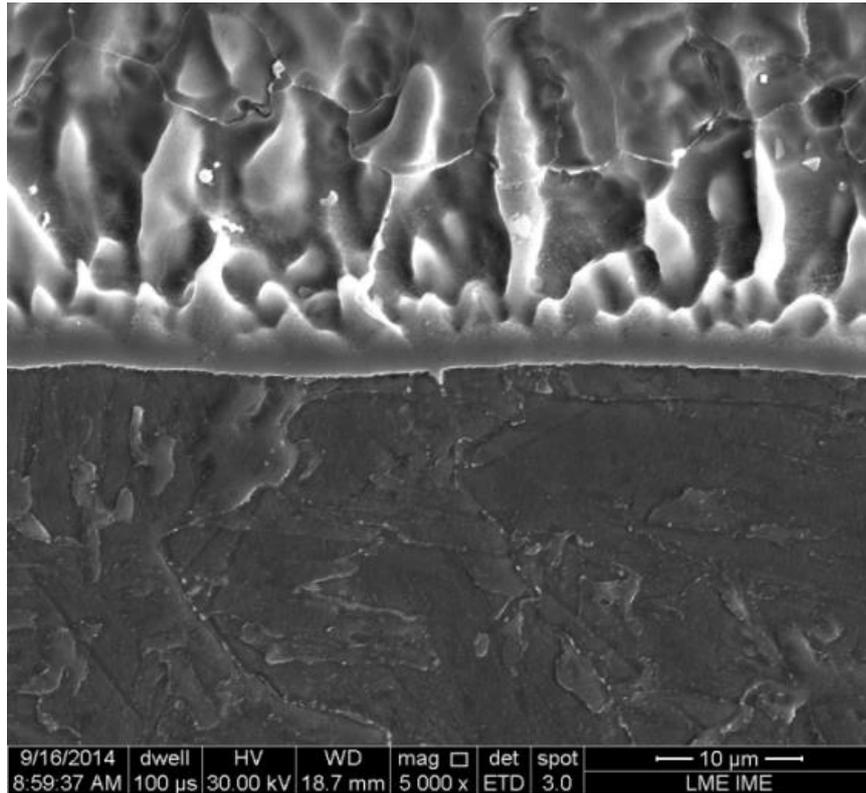
(a)



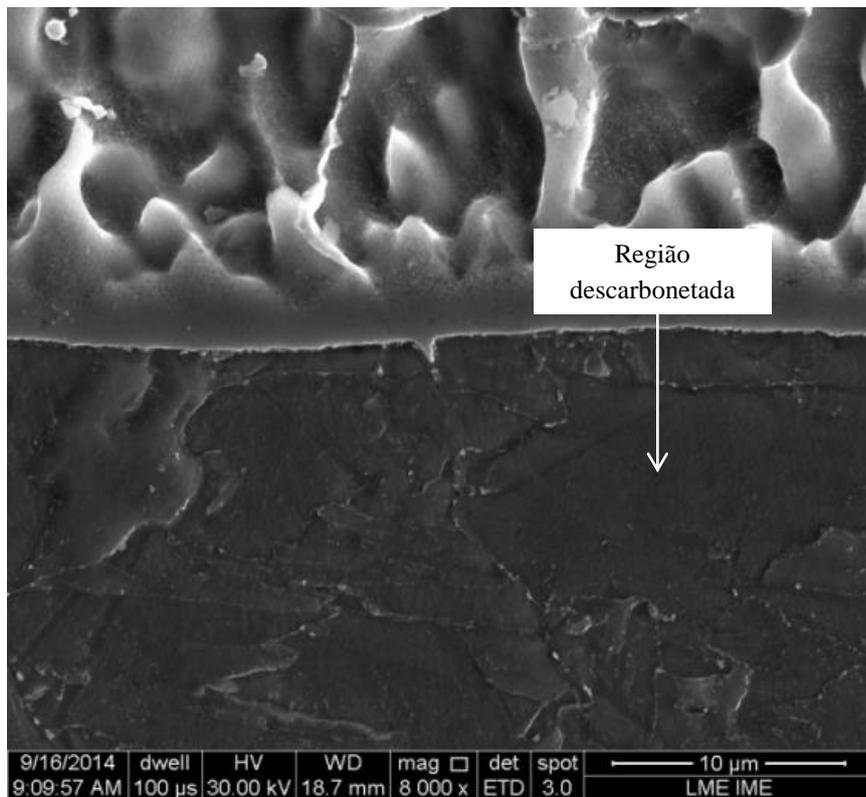
(b)

Região de GG – ERNiCrMo-3

(Adjacente a LF)



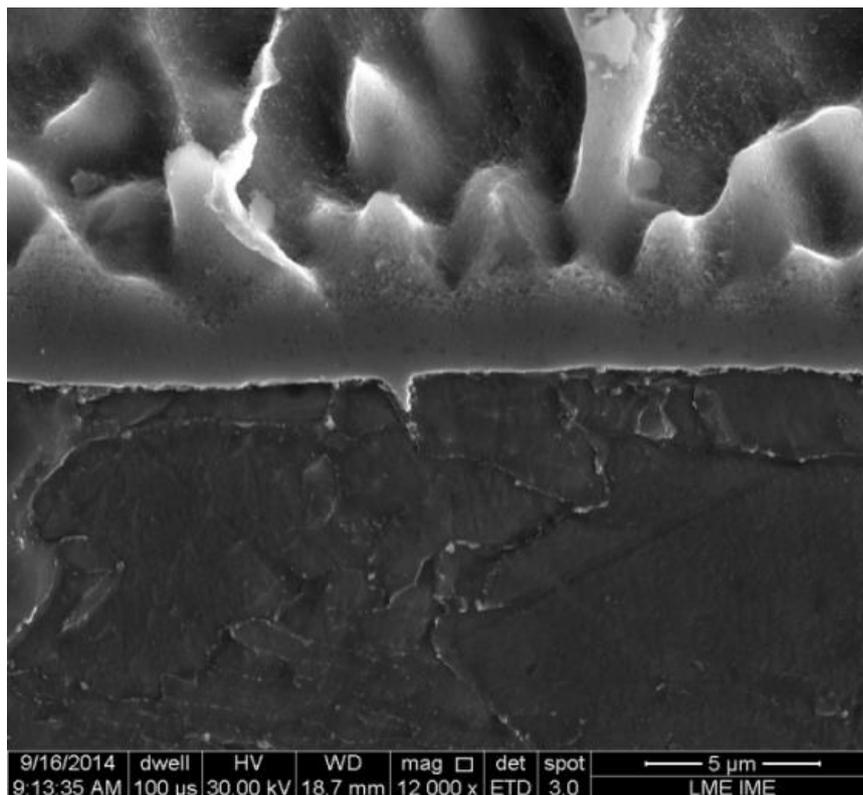
(c)



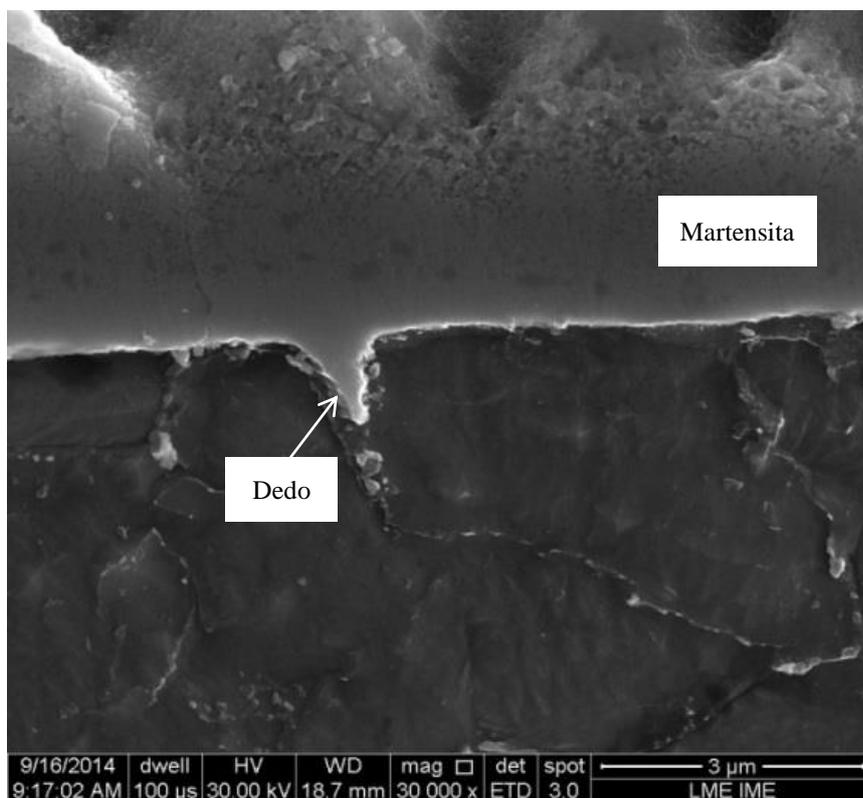
(d)

Região de GG – ERNiCrMo-3

(Adjacente a LF)



(e)



(f)

Figura 62 – MEV em diferentes magnitudes de grãos grosseiros do aço 2.25Cr-1Mo, adjacente a LF, revestido com liga de níquel.

4.1.4.4.1. 340 μm da LF

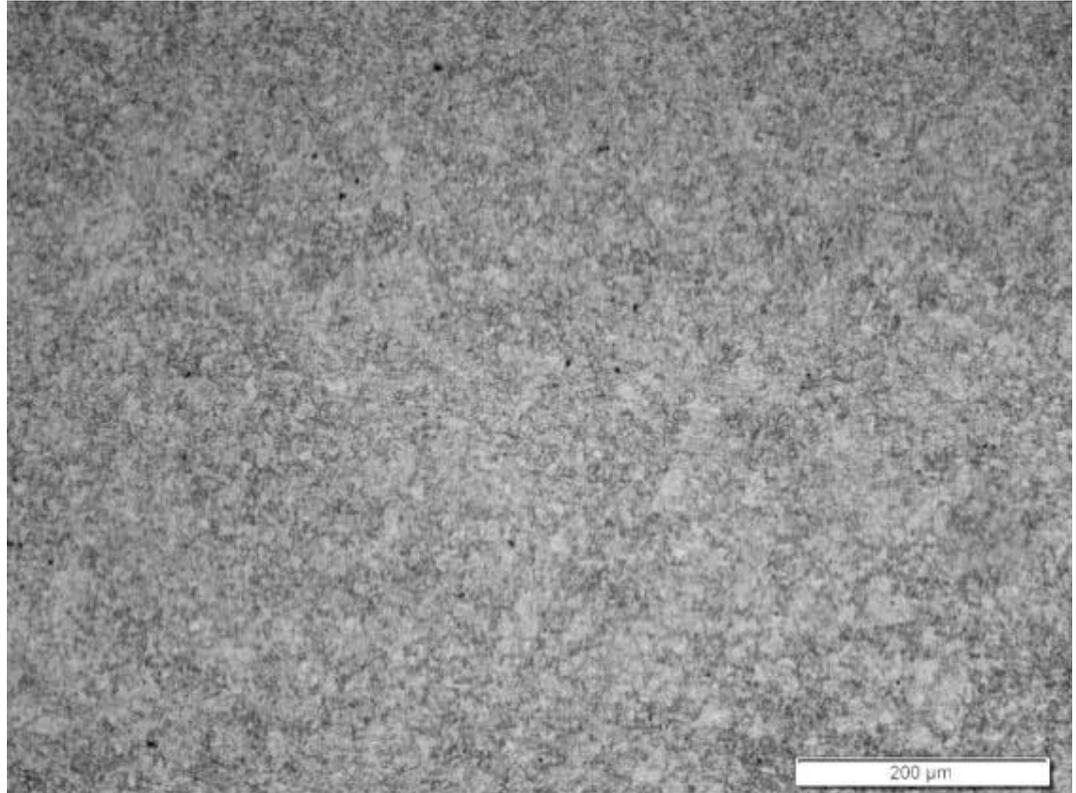
Observa-se, por microscopia ótica, maior área de partículas escurecidas de carbonetos precipitados do material amantegado com aço carbono principalmente nos contornos de grão. Análise em MET evidencia o coalescimento destes precipitados, em que nos CG são identificados, através de EDS em modo STEM, carbonetos do tipo M_{23}C_6 , M_7C_3 e M_3C ricos em ferro. Já no interior do grão, M_2C também foi identificado.

Esses carbonetos globulares ao redor das fases ferríticas nas regiões previamente formadas pelo microconstituente A-M são vistas na Figura 64. Precipitados cuja morfologia se assemelha ao M_2C , mais estáveis na ferrita que na bainita (MURPHY; BRANCH, 1971), precipitam na matriz ferrítica nas condições de TTPS submetidas ao material.

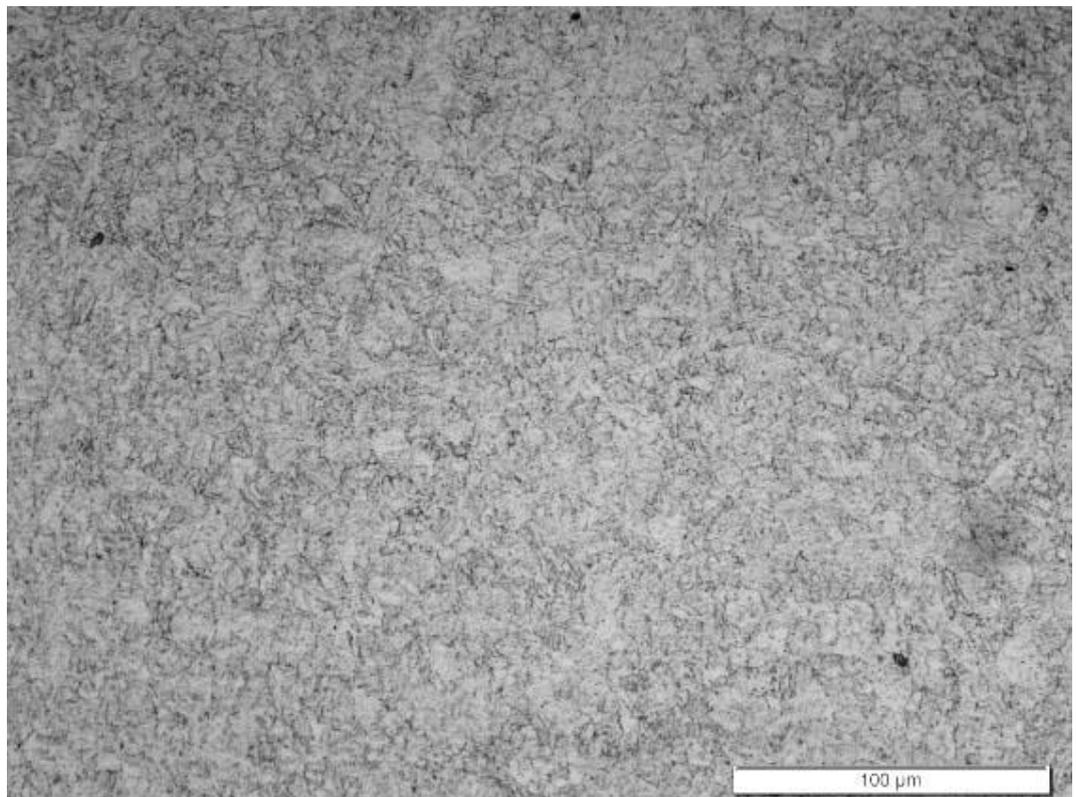
Precipitação e coalescimento de carbonetos são notados também no substrato soldado com ERNiCrMo-3 em estrutura de bainita revenida. Análises quantitativas de carbonetos no interior e nos contornos de grão foram realizadas a partir de dados obtidos de EDS em MET, onde se observa formação principalmente de M_{23}C_6 nos contornos de grão, Figura 65. Carbonetos aciculares finamente dispersos com morfologia semelhante ao M_2C também são visualizados no MET na bainita revenida, porém baixos sinais de EDS emitidos invalidam sua amostragem.

Região de GG – ERNiCrMo-3

(340 μm da LF)



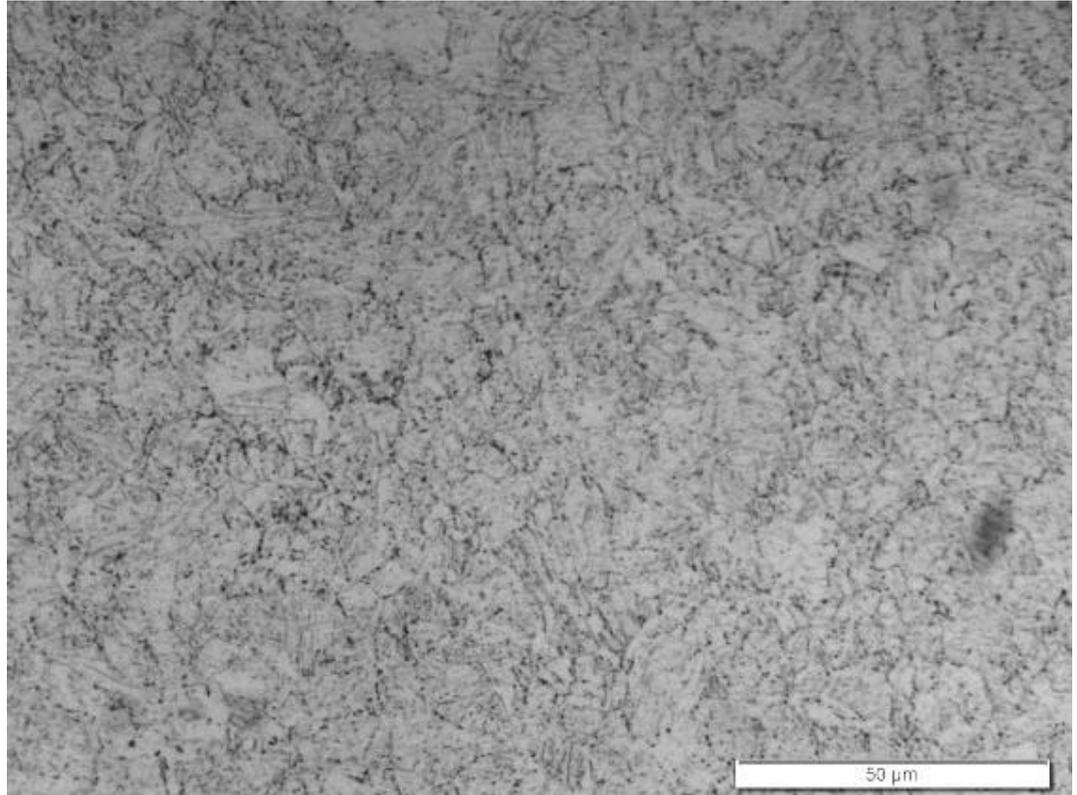
(a)



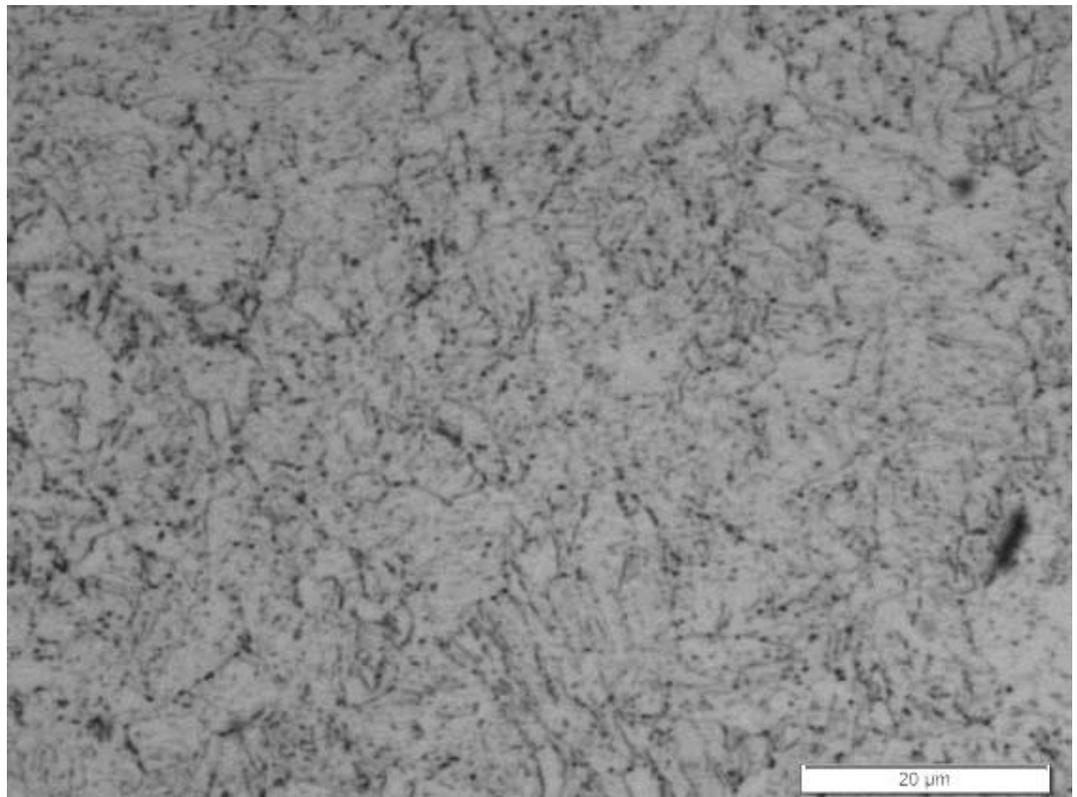
(b)

Região de GG – ERNiCrMo-3

(340 μm da LF)



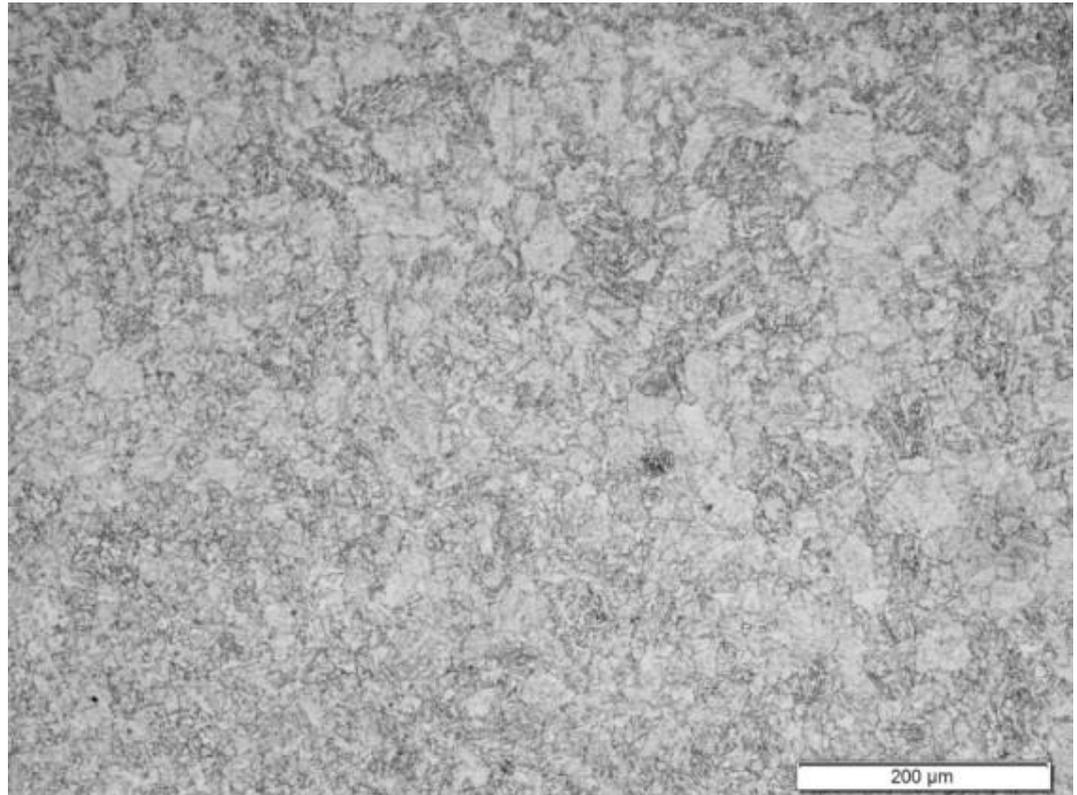
(c)



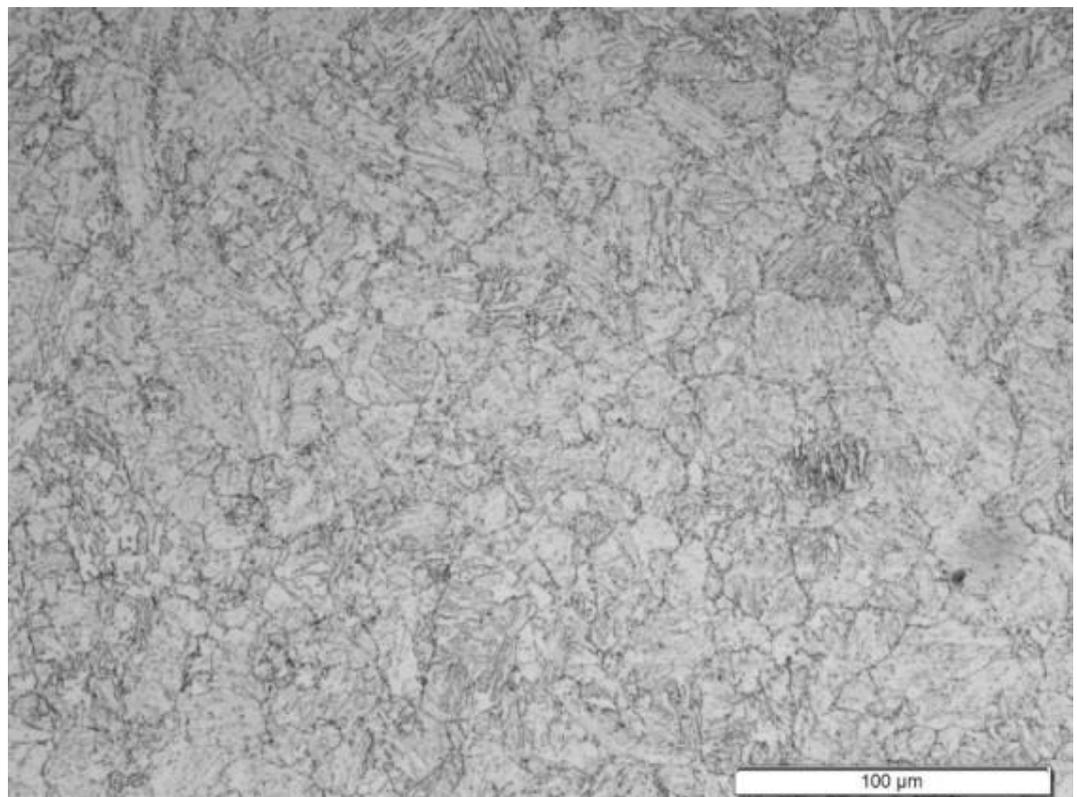
(d)

Região de GG – ER80S-D2

(340 μm da LF)



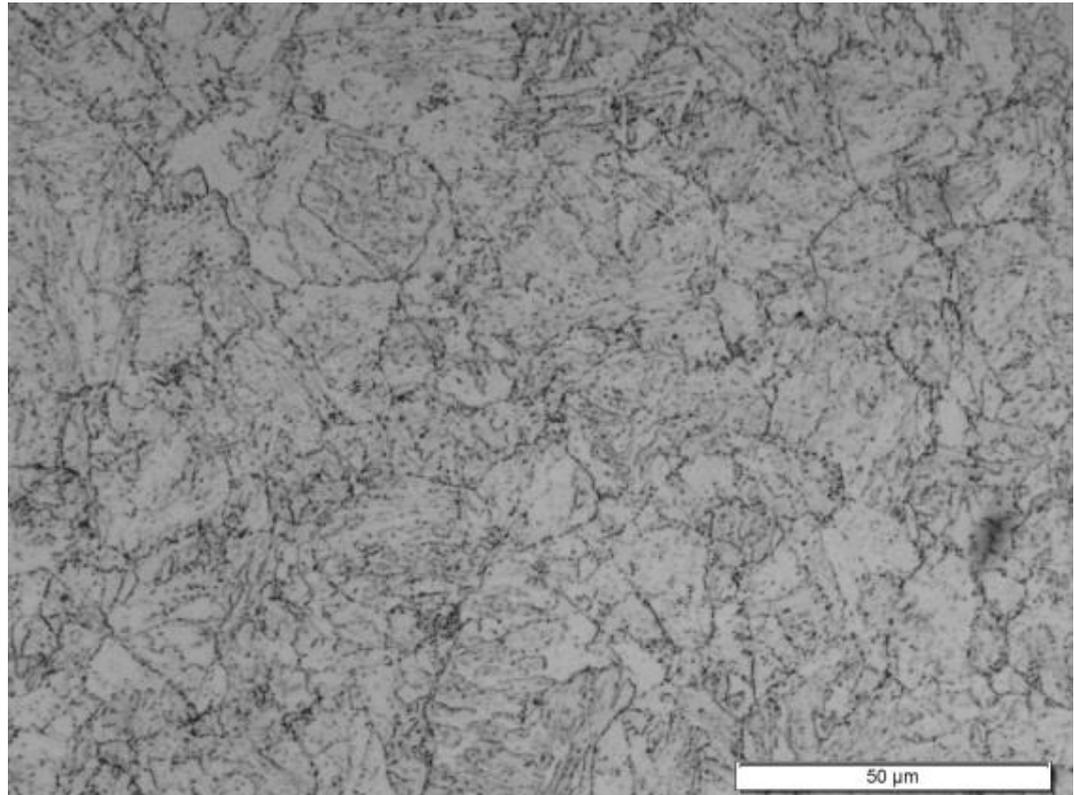
(e)



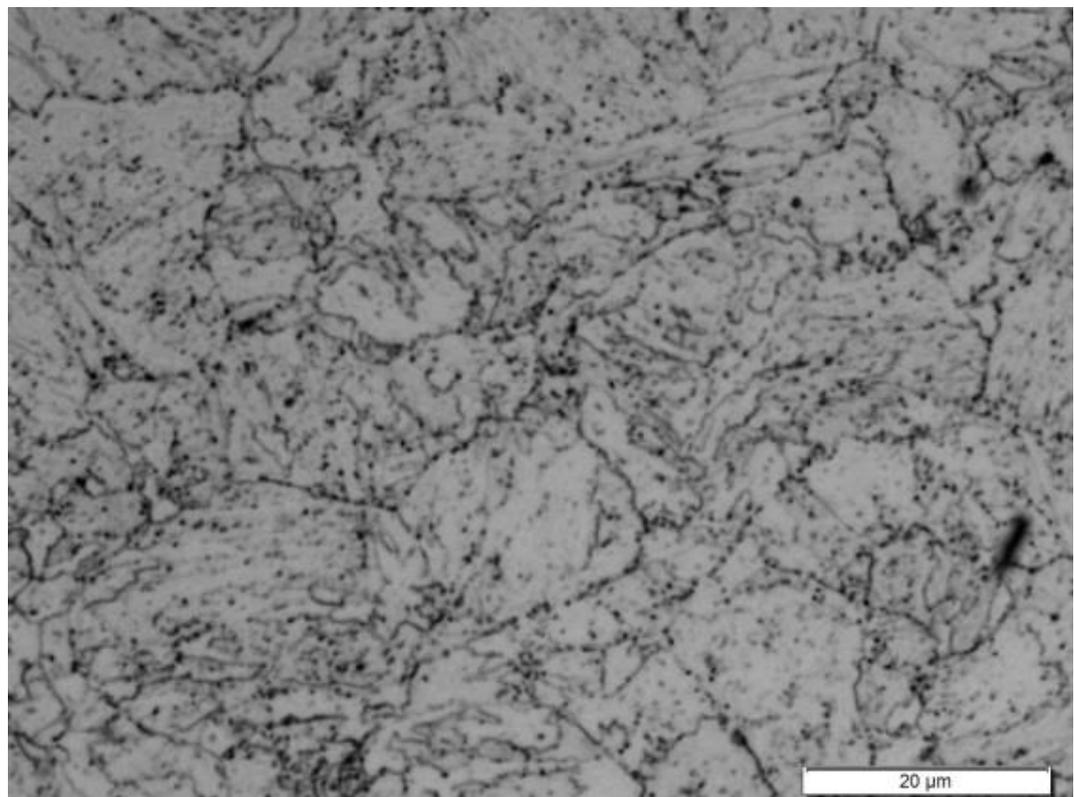
(f)

Região de GG – ER80S-D2

(340 μm da LF)



(g)

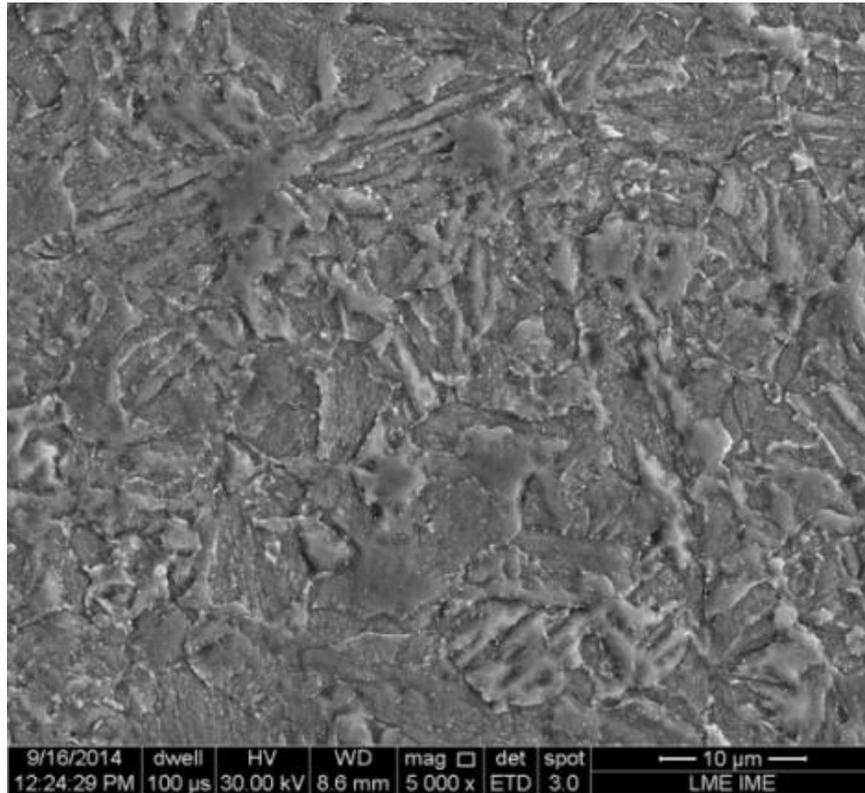


(h)

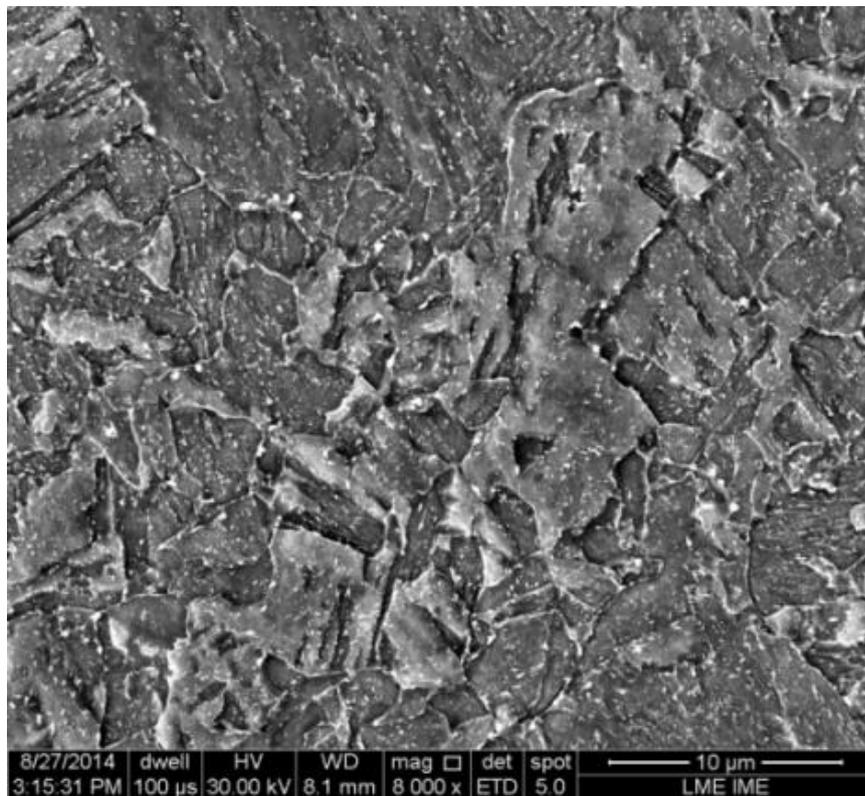
Figura 63 – MO em diferentes magnitudes da região grãos grosseiros do aço 2,25Cr-1Mo, a 340 μm da LF, revestido com liga de níquel e aço carbono.

Região de GG – ERNiCrMo-3

(340 µm da LF)



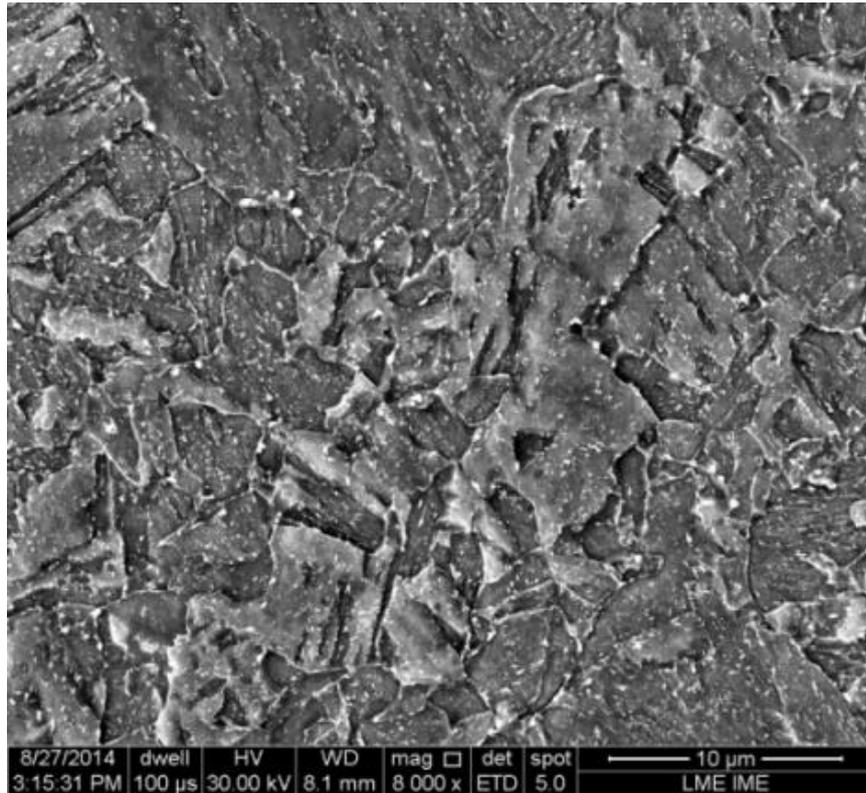
(a)



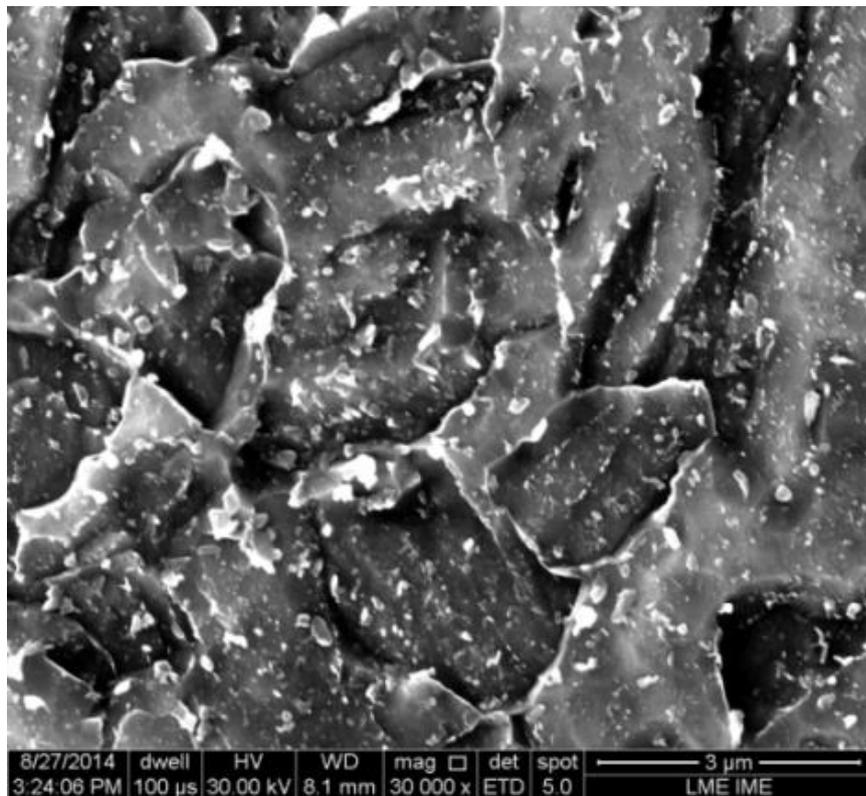
(b)

Região de GG – ERNiCrMo-3

(340 μm da LF)



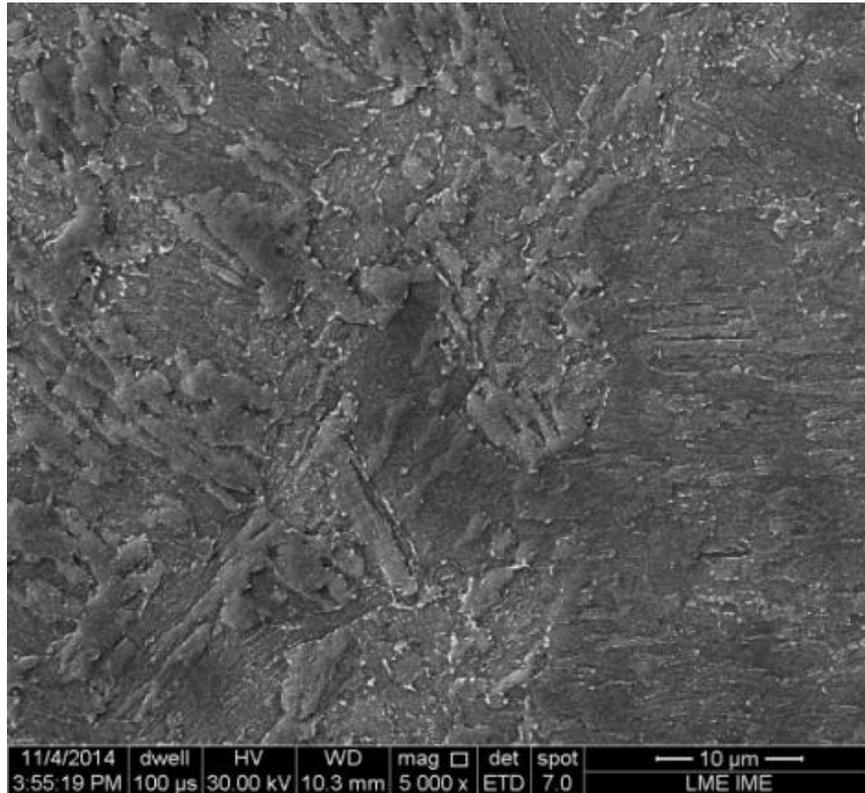
(c)



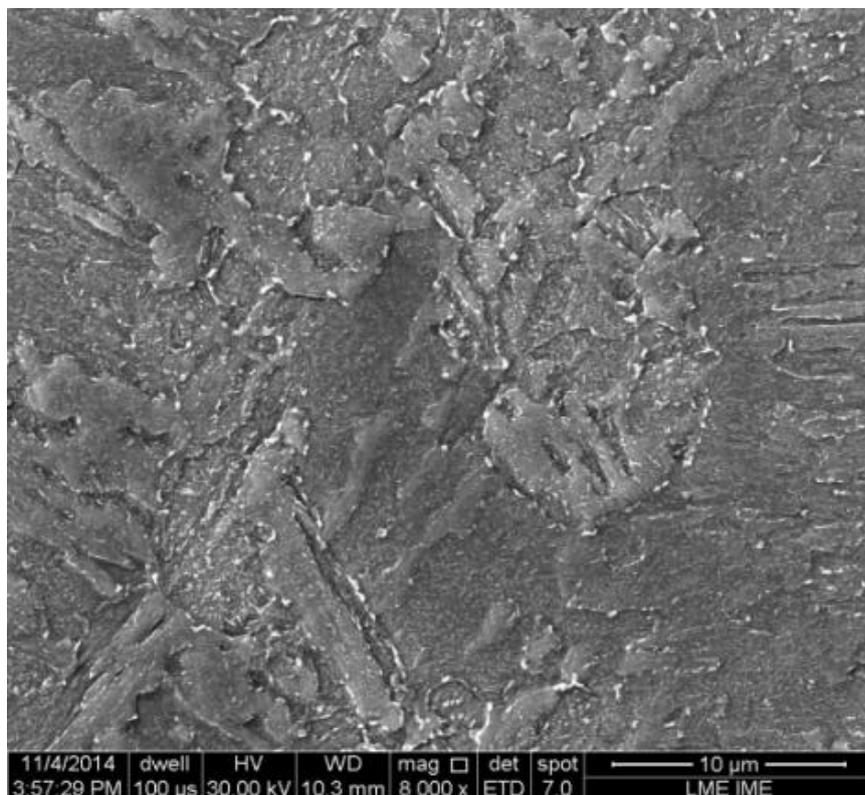
(d)

Região de GG – ER80S-D2

(340 µm da LF)



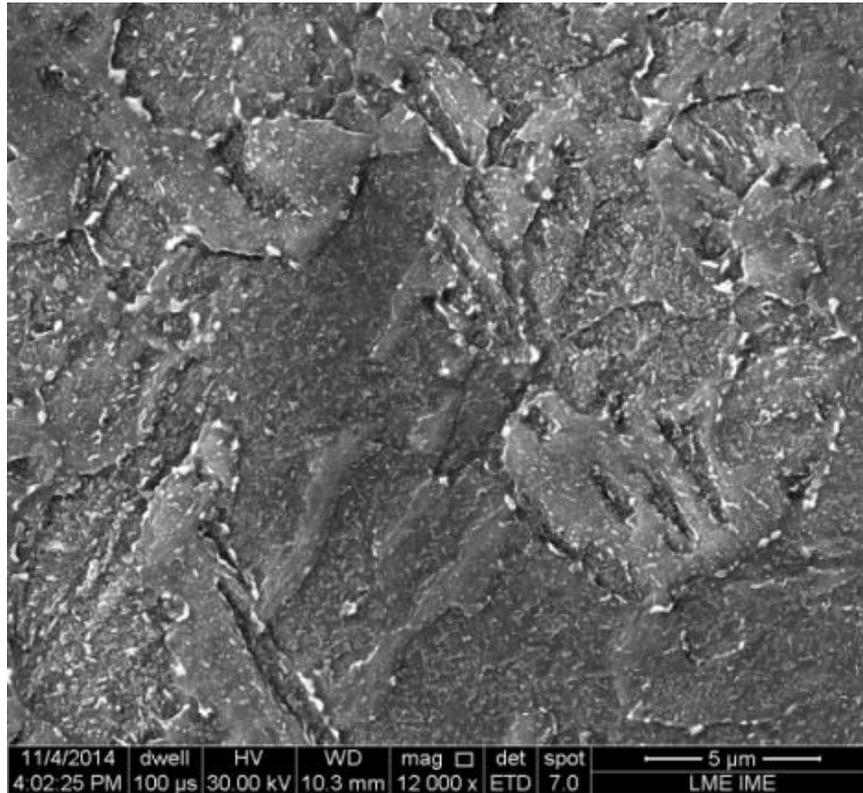
(e)



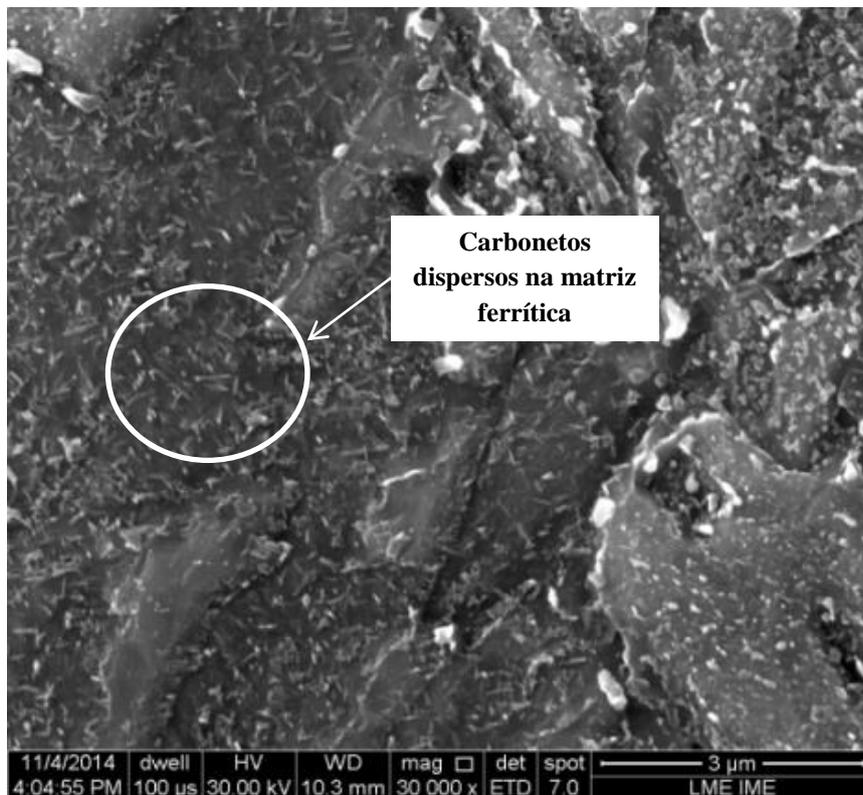
(f)

Região de GG – ER80S-D2

(340 µm da LF)



(g)

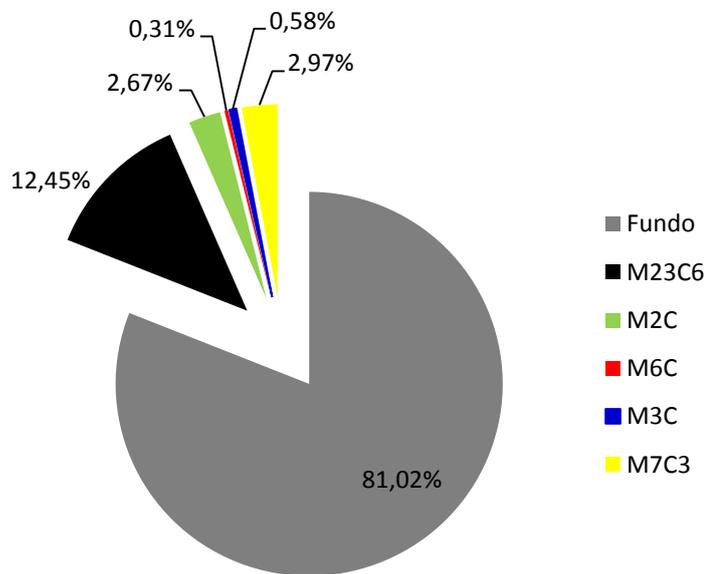
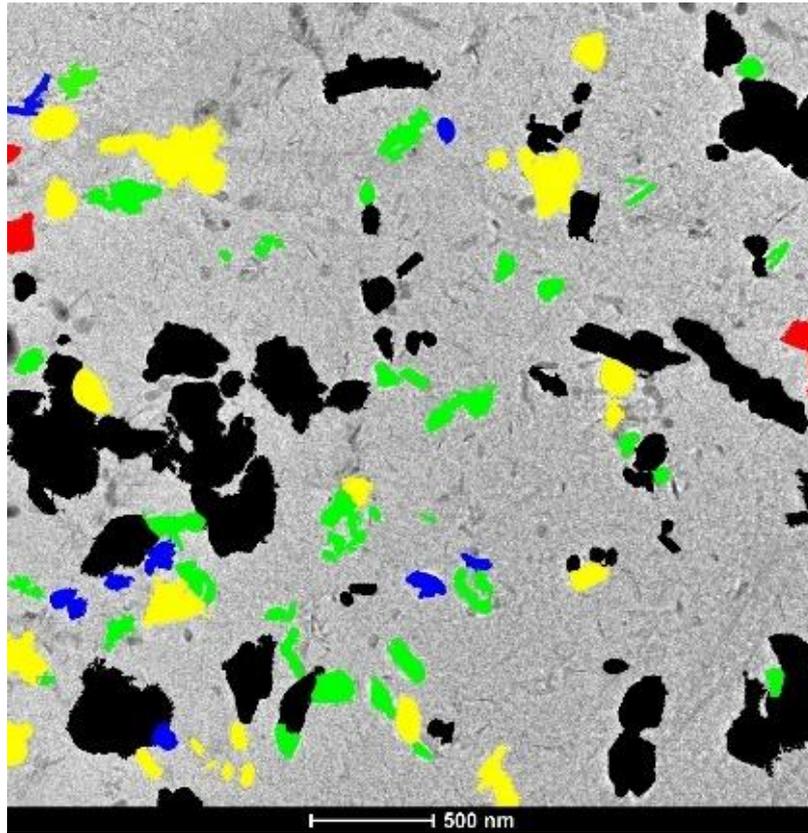


(h)

Figura 64 – MEV em diferentes magnitudes da região grãos grosseiros do aço 2,25Cr-1Mo, a 340 µm da LF, revestido com (a-d) liga de níquel e (e-h) aço carbono.

Região de GG – ERNiCrMo-3

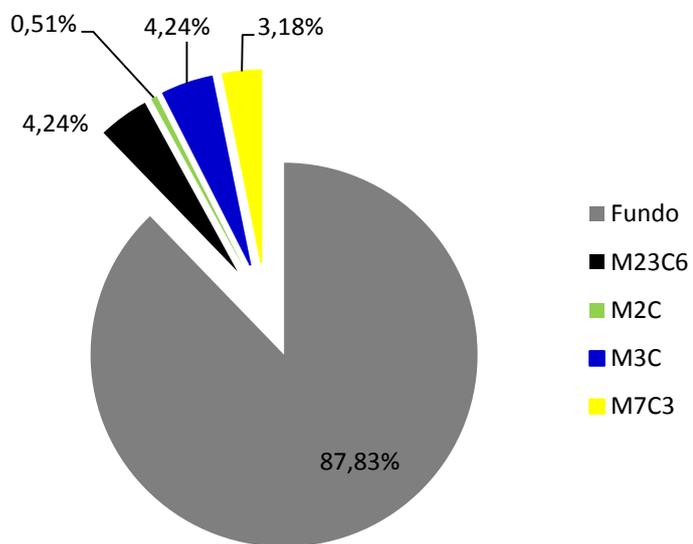
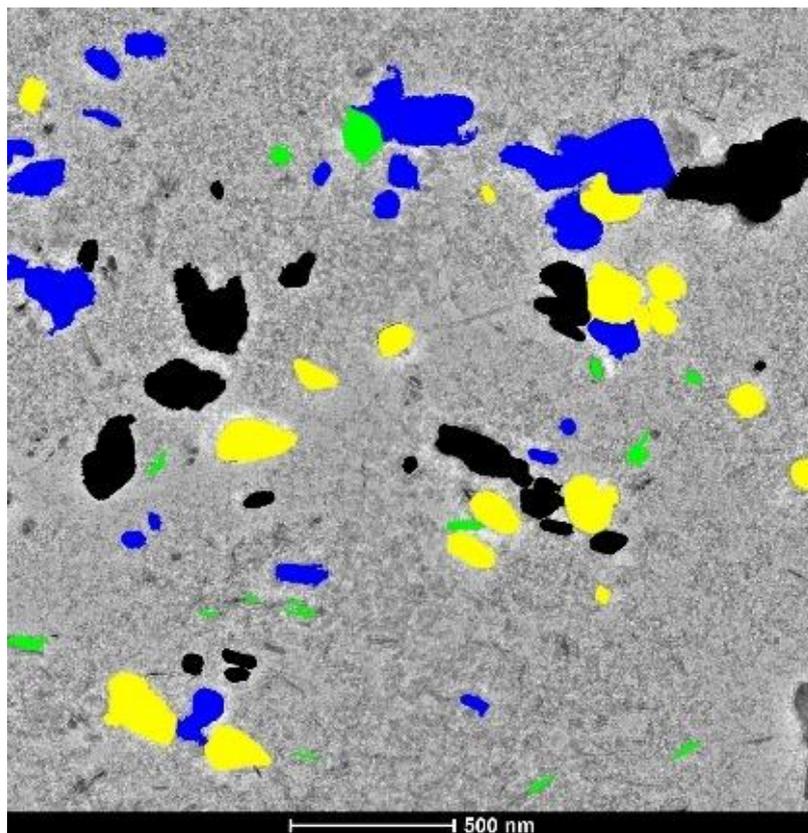
(340 μm da LF)



(a)

Região de GG – ERNiCrMo-3

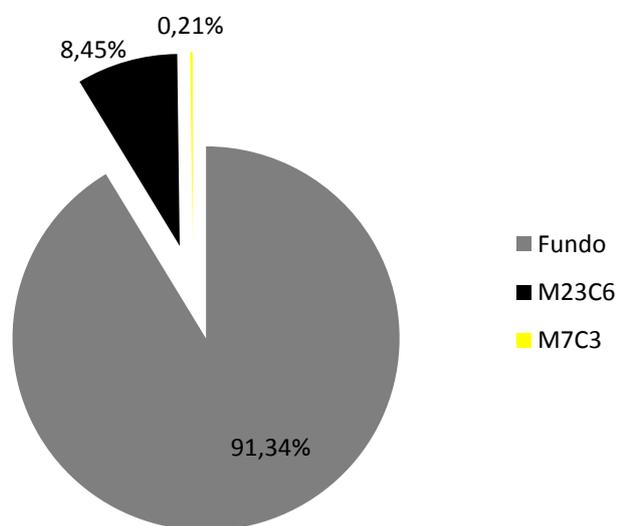
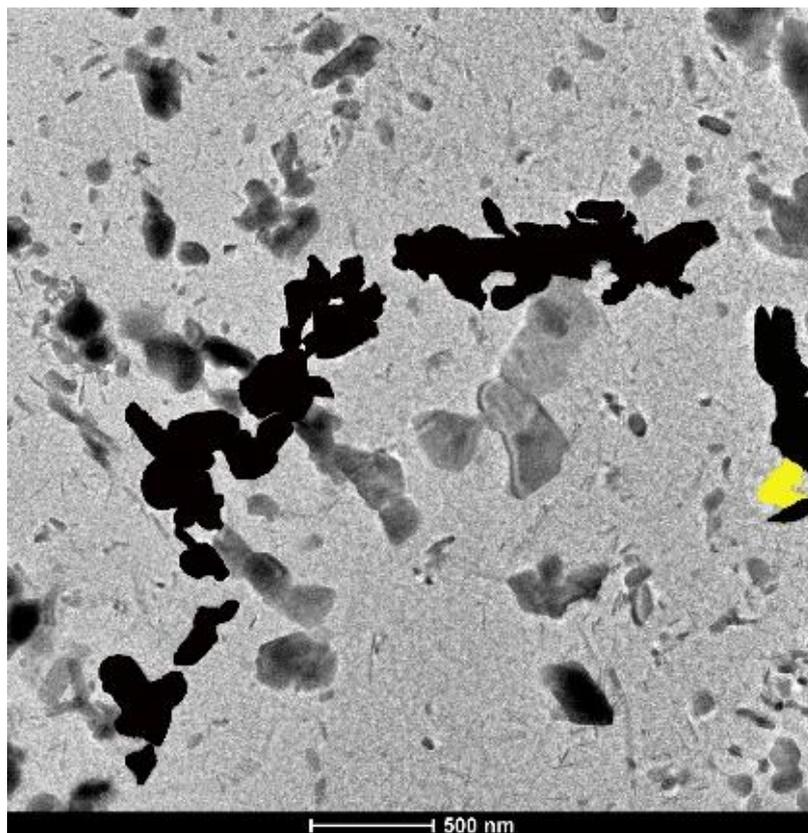
(340 μm da LF)



(b)

Região de GG – ERNiCrMo-3

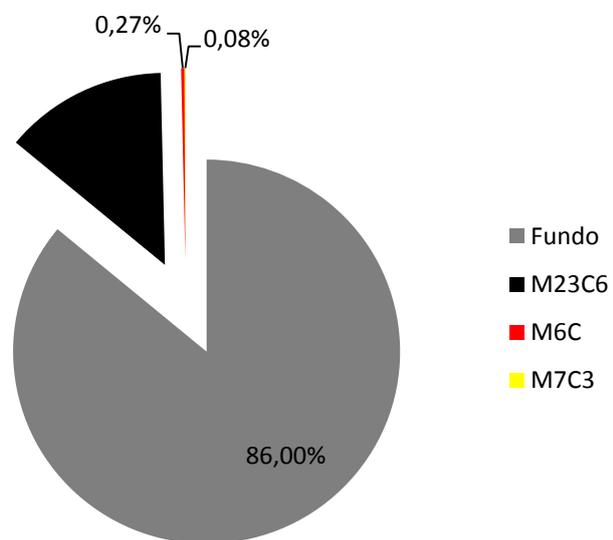
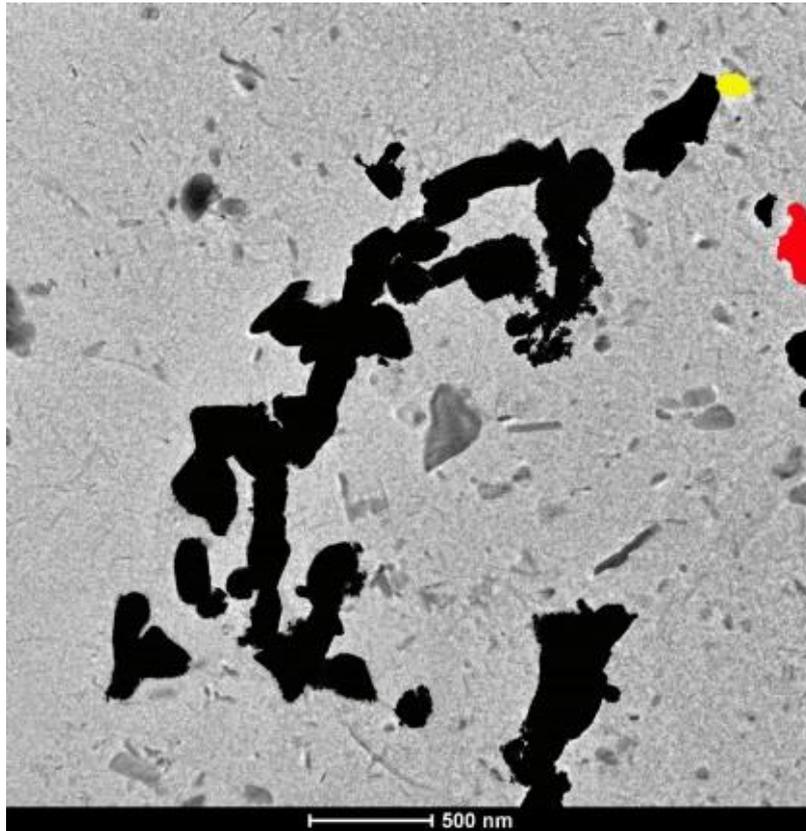
(340 μm da LF)



(c)

Região de GG – ERNiCrMo-3

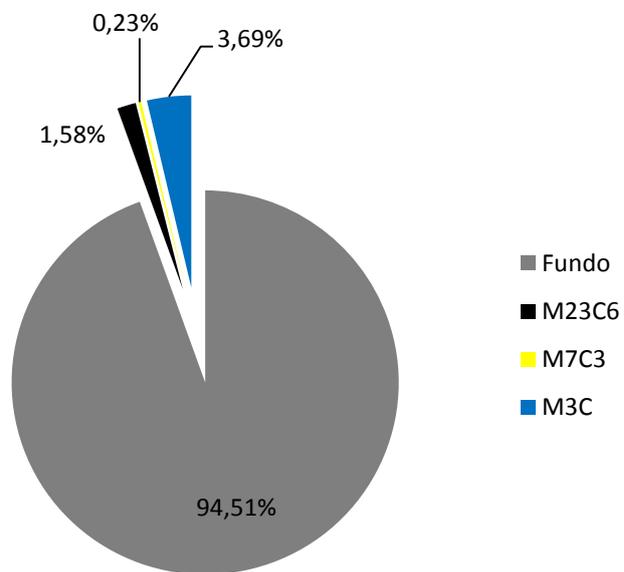
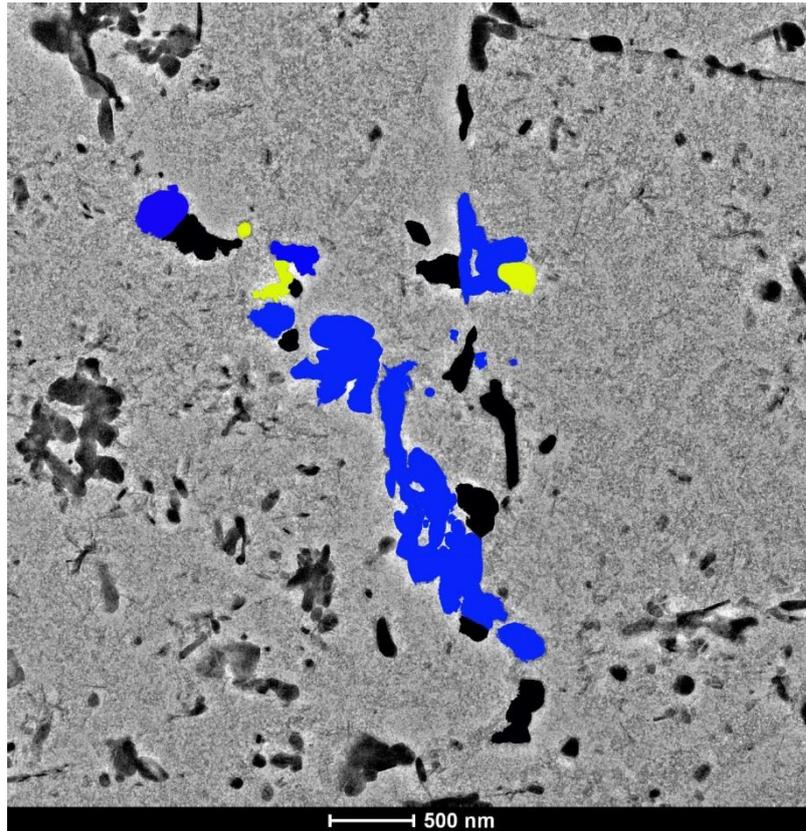
(340 µm da LF)



(d)

Região de GG – ERNiCrMo-3

(340 μm da LF)

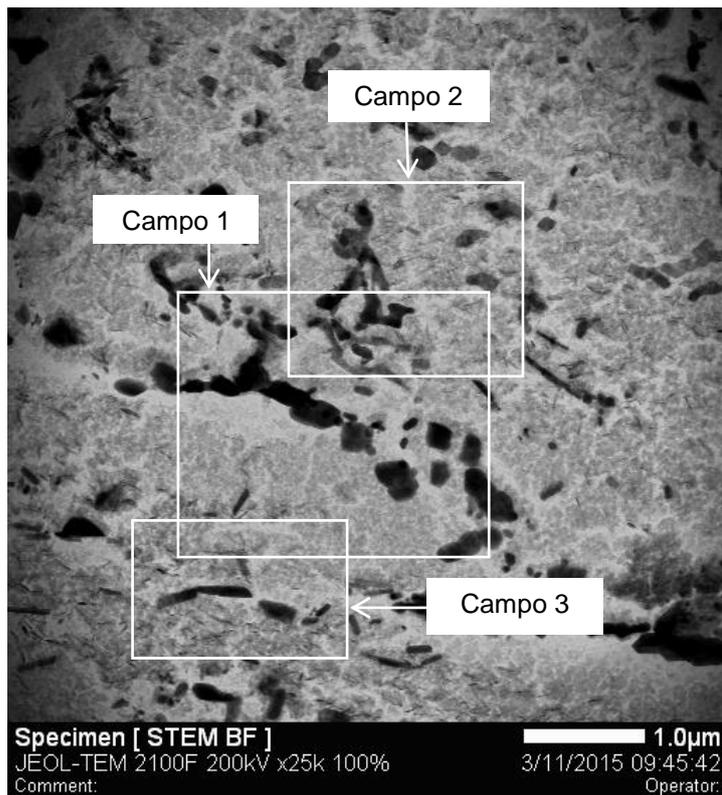


(e)

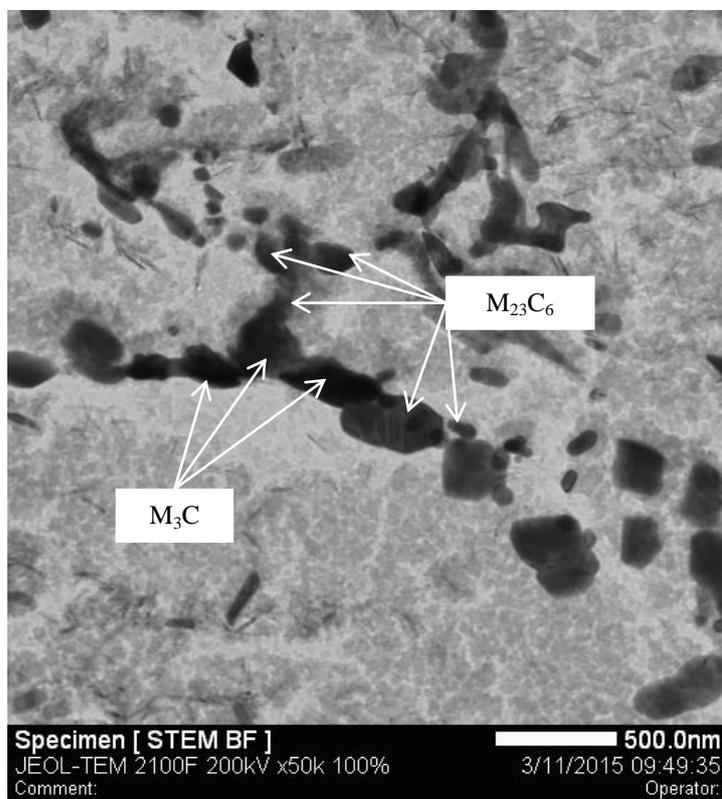
Figura 65 – MET da região de GG, a 340 μm da LF, do aço 2.25Cr-1Mo revestido com liga de níquel no (a,b) interior do grão; e no (c-e) CG.

Região de GG – ER80S-D2

(340 μm da LF)



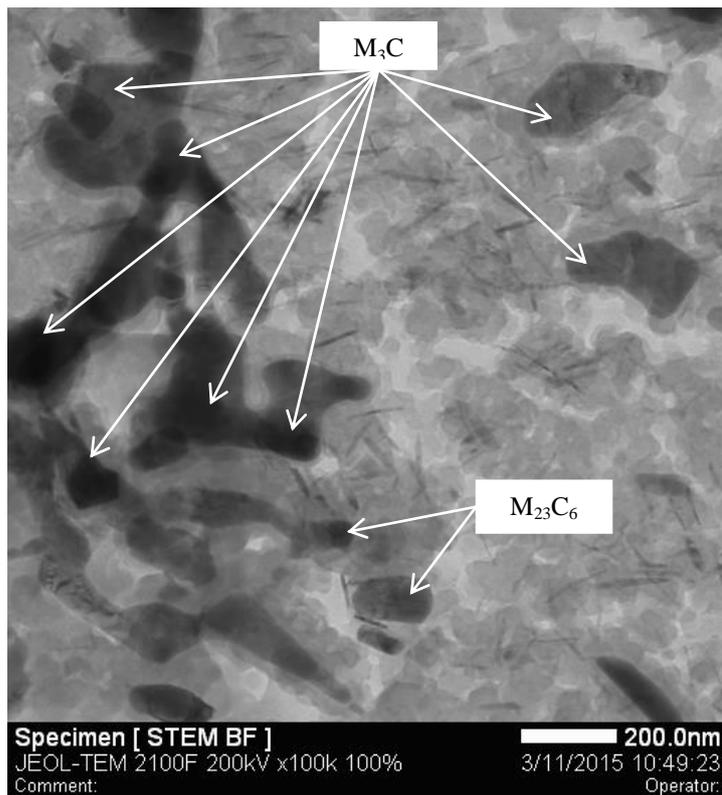
(a)



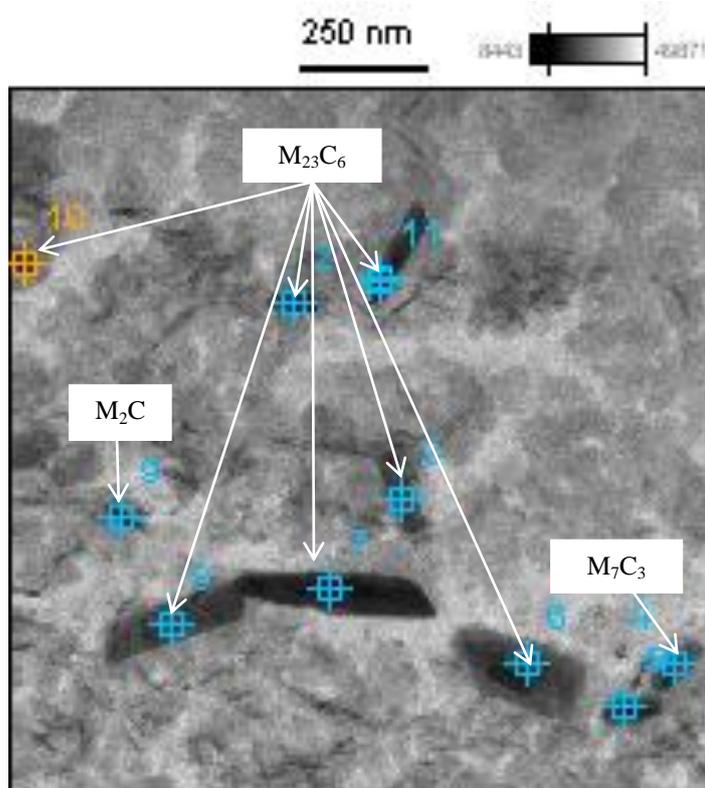
(b)

Região de GG – ER80S-D2

(340 μm da LF)



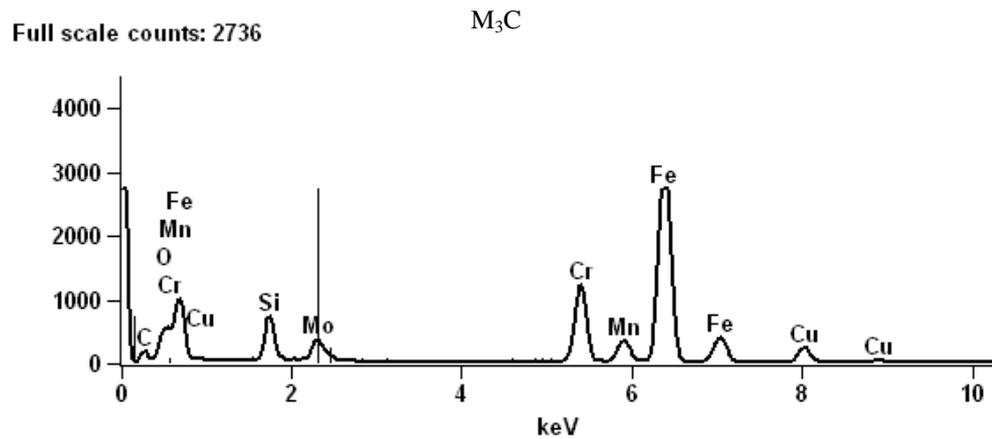
(c)



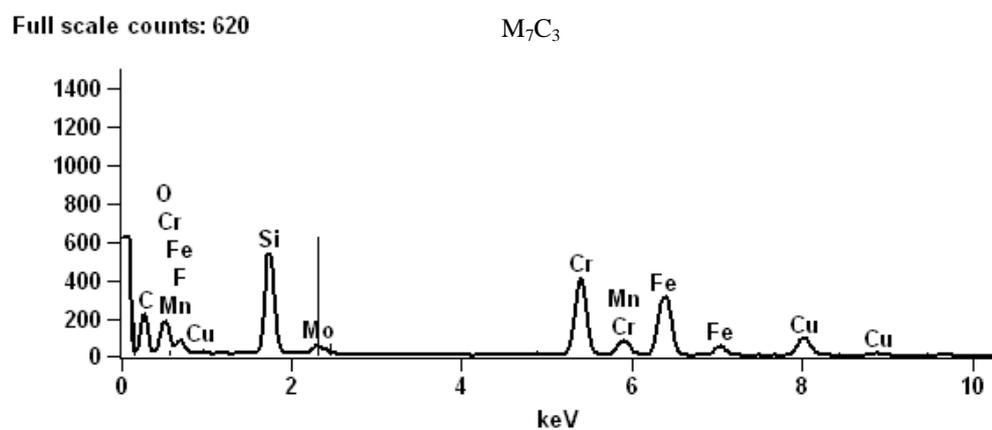
(d)

Região de GG – ER80S-D2

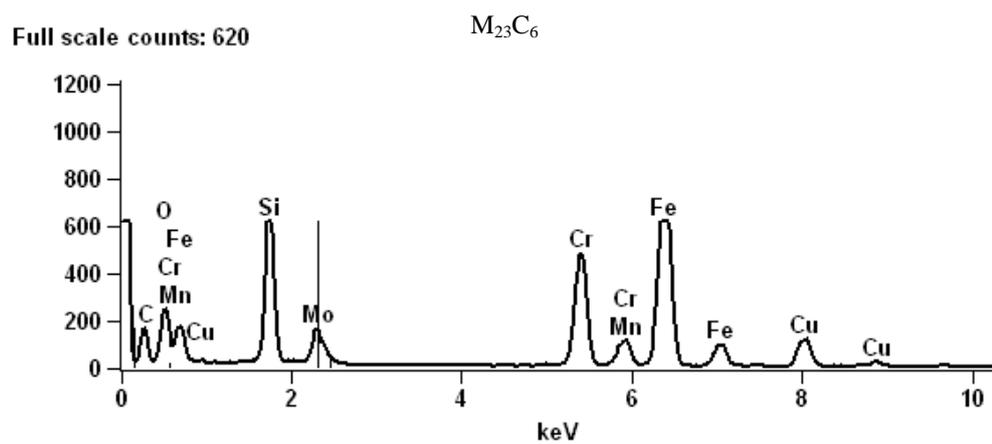
(340 μm da LF)



(e)



(f)



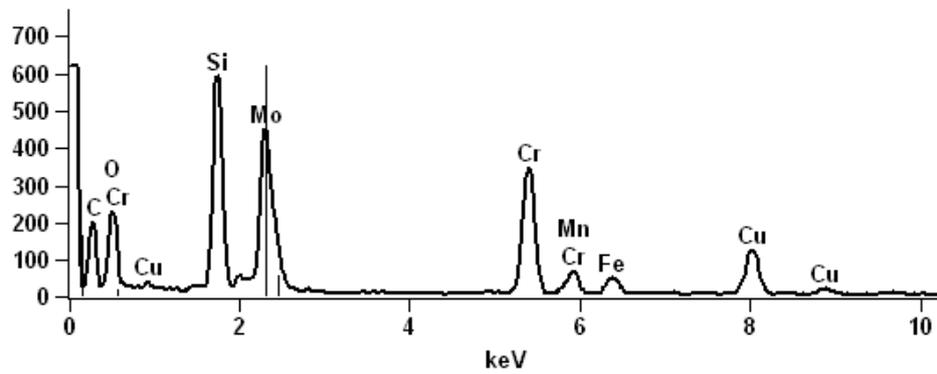
(g)

Região de GG – ER80S-D2

(340 μm da LF)

Full scale counts: 620

M_2C



(h)

Figura 66 – MET da região de GG, a 340 μm da LF, do aço 2.25Cr-1Mo revestido com aço carbono. (a) Identificação dos campos a serem analisados; (b) Campo 1 no CG; (c) Campo 2 no interior do grão; (d) Campo 3 no CG; (e) EDS característico do M_3C ; (f) EDS característico do M_7C_3 ; (g) EDS característico do M_{23}C_6 .

4.1.5. Caracterização da Interface após TTPS

4.1.5.1. Interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e a liga de níquel ERNiCrMo-3

A exposição térmica causa endurecimento no revestimento, sendo maior que no material na condição como soldada (Figura 29 e Figura 30). A difusão de carbono através da interface quando o material tratado termicamente, juntamente com a presença de elementos de liga formadores de carbonetos, faz com que ocorra precipitação de carbonetos preferencialmente ao longo dos contornos de grão do metal de revestimento.

Devido a esta migração de carbono da ZTA em direção à solda de revestimento durante o TTPS, forma-se, na ZTA próxima à interface, uma região pobre em carbono e, por conseguinte em carbonetos. Neste local é possível observar, no perfil de microdureza da Figura 30, um valor baixo de microdureza quando comparada com as regiões adjacentes.

O teor de ferro e níquel através da interface da solda varia entre 95% a 15% e de 0% a 45% em peso, respectivamente, a partir do aço em direção à liga de níquel, como pode ser visto na Figura 67. O efeito do níquel em Ac_3 e no início da transformação martensítica (M_s) em ligas Fe-Ni foram estudadas por Reuter et al. (REUTER; WILLIAMS; GOLDSTEIN, 1989). Para teor de Ni em torno de 25% em peso, Ac_3 e M_s decrescem para 600 °C e 100 °C, respectivamente. Ao submeter este material ao tratamento térmico de alívio de tensões após a soldagem, a 650 °C, e prevendo uma interface contendo relativamente altos teores de Ni, Cr e Fe, acontece a austenitização durante o aquecimento.

Sendo assim, ocorre o acúmulo de carbono proveniente da ZTA do aço 2,25Cr-1Mo na estrutura CFC da austenita formada na ZPD pelo aumento da solubilidade e diminuição da difusividade do referido elemento. No arrefecimento ocorre transformação martensítica. Portanto, a martensita não-revenida formada gera alta dureza na interface mesmo após TTPS, como observado na Figura 1 (ZHANG; WILLIAMS; GOLDSTEIN, 1994).

Na Figura 62 também é possível observar penetrações do metal de solda no metal de base chamadas “dedos”. Essas estruturas foram encontradas no aço 2,25Cr-1Mo revestido com liga de níquel. A penetração dos dedos ocorre preferencialmente ao longo

dos contornos de grãos da austenita prévia da ZTA (ALEXANDROV et al., 2012). Isso é decorrente da liquefação dos CG do aço 2,25Cr-1Mo mais próximos das ZAD que, juntamente com as forças convectivas existentes na poça, permitem a penetração do metal fundido no CG fundidos (OLIVEIRA, 2013). Isto também é decorrente do alto nível de cromo e níquel nesta região, provocando maior difusão de carbono advindo da ZTA, ocorrendo precipitação de carbonetos quando revenido (KLUEH; KING, 1982) (DAWSON et al., 2013) Provoca-se então uma descarbonetação da ZTA adjacente ao metal de solda, podendo ser visualizado também na Figura 61 e Figura 62.

Segundo Klueh e King (KLUEH; KING, 1982), esta região parcialmente diluída (ZPD) de alto cromo é constituída de duas fases: ferrita (δ) + austenita (γ) formadas durante a soldagem. Portanto, durante o TTPS a ferrita é revenida, ocorrendo precipitação e coalescimento de carbonetos, bem como a austenita se transforma em estrutura martensítica.

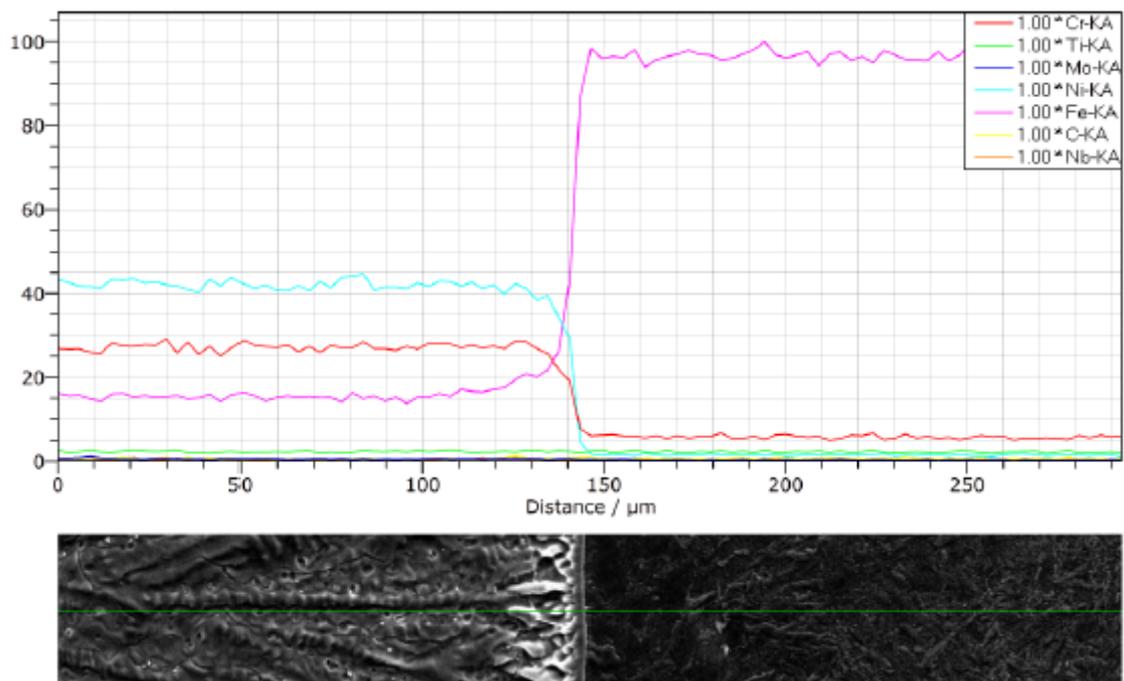
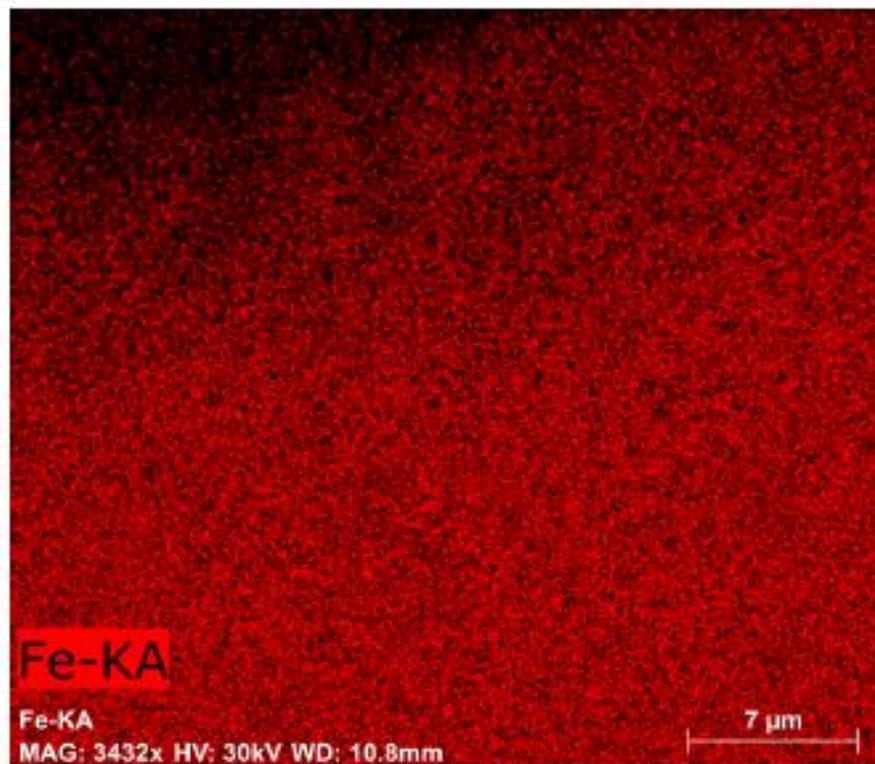


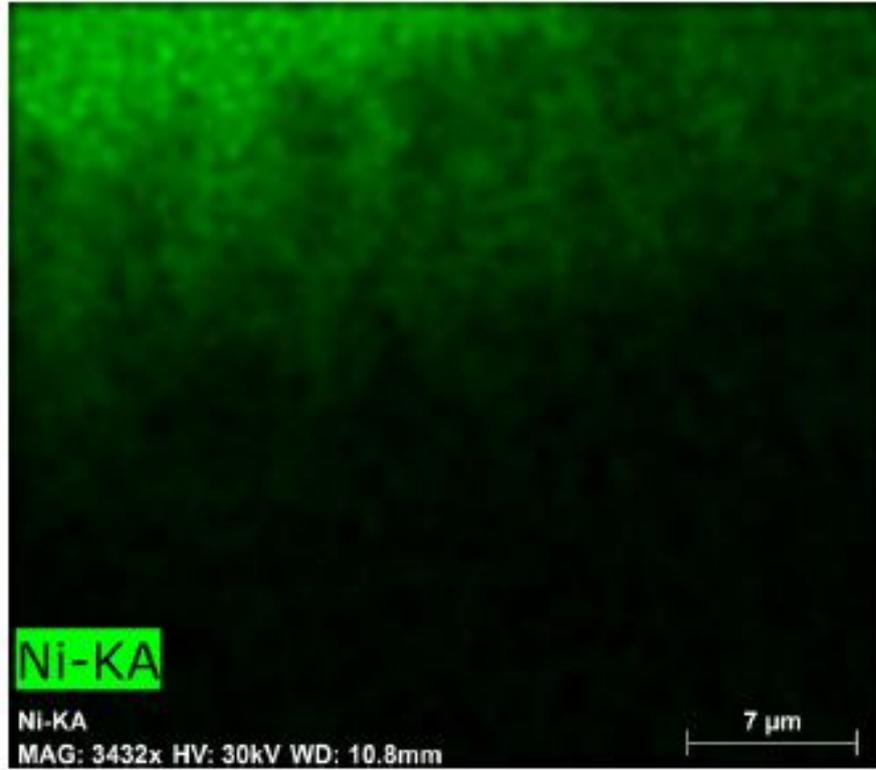
Figura 67 – EDS em linha e da interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e o revestimento de liga de níquel.



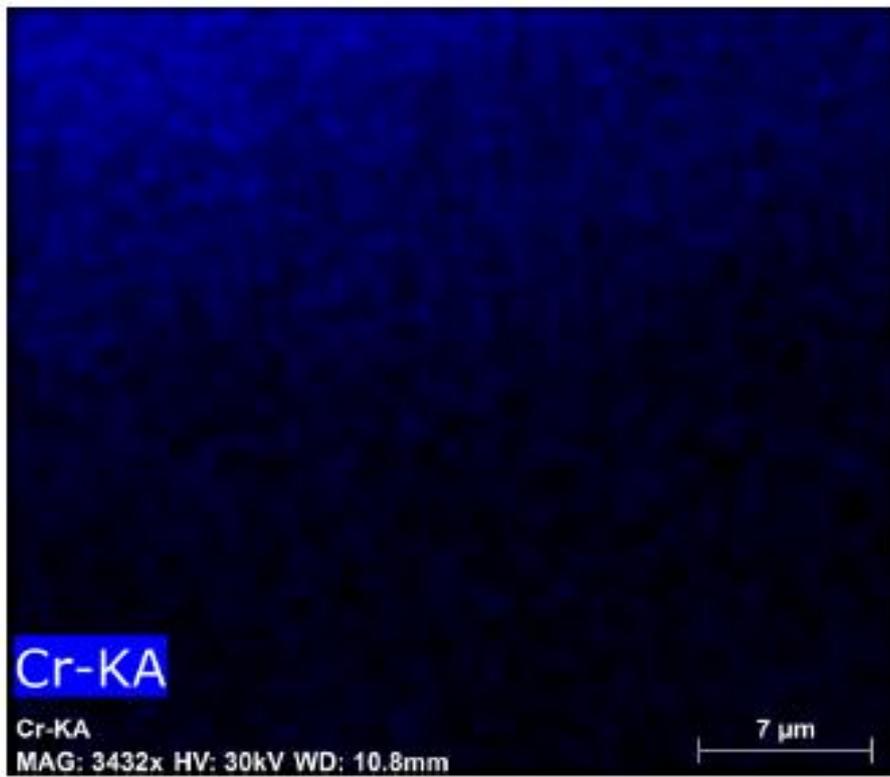
(a)



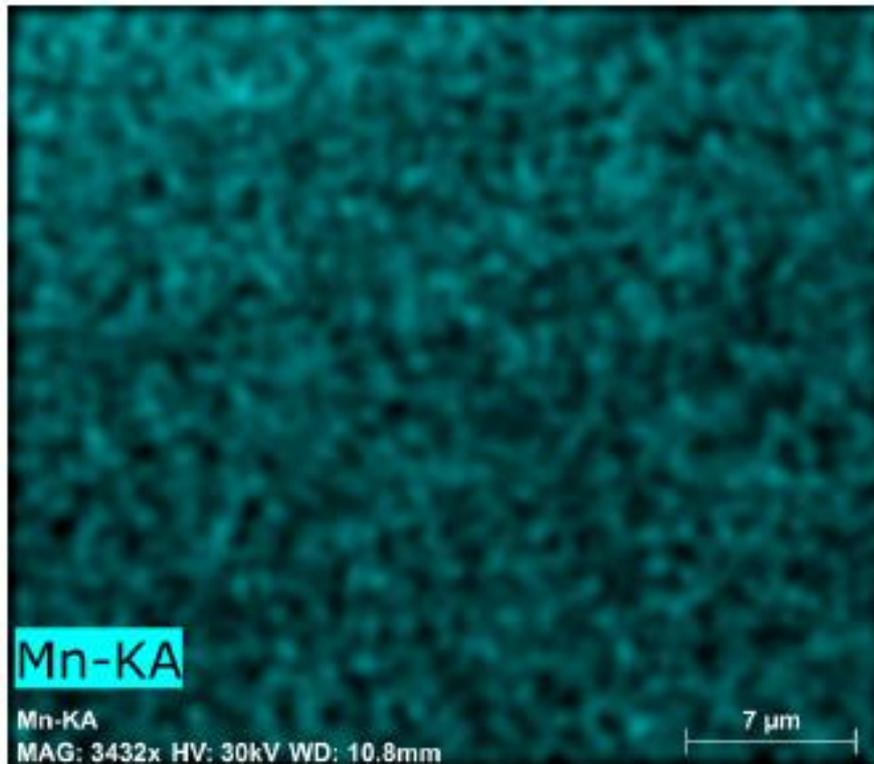
(b)



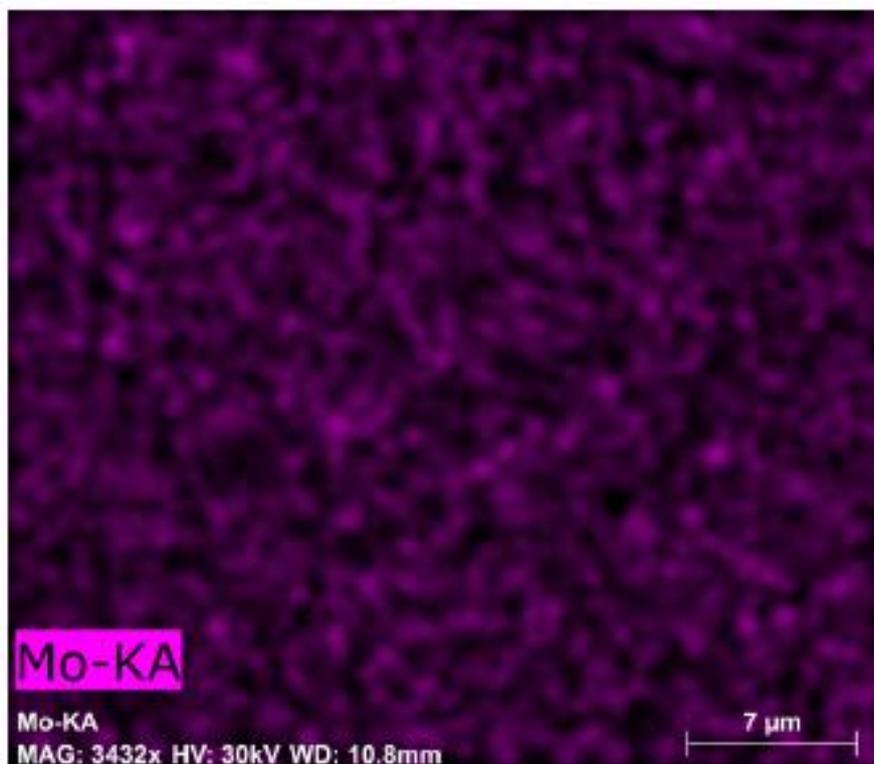
(c)



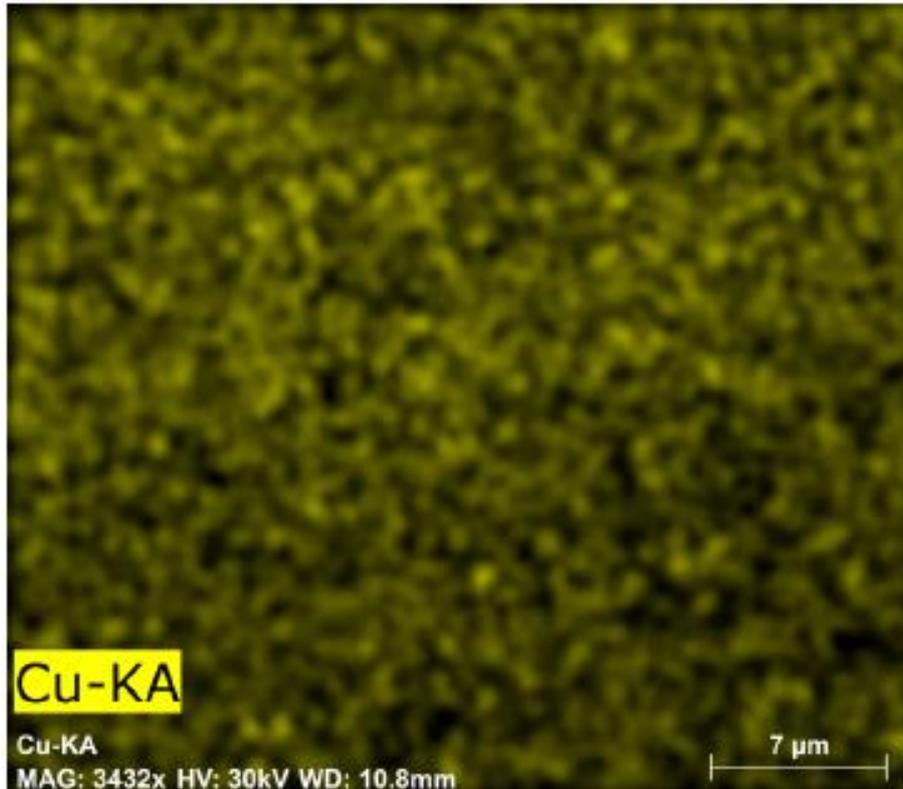
(d)



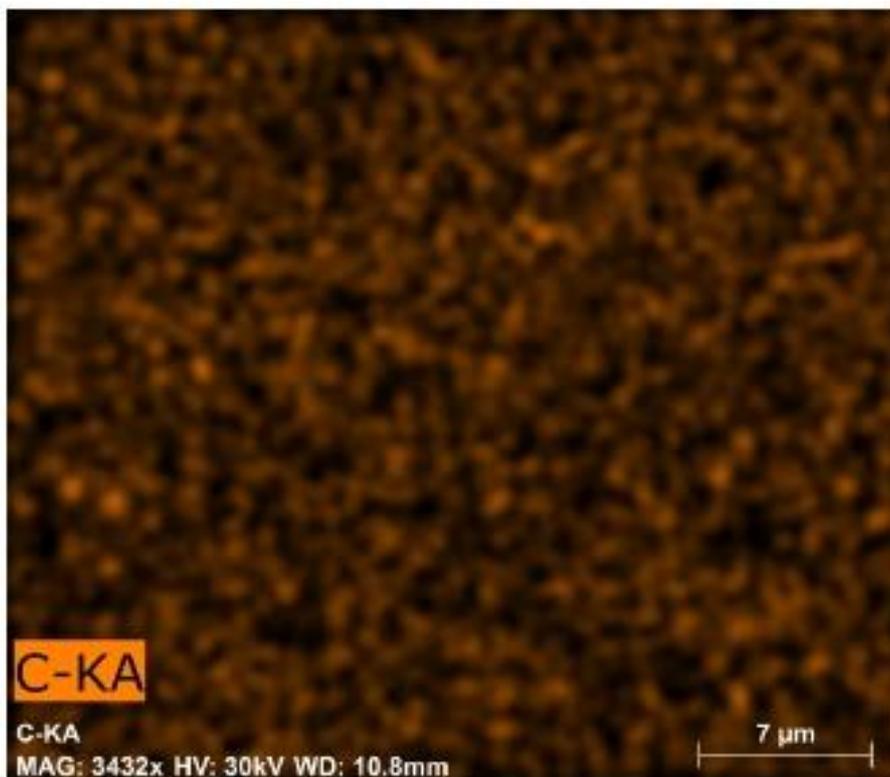
(e)



(f)



(g)



(h)

Figura 68 – Mapas da composição química da interface entre o aço 2,25Cr-1Mo e o revestimento com liga de níquel. (a) multicomposicional; (b) Cr; (c) Ni; (d) Fe; (e) Mo; (f) Ti; (g) Nb; (h) C.

5. CONCLUSÕES

O presente trabalho permite concluir que:

- Os diferentes parâmetros de soldagem influenciam diretamente na microestrutura da ZTA, na sua extensão e no tamanho de grão da austenita prévia, sendo o material amanteigado com aço carbono o que apresenta maior taxa de arrefecimento, gerando microestruturas metaestáveis mais endurecidas como o microconstituente A-M em meio à ferrita (bainita granular) na região de grãos grosseiros no estado como soldado. Após o revenimento deste material, a dureza é reduzida drasticamente devido à precipitação e coalescimento de precipitados.
- A região de maior dureza da ZTA do aço revestido com liga de níquel após TTPS é a 340 μm da LF, sendo uma região de grãos grosseiros que não é influenciada pela diferença de potencial químico do carbono na interface. A manutenção da dureza acima de 250HV nesta região é devido a maior estabilidade da microestrutura bainítica e dos carbonetos precipitados durante a soldagem.
- Regiões endurecidas e macias na interface se encontram apenas na solda dissimilar entre o aço 2,25Cr-1Mo revestido com ERNiCrMo-3, devido à difusão de elementos de liga com precipitação de carbonetos e formação de microestrutura martensítica nas ZPD's.

6. REFERÊNCIAS

ALBERRY, P. J. .; JONES, W. K. C. Diagram for the prediction of \Neld heat-affected zone microstructure. **MetalsTechnology**, v. 4, n. 1, p. 360–364, 1977.

ALEXANDROV, B. T. et al. Fusion boundary microstructure evolution associated with embrittlement of Ni–base alloy overlays applied to carbon steel. **Welding in the World**, v. 57, n. 1, p. 39–53, 7 dez. 2012.

ANAND, R. et al. Microstructural changes in grade 22 ferritic steel clad successively with Ni-based and 9Cr filler metals. **Welding Journal**, v. 89, p. 65–74, 2010.

ANAND, R.; SUDHA, C.; PAUL, V. Microstructural changes in grade 22 ferritic steel clad successively with Ni-based and 9Cr filler metals. **Welding Journal**, 2010.

ASM METALS HANDBOOK. ASM Handbook , Volume 1 , Properties and Selection : Irons , Steels , and High Performance Alloys Section : Publication Information and Contributors Publication Information and Contributors. In: **Metals Handbook**. ASM International, 2005. p. 646 – 651.

ASTM. **ASTM E112 - 13 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**.

ASTM. **ASTM International - ASTM Standards Source® - Full Set**. Disponível em: <<http://www.astm.org/DEMO/astm-standards-source.html>>. Acesso em: 15 maio. 2015.

AWS. Guideline on alternative methods for determining preheat. **American Welding Society Inc.**, v. D1.1-2010 , 2010.

AWS. **AWS Bookstore. Electrodes (Filler Metals)**. Disponível em: <<http://pubs.aws.org/electrodes-see-filler-metals/480>>. Acesso em: 15 maio. 2015.

BAKER, R. G.; NUTTING, J. The tempering of a 2,25%Cr-1%Mo steel after quenching and normalizing. **Journal of the Iron and Steel Institute**, v. 208, p. 257–268, 1959.

BATISTA, G. Z. et al., Determinação dos parâmetros para o curvamento a quente e tratamento térmico de tubos api 51 x80. **Rio Pipeline Conference & Exposition**, p. 1–8, 2007.

BERGQUIST, E. L. et al. Microstructure and properties of post weld heat treated 2.25Cr1Mo weld metal. **7th International Conference: Trends in Welding Research**, p. 963–968, 2005.

BHADESHIA, H. K. D. H. **Bainite in Steels: Transformations, Microstructure and Properties**. Second ed. Michigan: IOM Communications, 2001.

BUCHI, G. J. P.; PAGE, J. H. R.; SIDEY, M. P. JISI. p. 291–298, 1965.

BUCHMAYER, B. et al. Carbon diffusion and microstructure in dissimilar Cr-Mo-V welds and their influence on the mechanical properties. **Recent Trends in Welding Science and Technology**, p. 237–242, 1989.

BUENO, L. DE O. Effect of oxidation on creep data: Part 1 – Comparison between some constant load creep results in air and vacuum on 2¼Cr–1Mo steel from 600 to 700°C. **Materials at High Temperatures**, v. 25, n. 3, p. 213–221, 2008.

CALLISTER, W. D. **Materials Science and Engineering: An Introduction**. Seventh ed. Rio de Janeiro.

CHANG, H. J.; KAI, J. J. The effects of thermal treatment on the microstructure and tensile properties of 2,25Cr1Mo Steel. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 24, n. 11, p. 2101–2106, 1990.

DAWSON, K. E. et al. Changes in Precipitate Distributions and the Microstructural Evolution of P24/P91 Dissimilar Metal Welds During PWHT. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 44, n. 11, p. 5065–5080, 23 jul. 2013.

DUNPHY, W. R.; PELLINI, W. S. Transformation of Cr-Mo steels during welding. **Welding Journal**, v. 33, n. 1, p. 57s–64s, 1954.

EISENHITTENLEUTE, V. D. **Steel: A Handbook for Materials Research and Engineering**. Vol. 2 ed. Berlin: Springer Verlag, 1993.

- GANDY, D. **The Grade 22 Low Alloy Handbook**. 1^a. ed. Palo Alto, California. v. 3.
- GOJIC L., MATKOVIC, M. K. P. The effect of tempering temperature on mechanical properties and microstructure of low alloy Cr and CrMo steel. **Journal of Materials Science**, v. 33, p. 395–403, 1998.
- HABRAKEN, L. J.; ECONOMOPOULOS, M. Bainitic microstructures in low carbon alloy steels and their mechanical properties, transformation and hardenability in steels. **Climax Molybdenum**, p. 69–108, 1967.
- HULL, D.; BACON, D. J. **Introduction to Dislocations**. Fourth ed. Liverpool: British Library, 2001.
- KLUEH, R. L.; KING, J. F. Austenitic Stainless Steel-Ferritic Steel Weld Joint Failures. **welding research supplement**, n. September, p. 302–311, 1982.
- KOU, S. **Welding Metallurgy**. Second ed.
- KOU, S.; YANG, Y. K. Fusion-Boundary Macroseggregation in Dissimilar-Filler Welds. **Welding Journal**, v. 86, p. 303–s – 312–s, 2007.
- LAHA, K. et al. Creep Behaviour of Post-weld Heat-treated 2 . 2 5Cr-1Mo Ferritic Steel Base , Weld Metal and Weldments. **Materials Science and Engineering: A**, v. 129, p. 183–195, 1990.
- LAHA, K. et al. An Assessment of Creep Deformation and Fracture Behavior of 2 . 25Cr-1Mo Similar and Dissimilar Weld Joints. v. 32, n. January, p. 115–124, 2001.
- LAHA, K. et al. A Comparison of Creep Rupture Strength of Ferritic/Austenitic Dissimilar Weld Joints of Different Grades of Cr-Mo Ferritic Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 43, n. 4, p. 1174–1186, 2 dez. 2011.
- LI, G. .; CHARLES, E. .; CONGLETON, J. Effect of post weld heat treatment on stress corrosion cracking of a low alloy steel to stainless steel transition weld. **Corrosion Science**, v. 43, n. 10, p. 1963–1983, out. 2001.
- LI, L. et al. Embrittlement and toughening in CGHAZ of ASTM4130 steel. **Science China Physics, Mechanics and Astronomy**, v. 54, n. 8, p. 1447–1454, 2 jul. 2011.

LIMA, C. R. DE. **Evolução Microestrutural do Aço Ferrítico 2,25Cr-1Mo em Longos Tempos de Exposição a Altas Temperaturas.** IME, 2007.

LUNDIN, C. D. et al. Transformation Metallurgical Response and Behavior of the Weld Fusion Zone and Heat Affect Zone in Cr-Mo Steels for Fossil Energy Application. **Oak Ridge National Laboratory**, p. 255, 1987.

MIRANDA, R. M.; FORTES, M. A. Austenite Grain Growth , Microstructure and Hardness in the Heat-affected Zone of a 2 . 2 5 Cr- 1Mo Steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 08, p. 1–8, 1989.

MODENESI, P. J. **Introdução à Física do Arco Elétrico e sua Aplicação na Soldagem dos Metais.** UFMG, 2007.

MURPHY, M. C.; BRANCH, G. D. Metallurgical Changes in 2.25 CrMo Steels During Creep-Rupture Test. **J. Iron Steel Inst.**, v. 209, n. 245, p. 546–561, 1971.

NACE. **NACE International Store - ANSI/NACE MR0175/ISO 15156.** 2009. ed.

NATH, B. Welding in Nuclear Engineering. **Deutschen Verband fur Schweibtechnik**, p. 52–56, 1982.

NOBUHIRO, F. .; BHADSHIA, H. K. D. H. Modelling Simultaneous Alloy Carbide Sequence in Power Plant Steels. **ISIJ International**, v. 42, n. 7, p. 760–769, 2002.

OLIVEIRA, G. L. G. **Soldagem dissimilar dos aços aisi 8630m e astm a182 f22 para aplicações subaquáticas.** UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ, 2013.

ORR, J. .; BECKITT, F. R. .; FAWKES, G. D. The physical metallurgy of chromium-molybdenum steels for fast reactor boilers. In: International conference on ferritic steels for fast reactor steam generators, 1978. p. Fawkes, G.D.

PARAMESWARAN, P. et al. Microstructural evolution in a single pass autogenously welded 2. 25Cr-1Mo STEEL. v. 57, n. 3, p. 253–264, 2004.

PARAMESWARAN, P.; VIJAYALAKSHMI, M.; SHANKAR, P. Influence of carbon content on microstructure and tempering behaviour of 2 1/4Cr 1M o steel. **Journal of Materials Science**, v. 27, n. 1992, p. 5426–5434, 1993.

PEDDLE, B. E.; PICKLES, C. A. Carbide and Hardness Development in the Heat-Affected Zone of Tempered and Postweld Heat-Treated 2.25Cr-1Mo Steel Weldments. **JMEPEG**, v. 9, n. October, p. 477–488, 2000.

PILLING, J.; RIDLEY, N. Tempering of 2 . 25 Pct Cr-1 Pct Mo Low Carbon Steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 13, n. April, p. 557–563, 1982.

RAYNOR, G. V.; RAGHAVAN, V.; RIVLIN, V. G. **Phase Diagrams of Ternary Iron Alloys: Phase equilibria in iron ternary alloys**. Michigan: ASM International, 1987.

REBELLO, J. M. A. **Metalurgia da Soldagem**. Rio de Janeiro.

REED-HILL, R. E. et al. **Princípios de Metalurgia Física**. Second ed.

REUTER, K. B.; WILLIAMS, D. B.; GOLDSTEIN, J. I. Ordering in the Fe–Ni system under electron irradiation. **Metallurgical Transactions A**, v. 20, n. 4, p. 711–718, 1 abr. 1989.

RIGUEIRA, G. **Estudo do Envelhecimento de Aços 2,25Cr-1Mo com Estrutura Ferrita-Perlita e Ferrita-Bainita a partir da Quantificação de Carbonetos**. UFRJ/COPPE, 2010.

ROY, P.; LAURITZEN, T. The Relative Strength of Base Metal and Heat-Affected Zone in 2 1/4 Cr - 1 M o Weldments — A Microstructural Evaluation. **Welding Journal**, v. 65, p. 45–47, 1986.

SAGHAFIFAR, H. **Microstructural stability of a nickel-based alloy overlay on a 2 . 25Cr1Mo steel substrate**. The University of Nottingham, 2011.

SIEBERT, C. A.; DOANE, D. V.; BREEN, D. H. **The hardenability of steels: concepts, metallurgical influences, and industrial applications**. Michigan: American Society for Metals, 1977.

SMITH, E.; BLANCHARD, B. E.; APPS, R. L. Welding of Creep Resistant Steel. **TWI**, p. 79–89, 1970.

SONG, S.-H.; FAULKNER, R. .; FLEWITT, P. E. . Quenching and tempering-induced molybdenum segregation to grain boundaries in a 2.25Cr–1Mo steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 281, n. 1-2, p. 23–27, abr. 2000.

SOPOUSEK, J.; MILLION, B. Carbon profile analysis of Fe-Cr-C/Fe-Cr-Ni-C diffusion joints. **Metallic Materials**, v. 41, n. 2, p. 118–126, 2003.

SUDHA, C. et al. Systematic study of formation of soft and hard zones in the dissimilar weldments of Cr–Mo steels. **Journal of Nuclear Materials**, v. 302, n. 2-3, p. 193–205, abr. 2002.

TABUCHI, M. et al. Creep crack growth behavior in the HAZ of weldments of W containing high Cr steel. v. 78, n. 2001, p. 779–784, 2002.

TAMMASOPHON, N.; HOMHRAJAI, W. Effect of Postweld Heat Treatment on Microstructures and Hardness of TIG Weldment between P22 and P91 Steels with Inconel 625 Filler Metal. v. 21, n. 1, p. 93–99, 2011.

TOWNSEND, R. D. Phase Transformations. **Inst. of Metallurgists**, p. 107–109, 1979.

TRINDADE, V. B. F. **Influência do tratamento térmico de normalização em metais de solda baixa liga de arco submerso**. COPPE/UFRJ, 2001.

ZHANG, J.; WILLIAMS, D. B.; GOLDSTEIN, J. I. Decomposition of Fe-Ni martensite: Implications for the low-temperature (≤ 500 °C) Fe-Ni phase diagram. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 25, n. 8, p. 1627–1637, 1994.