CEFET/RJ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE AÇO DE 9% NI COM BAIXO CARBONO E CORRELAÇÃO COM AS PROPRIEDADES MECÂNICAS

RACHEL PEREIRA CARNEIRO DA CUNHA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia dos Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

Orientador(a):Sérgio Souto Maior Tavares
Coorientador(a): Cássio Barbosa

Rio de Janeiro
Março de 2019

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE AÇO DE 9% NI COM BAIXO CARBONO E CORRELAÇÃO COM AS PROPRIEDADES MECÂNICAS

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais.

RACHEL PEREIRA CARNEIRO DA CUNHA

Aprovada por:

Prof. Sérgio Souto Maior Tavares, D.Sc (CEFET / UFF) (Orientador)

Cássio Barbosa, D.Sc (INT) (Coorientador)

Prof. Manoel Ribeiro da Silva, D.Sc (UNIFEI)

Prof. Humberto Nogueira Farneze, D.Sc (CEFET)

SUPLENTE

Prof. Juan Manuel Pardal, D.Sc (UFF)

Rio de Janeiro
Março, 2019

CEFET/RJ – Sistema de Bibliotecas / Biblioteca Central

C972 Cunha, Rachel Pereira Carneiro da
Caracterização microestrutural de aço de 9% NI com baixo carbono e correlação com as propriedades mecânicas / Rachel Pereira Carneiro da Cunha.—2019.
99f. : il. (algumas color.) , grafs. , tabs. ; enc.

Dissertação (Mestrado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca , 2019.
Bibliografia : f. 97-99
Orientador : Sérgio Souto Maior Tavares
Coorientador : Cássio Barbosa

1. Ligas de aço - Propriedades térmicas. 2. Níquel. 3. Austenita. 4. Tecnologia de materiais. I. Tavares, Sérgio Souto Maior (Orient.). II. Barbosa, Cássio (Coorient.). III. Título.

CDD 669.142

Elaborada pela bibliotecária Mariana Oliveira CRB-7/5929

DEDICATÓRIA

“Uma mulher deve ser duas coisas: quem e o que ela quiser.” – Coco Chanel
Dedico essa conquista às duas mulheres que me ensinaram que conhecimento adquirido ninguém pode nos tirar, todo esforço terá sua recompensa e que nós podemos ser o que desejamos ser.
Meus grandes amores: Mãe e Irmã!

AGRADECIMENTOS

À Deus pela vida e por ter me dado saúde e me cercado de pessoas que me dão alegria, energia e força.

À minha mãe por ser meu maior exemplo, porto seguro e inspiração de admiração.

À minha mãe (novamente), irmã, pai e meu cãozinho Otávio, por serem meu núcleo, minha raiz, o melhor de mim. Por acreditarem no meu potencial e serem os eternos amores da minha vida.

Ao meu amor, Rômulo, por toda a parceria, companheirismo, amizade, confiança e motivação de alcançar voos maiores. Por ser meu melhor amigo e por me proporcionar tantas gargalhadas e momentos de paz.

Aos meus sogros, Fortune e Nilton por me receberem sempre com tanto carinho, amor e pelo apoio dado.

Aos meus orientadores Sérgio Souto e Cássio Barbosa por terem confiado e acreditado no meu potencial e dedicação. Muito além de orientadores, amigos. Sou eternamente grata e admiro muito como profissionais e pessoas.

Ao Professor Humberto, Raimundo da Villares Metals, Robson e Rafael (DIEMP – INT) pelas dicas dadas sobre preparação de amostras, ataque químico e artigos. Ao Professor Juan pela ajuda com tratamento de imagens.

Às minhas grandes amigas: Manu, Kaká, Milla e Momo por todo apoio, palavras de incentivo, carinho e amizade e aos amigos Davi, Valle, Robertinha e Malak pelo carinho e parceria de sempre.

Aos meus tios e primos por serem motivo de inspiração e admiração em todas as etapas da vida e à minha vó Prupru por ser o anjo que me protege, me acalma e me guia.

À Tecmetal Consultoria em Materiais pelo ensaio mecânico realizado gentilmente.

Ao Instituto Nacional de Tecnologia, por ter me permitido tanto aprendizado, proporcionado os ensaios feitos para essa dissertação e por ter permitido conhecer tantos amigos queridos, que carrego para toda a minha vida e que tanto me ajudaram. Especialmente aos amigos do CENANO: Carlinha, Érika, Maurício e Chico.

Ao CEFET/RJ pela seriedade do instituto, competência dos docentes e pela excelência na graduação e pós-graduação.

Ao Instituto SENAI de Tecnologia Solda pela gentileza da realização do ensaio de simulação na máquina Gleeble.

Ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFRJ e INMETRO pela gentileza ao realizar os ensaios de magnetização (VSM).

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES).

RESUMO

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA DE AÇO 9% NI COM BAIXO CARBONO E CORRELAÇÃO COM AS PROPRIEDADES MECÂNICAS

A liga de aço com 9% de Ni e baixo carbono possui a característica de apresentar boa tenacidade em meios de baixas temperaturas. Essa liga é classificada pela ASTM A333 Gr.8 para uso em tubulação. A proposta de dissertação é tratar termicamente o material em diferentes condições obtendo grãos finos e grãos grosseiros e avaliar o impacto do tratamento térmico com as propriedades mecânicas do material. Além de tratamento térmico realizado em fornos, um grupo de amostras foi simulado em máquina Gleeble para dois ciclos térmicos diferentes e posterior tratamento térmico. Para os dois grupos de amostras foram realizados ensaios de dureza, ensaio Charpy, avaliação de porcentagem de austenita por técnica de magnetização, ataque químico para revelar o tamanho de grão da austenita prévia e análise da microestrutura através de Microscopia Eletrônica de Varredura e Microscopia Óptica. A condição de temperada a 820°C apresentou menor tamanho de grão e quando esta condição é associada com revenido a 600°C apresentou melhor resultado de dureza, maior energia de impacto e porcentagem de austenita retida. A condição de revenido a 400°C apresentou fragilização do material e foi observado precipitação de cementita nos contornos de grão. Para as amostras simuladas em Gleeble, a condição de duplo revenido e revenido a 600°C após ciclo térmico apresentaram maior porcentagem de austenita retida e menor dureza. Outro grupo de amostras foi preparado para ensaio de tração a baixa taxa de deformação (BTD) em meio H_2S e ao Ar apresentando melhor resultado de redução de área e deformação plástica para a condição de temperado a 820°C e revenido a 600°C, sendo esta condição com 10% de austenita retida, enquanto a amostra que sofreu duplo revenido apresentou 18% de austenita retida e resultados inferiores para esse ensaio.

Palavras-chave: aço 9% Ni; microestrutura; gleeble; austenita retida; fragilização.

ABSTRACT

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF THE 9% NI ALLOY WITH LOW CARBON AND CORRELATION WITH THE MECHANICAL PROPERTIES

The alloy steel with 9% Ni and low carbon has the characteristic of high toughness in low temperatures. This alloy is classified by ASTM A333 Gr.8 for piping. The purpose of this work is to heat treat the material under different conditions obtaining fine grains and coarse grains and to evaluate the impact of the heat treatment with the material mechanical properties. In addition to heat treatment performed in furnaces, one group of samples was simulated in a Gleeble machine for two different thermal cycles and subsequent heat treatment. For the two samples groups were proposed hardness tests, Charpy, austenite percentage evaluation by magnetization technique, chemical etching to reveal the grain size of the previous austenite and analysis of the microstructure through Scanning Electron Microscopy and Optical Microscopy The condition of tempered at 820°C presented smaller grain size and when this condition is associated with tempering at 600°C presented better result of hardness, higher impact energy and percentage of retained austenite. The tempering condition at 400°C showed embrittlement of the material and precipitation of cementite was observed in the grain contours. For the samples simulated in Gleeble, the condition of double temper and tempering at 600°C after thermal cycle showed a higher percentage of retained austenite and lower hardness. Another group of samples was prepared for low tensile strain rate (BTD) test in H_2S medium and Ar presenting better area reduction and plastic deformation results for the tempering condition at 820°C and tempering at 600°C (with 10% of austenite retained), while the sample at double temper presented 18% of austenite retained and inferior results for that test.

Keywords: 9% Ni steel; microstructure; gleeble; austenite retained; temper embrittlement

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Diagrama de transformação isotérmica para o Aço 9% Ni ---------- 17
Figura 2 - Micrografias ópticas do aço 9% Ni temperado e revenido. (a) Revenido a 540°C por 1h. (b) Revenido a 590°C por 1h. ---------- 20
Figura 3 - Micrografias de microscopia eletrônica de transmissão do aço 9% Ni temperado e revenido. (a) Revenido a 540°C por 1h. (b) Revenido a 590°C por 1h. -- 21
Figura 4 - Constituinte A-M em microestrutura da chapa de aço Nb-Cr-Mo-V. ---------- 22
Figura 5 - Micrografias de MEV na condição TR600 destacando a presença do constituinte austenita-martensita (A-M). [8]---------- 22
Figura 6 - Efeito da temperatura de revenido na tenacidade do aço 9% Ni temperado e revenido.---------- 24
Figura 7 - Mudança na microestrutura do aço 9% Ni (Temperado e Revenido) para diferentes temperaturas de revenido. (a) Têmpera: 800°C (60min) + Revenido: 575°C (20min) (b) Têmpera: 800°C (60min) + Revenido: 625°C (20min)---------- 25
Figura 8 - Microcoscopia Óptica da chapa de aço de 9% Ni para os diferentes tratamentos térmicos: (a) Têmpera e Revenido (b) Têmpera - Têmpera Intercrítica-Revenido ---------- 26
Figura 9 - Micrografias ópticas do aço A553. Ataque químico 2% Nital. A direção de laminação é perpendicular ao plano das fotomicrografias. ---------- 27
Figura 10 - Denominação das regiões da ZTA em junta soldadas associadas ao diagrama Fe-C. ---------- 29
Figura 11 - Representação da ZTA para um ciclo térmico.---------- 30
Figura 12 - Curvas de histerese obtidas para diferentes amplitudes de intensidade de campo magnético. (a) Obtida por Histeresígrafo e (b) obtida com anel de Rowland. -- 31
Figura 13 - Comportamento de força coercitiva em função da temperatura de revenido. ---------- 32
Figura 14 - Curva dilatométrica típica para a simulação de solda ---------- 34
Figura 15 - Ilustração da montagem do corpo de prova e das garras de Cu. ---------- 38
Figura 16 - Montagem do corpo de prova na Gleeble. ---------- 38
Figura 17 - CP com termopar soldado no centro para simulação na Gleeble. ---------- 40
Figura 18 - Máquina Thermocouple Welder para soldagem dos termopares.---------- 40
Figura 19 – Esquema representativo do ensaio BTD.---------- 42
Figura 20 – Aparência e dimensões do cp. NS = not specified (não especificado). Fonte: adaptado de [33].---------- 42
Figura 21 - Fatia do copo de prova retirado para ensaio de dureza e caracterização no microscópio.---------- 46
Figura 22 - Esquema para exemplificar perfil realizado no ensaio de dureza. Medidas em mm. ---------- 46
Figura 23 - Detalhes do equipamento magnetômetro de amostra vibrante. ---------- 47
Figura 24- Curvas Comprimento (μm) x Temperatura (°C) (a) Curva de aquecimento do CP (b) Curva de resfriamento do CP. ---------- 52
Figura 25 - Diagrama CCT para aço 9% Ni. ---------- 53
Figura 26 - Tamanho de grão da austenita prévia após ataque químico Ácido Pícrico + Cromato de Potássio. Imagens obtidas em microscópio óptico. Amostras: Grupo I. (a) Amostra T820. (b) Amostra T820-R400. (c) Amostra T820-R600. (d) Amostra T1000. (e) Amostra T1000-R400. (f) Amostra T1000-R600. (g) Amostra T1150. (h) Amostra T1150-R400. (i) Amostra T1150-R600. ---------- 54
Figura 27 - Esquema representativo das etapas de Tratamento de Imagem do Software ImageJ.---------- 56

Figura 28 - Tamanho de Grão da austenita prévia em relação à temperatura de têmpera. Amostras do Grupo I. ---- 57
Figura 29 – Comparação dos métodos para mensurar tamanho de grão da austenita prévia: Método de tratamento de imagens e método por interceptos. Amostras do Grupo I. ---- 57
Figura 30 – Tamanho de grão da austenita prévia após ataque químico Ácido Pícrico + Cromato de Potássio. Imagens obtidas em microscópio óptico. Amostras: Grupo II. (a) Amostra G850-STTPS. (b) G1350 – R400 ---- 58
Figura 31 – Ciclo Térmico a 850°C realizado em máquina Gleeble. ---- 59
Figura 32 – Desvio em CP de Ciclo Térmico a 850°C realizado em máquina Gleeble. 60
Figura 33 – Ciclo Térmico a 1350°C realizado em máquina Gleeble. ---- 60
Figura 34 – Desvio em CP de Ciclo Térmico a 1350°C realizado em máquina Gleeble. ---- 61
Figura 35 – Ciclos térmicos em função da temperatura (°C) e do tempo do ciclo (s) AC_1, AC_3, M_S e M_F. ---- 61
Figura 36 – Imagens em MEV, análise de fratura após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820_AR e T820_H_2S ---- 63
Figura 37 – Curva Tensão x Deformação após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820_AR e T820_H_2S ---- 63
Figura 38 – Imagens em MEV, análise de fratura após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820DR_AR e T820DR_H_2S ---- 64
Figura 39 – Curva Tensão x Deformação após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820DR_AR e T820DR_H_2S ---- 64
Figura 40 – Imagens em MEV, análise de fratura após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820R600_AR e T820R600_H_2S ---- 65
Figura 41 – Curva Tensão x Deformação após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820R600_AR e T820R600_H_2S ---- 65
Figura 42 – Imagens em MEV, análise de fratura após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820R400_AR e T820R400_H_2S ---- 66
Figura 43 – Curva Tensão x Deformação após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820R400_AR e T820R400_H_2S ---- 66
Figura 44 – Imagem obtida Estereoscópio após ensaio BTD, representa estricção e ductilidade. CP: T820DR_AR. ---- 67
Figura 45 – Imagem obtida em Estereoscópio após ensaio BTD, com característica frágil. CP: T820DR_H_2S. ---- 68
Figura 46 – Curva Tensão x Deformação do aço 9% Ni ao ar, após ensaio BTD. ---- 70
Figura 47 – Curva Tensão x Deformação do aço 9% Ni em H_2S, após ensaio BTD. ---- 70
Figura 48 - Gráfico com resultado de dureza para os CPs que sofreram tratamento térmico. ---- 72
Figura 49 - Gráfico com resultado de dureza para os CPs que sofreram ciclo térmico simulado na Gleeble. ---- 73
Figura 50 - Relação entre Energia de Impacto (J) e diferentes tratamentos térmicos, para o Grupo I. ---- 74
Figura 51 - Relação entre Energia de Impacto (J) e diferentes tratamentos térmicos, para o Grupo II. ---- 74
Figura 52 – Gráfico corresponde ao ensaio de polarização magnética correspondente a amostra que sofreu têmpera à 1150°C e revenido a 400°C. ---- 75
Figura 53 – Momento Magnético/massa (emu/g) X Temperatura de Têmpera em função da temperatura de revenimento para o Grupo I. ---- 77
Figura 54 – Gráfico corresponde ao ensaio de polarização magnética correspondente a amostra que sofreu simulação na máquina Gleeble com ciclo térmico à 1350°C e

posteriormente revenida à 400°C. ---- 78
Figura 55 – Momento Magnético/massa (emu/g) X Temperatura de Revenido em função da temperatura do ciclo térmico do Grupo II. ---- 79
Figura 56 – Regiões que foram cortadas do Corpo de Prova após ensaio em BTD. --- 80
Figura 57 - Microestrutura obtida em MEV, ataque Nital 2%, amosta T820 do Grupo I. ---- 82
Figura 58 - Microestrutura obtida em MEV, ataque com ácido pícrico e cromato de potássio, amostra T820 do Grupo I. ---- 83
Figura 59 - Microestrutura obtida por técnica de EBSD, em MEV. (a) Mapa de distribuição de fases: Martensita: Azul; Austenita: Vermelho. (b) Mapa de orientação cristalográfica (c) Legenda da orientação cristalográfica. Amostra: T820 ---- 84
Figura 60 - Microestrutura obtida em MEV, ataque Nital 2%, amosta T820-R400 do Grupo I. ---- 84
Figura 61 - Microestrutura obtida por técnica de EBSD, em MEV. (a) Mapa de distribuição de fases: Martensita: Azul; Austenita: Vermelho. (b) Mapa de orientação cristalográfica (c) Legenda da orientação cristalográfica. Amostra: T820-R400---- 85
Figura 62 - Microestrutura obtida em MEV, ataque Nital 2%, amosta T820-R600 do Grupo I. ---- 86
Figura 63 - Microestrutura obtida por técnica de EBSD, em MEV. (a) Mapa de distribuição de fases: Martensita: Azul; Austenita: Vermelho. (b) Mapa de orientação cristalográfica (c) Legenda da orientação cristalográfica. Amostra: T820-R600. --- 87
Figura 64 - Microestrutura obtida por técnica de EBSD, em FEG. Mapa de distribuição de fases: Martensita: Azul; Austenita:Laranja; Cementita: Amarelo. ---- 88
Figura 65 - Microestrutura obtida no microscópio eletrônico de varredura FEG (60000x). Amostra: T1000-R400. ---- 89
Figura 66 – Resultado da análise de WDS da amostra T1000-R400 na região analisada sem precipitação branca. ---- 90
Figura 67 – Resultado da análise de WDS da amostra T1000-R400 na precipitação branca. ---- 91
Figura 68 – Imagem obtida por FEG com magnificação de 60.000x na precipitação de cor clara presente no contorno de grão. ---- 92
Figura 69 – Mapa de EDS obtido no FEG com coloração azul para o elemento carbono. Amostra: T1000-R400. ---- 93
Figura 70 – Microestrutura das amostras do Grupo II após ataque Nital 2% obtidas por microscopia eletrônica de varredura. ---- 93

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Tabela de composição química do aço A333 Gr.8---------- 33
Tabela 2 – Resultado do ensaio químico de aço 9% Ni (% em peso), (Fe) em balanço.
---------- 33
Tabela 3 - Parâmetros do ensaio dilatométrico ---------- 34
Tabela 4 - Identificação das amostras do Grupo I ---------- 35
Tabela 5 - Identificação das amostras do Grupo II ---------- 36
Tabela 6 - Dados para simulação na máquina Gleeble---------- 39
Tabela 7 – Identificação das amostras para ensaio de BTD. ---------- 44
Tabela 8 - Condições para o Ensaio BTD em meio de H2S ---------- 45
Tabela 9 - Reagentes utilizados para caracterização microestrutural---------- 49
Tabela 10 - Resultados obtidos no ensaio de dilatometria para o Aço 9% Ni. ---------- 52
Tabela 11 - Valores de temperaturas AC1 e AC3 do Aço 9% Ni para diversos autores e pequenas variações na composição química. [35] ---------- 53
Tabela 12 - Resultados obtidos através do método por interceptos. ---------- 55
Tabela 13 - Resultados de Redução Elástica e Deformação Plástica.---------- 69
Tabela 14 - Resultado ensaio de dureza HV10---------- 71
Tabela 15 - Resultado de saturação magnética para cada amostra do Grupo I.--------- 76
Tabela 16 - Porcentagem de Austenita Retida para cada condição de Tratamento Térmico do Grupo I. ---------- 76
Tabela 17 - Resultado de saturação magnética para cada amostra do Grupo II.-------- 78
Tabela 18 - Porcentagem de Austenita Retida para cada condição de Tratamento Térmico do Grupo II. ---------- 79
Tabela 19 - Resultado de saturação magnética para cada amostra do Grupo II.-------- 80
Tabela 20 - Porcentagem de Austenita Retida para cada seção cortada do CP que sofreu ensaio de tração (BTD). ---------- 81

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO 14
1- REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 16
1.1 Aço 9% Ni 16
1.2 Diagrama de transformação isotérmica do Aço 9% Ni 17
1.3 Tratamentos Térmicos para ligas de aço 9% Ni 18
1.4 Influência da Austenita Retida na Ductilidade à Fratura 19
1.5 Tamanho de Grão da Austenita Prévia 23
1.6 Fragilização ao Revenido 24
1.7 Caracterização da Microestrutura do Aço 9% Ni 25
1.7.1 Microscopia Óptica 26
1.7.2 Microscopia Eletrônica de Varredura 27
1.8 Regiões da Zona Termicamente Afetada 29
1.9 Propriedades magnéticas e a relação com volume de austenita retida. 30
2- MATERIAIS E MÉTODOS 33
2.1 Metal de Base 33
2.2 Análise química do material 33
2.3 Ensaio de Dilatometria 33
2.4 Tratamentos Térmicos 35
2.5 Simulação de Ciclo Térmico de Soldagem 37
2.6 Ensaio de Tração a Baixa Taxa de Deformação - BTD 40
2.7 Ensaio de Dureza 45
2.8 Ensaio de tenacidade ao impacto Charpy 46
2.9 Polarização Magnética por magnetômetro de amostra vibrante (MAV) 47
2.10 Caracterização Microestrutural 49
2.11 Tamanho de Grão da Austenita Prévia 49
2.12 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV – FEG) 50
3- RESULTADOS E DISCUSSÃO 51
3.1 Ensaio de Dilatometria 51
3.2 Tamanho de Grão da Austenita Prévia 54

3.3 Gleeble: Curvas dos Ciclos Térmicos 59
3.4 Ensaio de tração a Baixa Taxa de Deformação - BTD..... 62
3.5 Dureza 71
3.6 Ensaios Charpy..... 73
3.7 Polarização Magnética por magnetômetro de amostra vibrante (MAV)..... 74
3.8 Caracterização Microestrututal do Aço 9% Ni..... 81
4- CONCLUSÃO 94
5- SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS 96
6- PARTICIPAÇÃO EM CONGRESSOS E ARTIGOS PUBLICADOS 96
7- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 97

INTRODUÇÃO

O material contendo 9% Ni tem sido utilizado industrialmente para aplicação em plataformas do pré-sal, armazenamento e descompressão do gás CO_2 e outros serviços onde temperaturas de operação inferiores a -100°C podem ser atingidas. Muitos aços martensíticos, ferríticos e duplex podem se tornar frágeis quando temperaturas criogênicas são atingidas. Para a aplicação em serviços do pré-sal, um dos maiores desafios é a segurança da resistência dos materiais a serem utilizados nas condições ambientais apresentadas, como baixa temperatura, pressão da coluna de água e acidez.

A pesquisa realizada será a partir de um tubo sem costura de aço com 9% de Niquel e baixo carbono. A característica principal deste aço é a boa tenacidade em baixas temperaturas, assim, seu uso é aplicado em meios criogênicos e pode ser utilizado na forma de tubos, acessórios para tubulação e chapas para vasos de pressão. As normas que tratam dessa composição de aço são: ASTM A333, ASTM A353 e ASTM A553.

Em virtude dos objetivos da aplicação deste material, a pesquisa foi realizada para avaliar as condições deste material com diferentes tratamentos térmicos propostos e a relação dos aspectos microestruturais que vão variar com cada condição de tratamento térmico, como análise da influência do tamanho de grão da austenita prévia, influência do percentual de austenita retida/reversa e as propriedades mecânicas atingidas.

A indústria de petróleo e gás apresenta condições ambientais e de operação diversas, o que exige conhecimento aprofundado do comportamento dos materiais para cada condição de operação. O processo de seleção de materiais ocorre na etapa de detalhamento do projeto de engenharia, quando as informações de processo como temperatura de operação, pressão, balanço de contaminantes já são informadas. Durante essa etapa, é necessário profundo conhecimento para a seleção de materiais de tubulação, bocais de equipamentos, flanges, chapas de equipamentos, reforços, acessórios, porcas e parafusos. É imprescindível a correta seleção de materiais, pois para a construção de qualquer setor de petróleo e gás, os materiais são previamente selecionados de acordo com cada condição de operação e os custos são muito altos.

As propriedades mecânicas dos aços são relacionadas com a sua microestrutura. O estudo do comportamento do material relacionado com suas fases e microestrutura para diferentes condições de tratamento térmico prévio e posterior

aplicação em baixa temperatura do aço com baixo carbono e 9% de Ni servem como motivação para a presente dissertação.

A aplicação do aço 9% Ni em sistemas de injeção pode envolver tubulações, dutos e acessórios que tem aplicação em meio de temperaturas criogênicas, alta pressão e eventualmente presença de H_2S.O aço 9% Ni pode ser uma alternativa viável em substituição aos aços inoxidáveis, que nessas condições de serviço exigem espessuras consideráveis e aumento significativo de preço.

O objetivo desse trabalho é relacionar as propriedades mecânicas do aço 9Ni com as microestruturas adquiridas após tratamento térmico realizado em forno e após ciclo de soldagem.

1- REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo tem por objetivo apresentar os principais aspectos teóricos e pesquisas já realizadas do aço 9% Ni.

1.1 Aço 9% Ni

Os aços com 9% de Níquel foram desenvolvidos em 1942, pela International Nickel Company, nos EUA. Mais tarde, as empresas siderúrgicas japonesas passaram a produzir em toneladas o aço com 9% de Níquel. A adição de 9% de Níquel como elemento de liga e realização de posterior tratamento térmico no material, resultam em excelente tenacidade e alta resistência. Essas propriedades foram observadas em temperaturas criogênicas. [1]

O advento na demanda de gás natural liquefeito (GNL) em substituição aos combustíveis resultou na necessidade do investimento de tanques de armazenamento de GNL em condições criogênicas, os reservatórios fabricados para este serviço são compostos por placas de aço com 9% de Ni e excelente tenacidade a baixa temperatura. Foi realizado estudo do desenvolvimento de aço com 9% de Ni da JFE Steel com tratamento térmico realizado por têmpera direta e revenido (DQ-T – direct quenching and tempering), em um processo com excelente controle de temperatura, os resultados das propriedades mecânicas alcançadas mostram que esta forma de tratamento térmico apresenta tenacidade e resistência suficientes para atender aos padrões necessários para armazenamento de GNL à -168°C. [2]

Para a aplicação do material em tubulações, o aço 9% Ni é comercialmente fabricado segundo a norma ASTM A333 Gr.8 [3], seguindo as condições de tratamento térmico recomendados pela norma: Temperado e revenido ou dupla normalização e revenido. As chapas são fabricadas comercialmente seguindo as normas ASTM A553 [4] e A353 [5], nas condições temperada e revenida e duplo normalizada e revenido, respectivamente.

Para os tratamentos térmicos indicados pelas normas citadas, a microestrutura é formada por martensita, bainita e presença de austenita retida. [6] Uma grande preocupação industrial com as chapas de aço contento 9% de Ni é a tenacidade à fratura (do inglês fracture toughness), visto que o principal serviço a ser realizado por vasos de pressão e tubulação que terão este material selecionado, são condições criogênicas.

1.2 Diagrama de transformação isotérmica do Aço 9% Ni

O níquel puro possui densidade de 8,9g/cm³, ponto de fusão 1455°C e estrutura cristalina CFC (cúbica de face centrada) [7], é um elemento versátil e industrialmente utilizado em diferentes ligas metálicas, ferrosas e não ferrosas.

A porcentagem de 9% de Ni na liga de aço com baixo carbono, melhora as propriedades mecânicas do material para serviços em temperatura criogênica. Esse efeito pode estar associado ao tamanho de grão, distribuição de carbetos, geração de discordâncias e presença de austenita retida. Com maior porcentagem de Ni, a faixa de temperatura de transformação martensítica é reduzida e maior porcentagem de austenita retida pode estar presente na microestrutura. [6]

Em teores de níquel mais elevados, a temperatura do término da transformação martensítica é menor e um percentual considerável de austenita retida pode estar presente e os resultados de ensaio Charpy em baixas temperaturas, apresentam boa tenacidade. A Figura 1 (adaptada de [6]) apresenta curva TTT do aço 9% Ni. Esse aço desenvolve martensita em toda a gama de taxas de resfriamento com aumento de bainita à medida que a taxa de resfriamento é reduzida, e assim, apresenta menor porcentagem de austenita retida em sua microestrutura. As microestruturas são modificadas por tratamento térmico. [8]

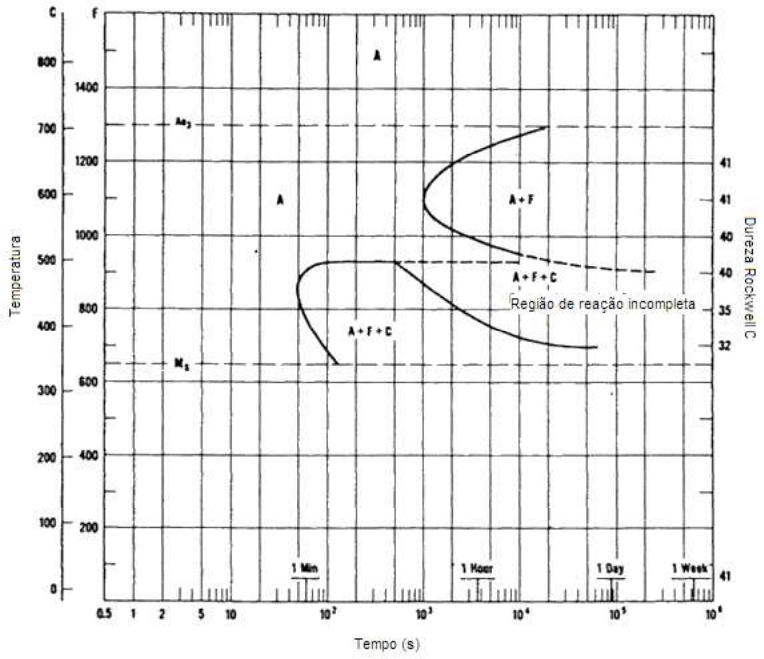


Figura 1 - Diagrama de transformação isotérmica para o Aço 9% Ni

Fonte: adaptado de [6]

1.3 Tratamentos Térmicos para ligas de aço 9% Ni

As indústrias possuem grande preocupação com o tratamento térmico correto a ser aplicado no material com o objetivo de obter alto valor de tenacidade e resistência mecânica para as condições de operação a serem aplicadas quando o material já estiver em serviço. Como já dito anteriormente, a grande preocupação dos aços 9% Ni é atingir alto valor de tenacidade para condições de temperaturas criogênicas.

Para a liga com 9% de Ni (Gr.8), a Norma ASTM A333 recomenda os seguintes tratamentos térmicos [3]:

- Temperado e Revenido – Primeiramente, faz-se o processo de têmpera com aquecimento à 800ºC, temperatura constante e tempo proporcional de aquecimento de 2min/mm de espessura, com tempo mínimo de 15min. O resfriamento recomendado é imersão em água. Após o resfriamento, inicia-se o processo de revenido, com reaquecimento do material até uma faixa entre 565ºC e 605ºC, a temperatura deve ser mantida constante com tempo proporcional a 2min/mm de espessura e tempo mínimo de 15min. O resfriamento pode ser em água ou ar, com taxa de 165ºC/h.

  Dupla Normalização e Revenido – O processo de dupla normalização deve ocorrer com aquecimento uniforme à 900ºC (com faixa permitida de mais ou menos 15ºC), temperatura constante e tempo proporcional à 2min/mm de espessura, com tempo mínimo de 15min. O material deve ser resfriado ao ar. Após o resfriamento, o material deve ser reaquecido a uma temperatura de 790ºC (com faixa permitida de mais ou menos 15ºC) e tempo proporcional à 2min/mm de espessura, com tempo mínimo de 15min e o material deve ser resfriado ao ar. Após esse procedimento, o material se encontra no estado de duplo normalizado, e assim inicia-se o processo de revenido. O material deve ser reaquecido até uma faixa entre 565ºC e 605ºC, a temperatura deve ser mantida constante com tempo proporcional a 2min/mm de espessura e tempo mínimo de 15min. O resfriamento pode ser em água ou ar, com taxa de 165ºC/h.

As condições de tratamento térmico influenciam na microestrutura do material, as temperaturas selecionadas para aquecimento afetam o tamanho de grão da austenita prévia que durante o resfriamento irá se transformar em ripas de martensita. Segundo material divulgado pela INCO (The Internacional Nickel Company) em 1975, as chapas variando espessura entre ½" e 4" (13mm e 102mm, respectivamente) apresentarão as

fases de martensita, bainita ou austenita retida em sua microestrutura final. [6]

1.4 Influência da Austenita Retida na Ductilidade à Fratura

Diversos trabalhos foram propostos para investigar o efeito da austenita retida no aumento da ductilidade dos aços. Em 1968, Webster [9] propôs que a austenita retida bloqueia a propagação da trinca, ou seja, as trincas crescem continuamente na austenita ou traçam caminhos zig-zag através das ripas de martensita, o que aumenta a energia de fratura. Foram realizados estudos em aço bainítico de alta resistência com considerável volume de austenita retida para avaliar o aumento da ductilidade com base na caracterização microestrutural, e os resultados mostram que a austenita pode absorver continuamente as discordâncias de bainita próxima durante a deformação, fazendo com que a bainita de fase dura sofra “amaciamento” ou o não endurecimento, aumentando assim a ductilidade do material. [10]

A alta tenacidade em condições criogênicas é atribuída à formação de austenita reversa, que se transforma a partir da martensita revenida durante o tratamento térmico de revenido próximo de 600°C ou duplo revenido para o aço 9% Ni.

A austenita retida é proveniente da têmpera, em que parte do aço austenitizado não é transformado em martensita. Já a austenita reversa é obtida através do revenimento em temperaturas acima da temperatura de início da formação da austenita no aquecimento. Como a austenita reversa envolve o mecanismo de difusão, sua composição química é diferente da austenita retida. Enriquecida com níquel, carbono e nitrogênio, a austenita reversa permanece estável durante o resfriamento sendo mantida na microestrutura do material [11].

Estudo realizado por Strife [12] apontou que uma diminuição na tenacidade à fratura foi observada em amostras de grãos refinados com 5% de Ni e que contém 3,8% de austenita retida e o fato foi atribuído à transformação de austenita retida em martensita quebradiça durante a deformação, ou seja, austenita não estável. Concluiu-se que a formação de austenita retida termicamente estável é benéfica para a ductilidade (tenacidade) à fratura dos aços 5Ni à -196ºC pelo fato da austenita reter o carbono da matriz durante o revenimento, elimina assim a precipitação de carbeto. Assim, a estabilidade da austenita retida é fundamental para alcançar um aumento favorável da resistência à fratura criogênica. Uma estabilidade muito baixa da austenita pode resultar em fissuras instáveis, o que leva a propriedades de fratura significativamente reduzidas e a instabilidade está atribuída à altas temperaturas.

Para investigar o efeito da formação de austenita retida sobre a precipitação de

carbeto no aço 9% Ni, Strife [12] realizou dois tratamentos térmicos com diferentes temperaturas de revenido, sendo aquecimento por 1h a aproximadamente 540°C (obteve <0,5% de austenita retida) e aquecimento por 1h a aproximadamente 590°C (obteve 5,2% de austenita retida). Na Figura 2 são mostradas micrografias ópticas de amostras polidas e atacadas para estes dois tratamentos térmicos. Figura 2(a) mostra precipitação de carbeto nos contornos de grãos dos pacotes de martensita, bem como nos pacotes internos para a amostra contendo <0,5% de austenita retida. Na amostra contendo 5,2% de austenita retida, Figura 2(b), a precipitação de carbeto é menos extensa. Para esses tratamentos térmicos, foram também observadas as microestruturas em Microscopia Eletrônica de Transmissão. Observou-se para o tratamento de revenido a 540°C precipitação generalizada de carbetos, observados na Figura 3 (a) como filme de carbeto nos contornos (indicado pela letra A) e no interior (indicado pela letra B) das ripas de martensita. Para a condição de revenido a 590°C, nota-se na Figura 3(b) a presença de grãos livres de deslocamento e sem precipitação de carbetos. [12] O estudo realizado então, induz à associação da austenita retida absorver o carbono que em baixas temperaturas se encontram como carbetos nos contornos de grãos e quando presentes, são uma potencial fonte de fragilização do material.

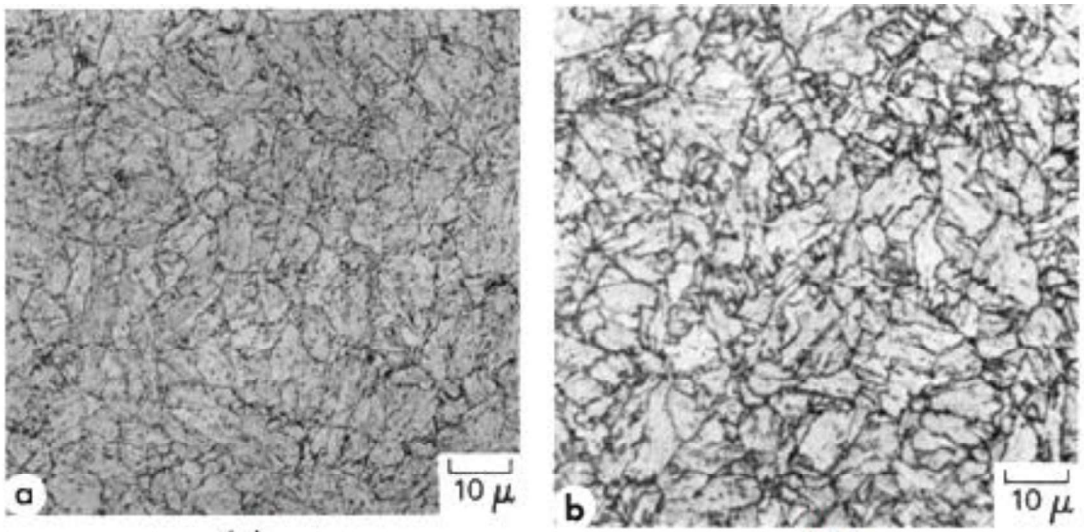


Figura 2 - Micrografias ópticas do aço 9% Ni temperado e revenido. (a) Revenido a 540°C por 1h. (b) Revenido a 590°C por 1h.

Fonte: Adaptado de [12]

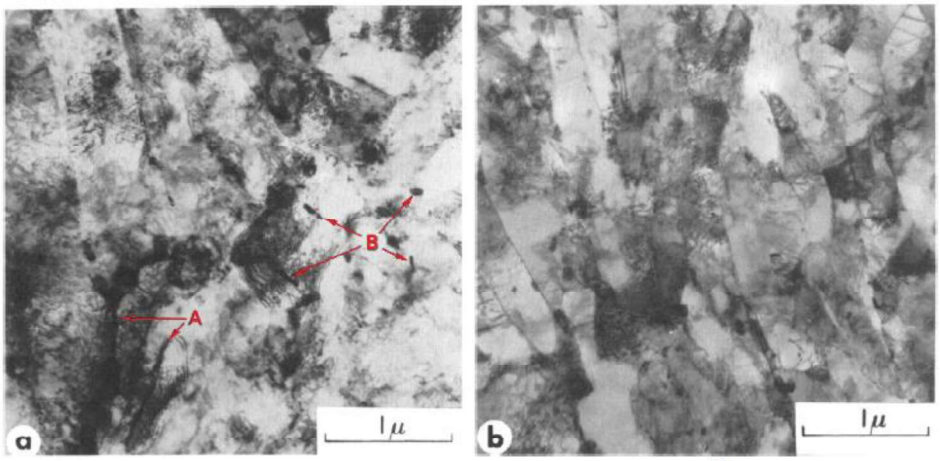


Figura 3 - Micrografias de microscopia eletrônica de transmissão do aço 9% Ni temperado e revenido. (a) Revenido a 540°C por 1h. (b) Revenido a 590°C por 1h.

Fonte: Adaptado de [12]

A presença de austenita retida ou reversa tem grande influência nas propriedades mecânicas do aço 9% Ni. Observa-se o decréscimo no valor da dureza nas ripas de martensita [13], maior resistência e tenacidade à fraturas quando exposto à fraturas criogênicas devido à presença de austenita retida estável. Investigações anteriores mostraram que se o revenido ocorre em temperatura superior a 580°C, o alto teor de níquel estabiliza a austenita durante o revenimento e o produto final contém entre 5% e 10% de austenita retida. A presença de austenita estável melhora a resistência ao impacto, pois retira os carbetos da matriz e impede a formação de carbetos e nitretos (precipitações fragilizantes). [1].

As partículas de constituinte austenita-martensita (A-M) uma microestrutura de austenita retida com alto teor de carbono e, portanto, alto valor de dureza, é geralmente conhecido como um dos principais fatores que reduzem a tenacidade das ZTAs em aço estrutural de alta resistência. [14]

As partículas de constituinte austenita-martensita (A-M), indicadas por uma seta na Figura 4, são resultantes da retenção da austenita enriquecida em carbono. [15]

Em trabalho realizado por Clóvis Rodrigues [8] a presença da partícula A-M foi investigada para avaliar a fragilização do revenido relatada por Pense & Stout [16]. Segundo Clóvis Rodrigues, o baixo teor de carbono do aço 9% Ni faz com que a martensita não seja frágil e associada com a austenita não iria ocasionar zona de fragilização local pela presença de constituinte A-M. Ainda assim, nesse trabalho a partícula A-M só foi observada na condição temperada e revenida a 600°C (ver Figura

5), condição esta que apresenta elevado valor de energia de impacto em temperaturas criogênicas e o fato do constituinte A-M só ter sido observado nessa condição, pode levar à hipótese de que essa microestrutura pode não ser a causa da fragilização ao revenido na temperatura de 400°C.

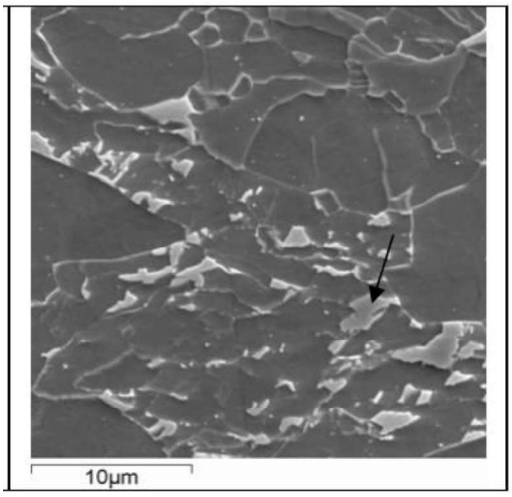


Figura 4 - Constituinte A-M em microestrutura da chapa de aço Nb-Cr-Mo-V.

Fonte: Adaptado de [15]

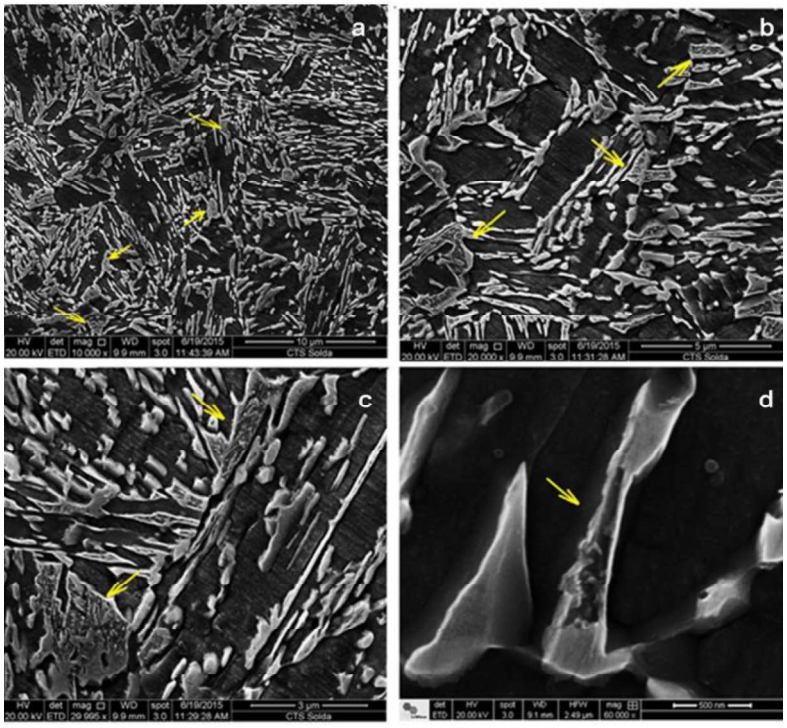


Figura 5 - Micrografias de MEV na condição TR600 destacando a presença do constituinte austenita-martensita (A-M). [8]

1.5 Tamanho de Grão da Austenita Prévia

O conceito do refino do grão para aumento da tenacidade é bem aceito e difundido em estudos de metalurgia, assim como a influência do tamanho de grão nas propriedades mecânicas do material: refino de grãos conduz a um aumento de tenacidade ou materiais de grãos grosseiros se tornam frágeis. Apesar da tendência geral, estudo nos aços maraging com 18%Ni e teor extra baixo de carbono (<0,03%), mostraram que a diminuição do tamanho de grão da austenita prévia não conduz a um aumento de tenacidade da martensita, conforme seria esperado. [17].

O refinamento de tamanho de grão é um conceito amplamente utilizado para aumentar a tenacidade dos materiais metálicos. Avaliar o tamanho de grão das amostras que sofrem tratamentos térmicos e transformam as fases finais em martensita ou bainita pode ser um desafio para diversos pesquisadores e indústria, pois o tamanho de grão é determinado pela fase prévia à transformação final, ou seja, para o aço que possui 9% de Ni e que sofre tratamento térmico de têmpera e revenido ou dupla normalização (conforme indicado pela Norma ASTM A333 Gr.8 [3]), a avaliação do tamanho de grão para cada condição de tratamento térmico é determinada pelo tamanho de grão da austenita prévia, que é resultado da temperatura de aquecimento da têmpera (austenitização).

Os contornos dos grãos da austenita prévia representam a fase formada durante austenitização, antes do resfriamento da têmpera e resfriamento da têmpera e revenido. Se a microestrutura do aço for totalmente martensítica após o endurecimento, ou contiver alguma austenita retida ou bainita inferior, as bordas dos grãos da austenita prévia podem ser reveladas. As bordas não são reveladas se a microestrutura da transformação consistir de bainita superior, perlita ou ferrita. A composição é muito importante na tentativa de revelar os limites dos grãos da austenita prévia, assim como a temperatura do revenimento. Em geral, os aços com baixo teor de carbono e baixo teor de fósforo são aços difíceis para revelar o contorno do grão da austenia prévia. [18]

O primeiro ataque químico razoavelmente bem-sucedido para revelar o tamanho de grão da Austenita Prévia foi publicado em 1955 por Bechet e Beaujard [19] usando uma solução aquosa de ácido pícrico. O ácido pícrico é um reagente corrosivo. [18]

1.6 Fragilização ao Revenido

Na indústria, existe uma preocupação com a faixa de temperatura selecionada para o tratamento térmico de revenimento pois as pesquisas experimentais apontam uma queda no valor de tenacidade (após ensaio Charpy) em determinadas faixas de temperaturas. Um trabalho realizado por Saitoh em 1993, apresenta um estudo que avaliou a tenacidade do aço contendo 9% Ni (0,05C-0,25Si-0,53Mn-9,09Ni) em uma faixa entre 500°C e 625°C. A Figura 6 apresenta a curva resultante da energia Charpy absorvida em teste à -196°C relacionando a tenacidade à cada temperatura de revenido. Observa-se claramente uma temperatura ótima de revenido entre 550°C e 600°C e uma deteriorização da tenacidade quando revenido abaixo de 550°C (fenômeno chamado de fragilização intergranular ou fragilização ao revenido – em inglês temper embrittlement) e acima de 600°C (fragilidade devido a uma instabilidade da austenita formada no revenido). [20]

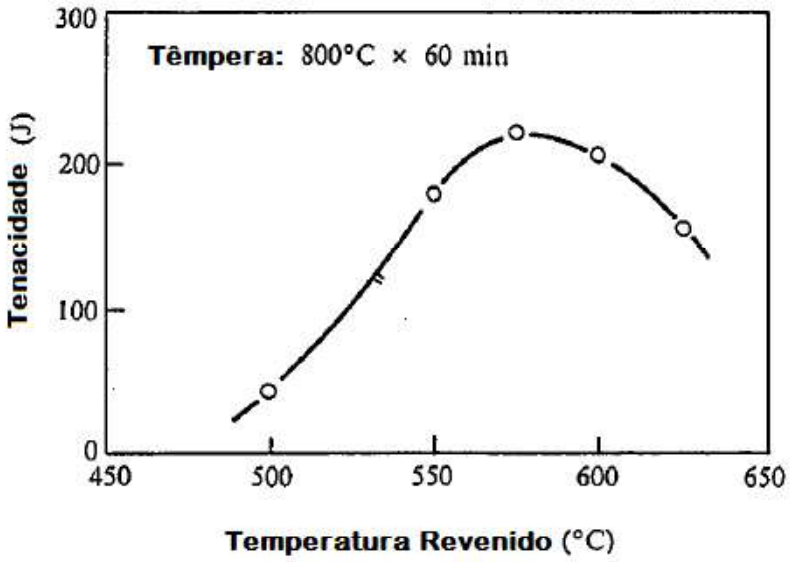
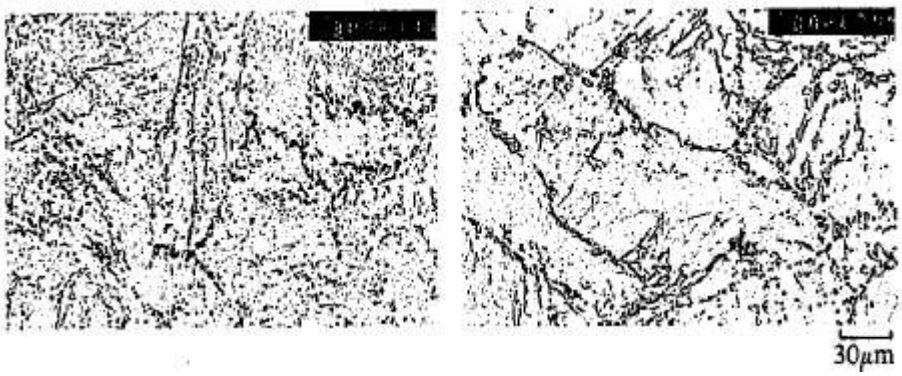


Figura 6 - Efeito da temperatura de revenido na tenacidade do aço 9% Ni temperado e revenido.

Fonte: adaptado de [20]

A susceptibilidade do aço 9% Ni à fragilização ao revenido pode ser reduzido com a diminuição de elementos de segregação intergranular. A austenita reversa (formada durante o revenido) é uma fase estável e observada nas micrografias da faixa recomendada para o tratamento térmico (entre 550°C e 600°C), porém quando o revenido ocorre acima de 600°C, aumenta a quantidade de austenita formada por revenido e reduz o teor de segregação intergranular. Quando resfriada a -196°C ou teste

de impacto Charpy, a austenita formada por revenido se transforma em martensita e provoca uma perda de tenacidade. A Figura 7 mostra o estado dos carbetos mudando para austenita durante o revenimento. Na temperatura ótima de revenido de 575°C, muitos carbetos, escuros na foto (Figura 7 (a)), precipitam junto com uma pequena quantidade de austenita formada por revenido nos limites de grão da austenita prévia e limites de ripas de martensita. Na temperatura de revenido de 625°C (Figura 7 (b)), os carbetos mudam completamente para austenita formada por revenido. [20]



(a) (b)

Figura 7 - Mudança na microestrutura do aço 9% Ni (Temperado e Revenido) para diferentes temperaturas de revenido. (a) Têmpera: 800°C (60min) + Revenido: 575°C (20min) (b) Têmpera: 800°C (60min) + Revenido: 625°C (20min)
Fonte: adaptado de [20]

Também foi relatado por Pense em 1963 [16] que a fragilização por revenido pode ocorrer se esses aços forem submetidos a revenimento a 370°C–540°C por períodos prolongados. Sugeriu-se um período de espera prolongado para tornar a austenita instável, levando à formação de martensita durante o resfriamento com menor resistência.

1.7 Caracterização da Microestrutura do Aço 9% Ni

O estudo da caracterização da microestrutura do aço 9% Ni é importante para relacionar as diferentes microestruturas para cada condição de tratamento térmico com as propriedades mecânicas associadas. A partir da caracterização, é possível identificar partículas segregadas nos contornos de grão e associar com a faixa de fragilização ao revenido, relacionar com diferentes valores de tenacidade, avaliar tamanho de grão da austenita prévia e identificar fases.

1.7.1 Microscopia Óptica

A avaliação por microscopia óptica é acompanhada de uma correta preparação metalográfica para caracterização microestrutural. Diversos trabalhos realizados com o aço 9% Ni fizeram uso de 2% ou 4% de Nital como ataque químico para revelar a microestrutura após diferentes tratamentos térmicos. Estudo realizado por Rodrigues [8] apresentou que o ataque Nital se mostrou suficiente para a identificação de martensita, martensita revenida e precipitação de carbetos.

Estudo realizado sobre o efeito do tratamento térmico nas propriedades mecânicas e microestrutura do aço 9% Ni por J.M. Zhang [21] avaliou amostras polidas e atacadas com 4% de Nital através de microscopia óptica, essas amostras foram tratadas termicamente por dois diferentes processos: O primeiro consiste de têmpera, têmpera intercrítica e revenido; O segundo tratamento térmico foi de têmpera e revenido. A Figura 8 apresenta o resultado da microestrutura para os dois tratamentos térmicos. O trabalho indica, através do resultado da microscopia óptica que para o processo de têmpera e revenido (Figura 8.a), a microestrutura foi tipicamente de martensita revenida, sendo observadas como ripas de martensita organizadas em pacotes internos aos contornos de grão da austenita prévia. Já para o processo de têmpera, têmpera intercrítica e revenido (Figura 8.b), a microestrutura apresentou características de martensita tipo agulha e austenita retida, sendo esta austenita de forma acicular fina e distribuída nas ripas de martensita (apresenta-se como a microestrutura branca na Figura 8.b).

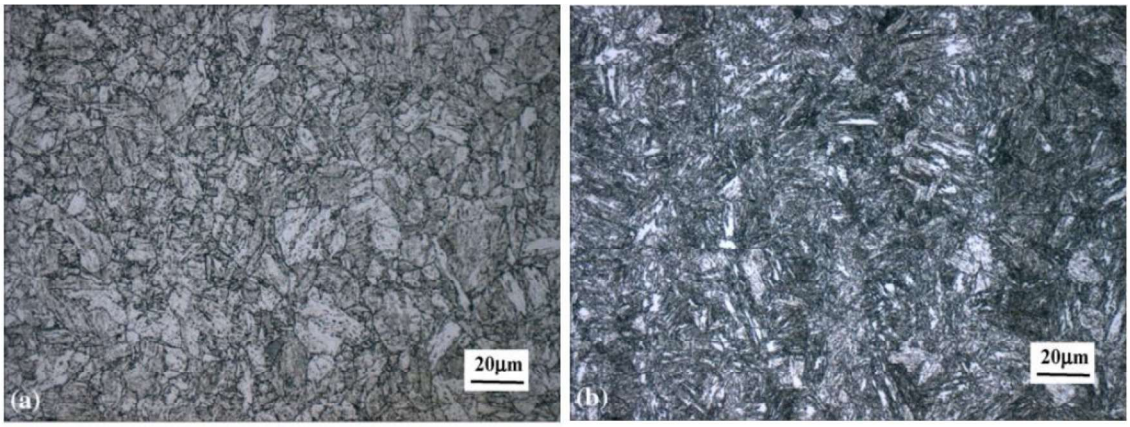


Figura 8 - Microcoscopia Óptica da chapa de aço de 9% Ni para os diferentes tratamentos térmicos: (a) Têmpera e Revenido (b) Têmpera - Têmpera Intercrítica- Revenido

Fonte: adaptado de [21]

Estudo realizado para avaliação da influência microestrutural e da liga de aços

comerciais usados em chapas para aplicação em baixas temperatura por K. Partin [22], apresentou microestrutura bifásica para aço comercial A553 (9% Ni), sendo elas ferrita acicular e austenita retida. Ao examinar as microestruturas aciculares, conforme Figura 9, as mesmas podem ser interpretadas como ripas de martensita temperadas.

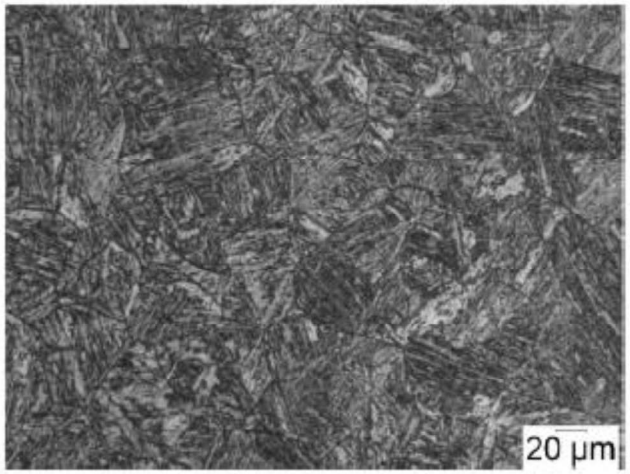


Figura 9 - Micrografias ópticas do aço A553. Ataque químico 2% Nital. A direção de laminação é perpendicular ao plano das fotomicrografias.

Fonte: adaptado de [23]

1.7.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

Para analisar a microestrutura e fases dos materiais, se faz necessário além da microscopia óptica, a microscopia eletrônica de varredura. Na microscopia óptica, o contraste da imagem é o resultado da diferença de refletividade da luz devido a fonte de iluminação e sistema de lentes. Na microscopia óptica tem-se a limitação da magnitude atingida, que fica em torno de 2000x, impossibilitando a visualização de pequenos detalhes estruturais e fases. Diante dessa limitação, se faz necessário o uso da microscopia eletrônica de varredura, que através da técnica de interação de um fino feixe de elétrons com a superfície do material, alcança-se magnitude de até 1.000.000x e os resultados são emissão de elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raios-X e através de detectores para cada uma desses sinais tem-se formação de imagens da topografia da superfície do material, diferenciação de contraste por variação de composição e resultado qualitativo da composição química do material. [24]

Muitos trabalhos utilizam a microscopia eletrônica de varredura como recurso para analisar, através de imagens de alta resolução, características da microestrutura e detectar presença de fases. Assim como para a microscopia ótica, a microscopia

eletrônica de varredura exige uma boa preparação de amostras: devem ser condutoras, planas, bem polidas (devido à alta resolução, qualquer arranhão na amostra será facilmente observado e poderá atrapalhar no resultado da análise) e para analisar a microestrutura, pode ser necessário o preparo da amostra com ataque químico específico.

O MEV (Microscópio eletrônico de varredura) pode ter diferentes tipos de fontes de elétrons, o filamento de tungstênio e o FEG (field emission gun) são as fontes mais utilizadas , apresenta boa resolução com magnificação até 50.000x em materiais condutores, além de detectores de elétrons secundários, elétrons retroespalhados e detector de EDS (Espectroscopia por energia dispersiva). Os elétrons secundários fornecem imagem de topografia da superfície da amostra e são os responsáveis pela obtenção das imagens de alta resolução, já os retroespalhados fornecem imagem característica de variação de composição. [24]

O FEG, é um canhão emissor de elétrons com uma ponta extremamente fina, o que aumenta a densidade e concentração de emissão de elétrons e permite maiores resoluções no microscópio eletrônico de varredura com magnificação de até 500.000x. Além dos detectores comuns do MEV, possui também detector de WDS (Wavelength dispersive spectrometer / Espectroscopia por comprimento de onda dispersivo) e EBSD (Electron backscattered varreduring diffraction / Difração de elétrons retroespalhados).

A análise de EDS ocorre por detectores de raios-X permitindo a realização de análise química na amostra em observação. Através da captação pelos detectores e da análise dos raios-X característicos emitidos pela amostra, resultado da interação dos elétrons primários com a superfície, é possível obter informações qualitativas e quantitativas da composição da amostra na região sub-micrométrica de incidência do feixe de elétrons. Este procedimento facilita a identificação de precipitados e de variações de composição química dentro de um grão. [24]

A análise por WDS é uma técnica de espectrometria por comprimento de onda dispersiva mais precisa que o EDS e deve ser calibrada para analisar cada elemento a ser investigado na composição química da amostra, o procedimento consiste em dispersão de raio-x da amostra para um cristal que reconhece o comprimento de onda de cada elemento selecionado e reflete para o detector de raio-x. Essa técnica é utilizada quando se deseja analisar precisamente um determinado elemento químico, por ser uma técnica de alto custo e demorada. O EDS normalmente já é suficiente para as análises químicas de uma determinada região ou fase observada no microscópio eletrônico de varredura.

O EBSD (Difração de elétrons retroespalhados) é uma técnica de estudo da estrutura cristalina e orientação cristalina da superfície da amostra através da microscopia eletrônica de varredura, é necessário prévio conhecimento das fases pois é o usuário que informa ao programa as fases que podem estar presentes e através de análise micro analítica o detector reconhece as fases e indica sua posição nos mapas de EBSD, assim como orientação, morfologia do grão, limite de grão, porcentagem de fases entre muitas outras informações.

1.8 Regiões da Zona Termicamente Afetada

Estudos apontam que as regiões da ZTA são divididas em 4 zonas: Região de grãos grosseiros, região de grãos finos, região intercrítica e região subcrítica. A Figura 10 apresenta as regiões de ZTA associadas ao diagrama Fe-C. [25].

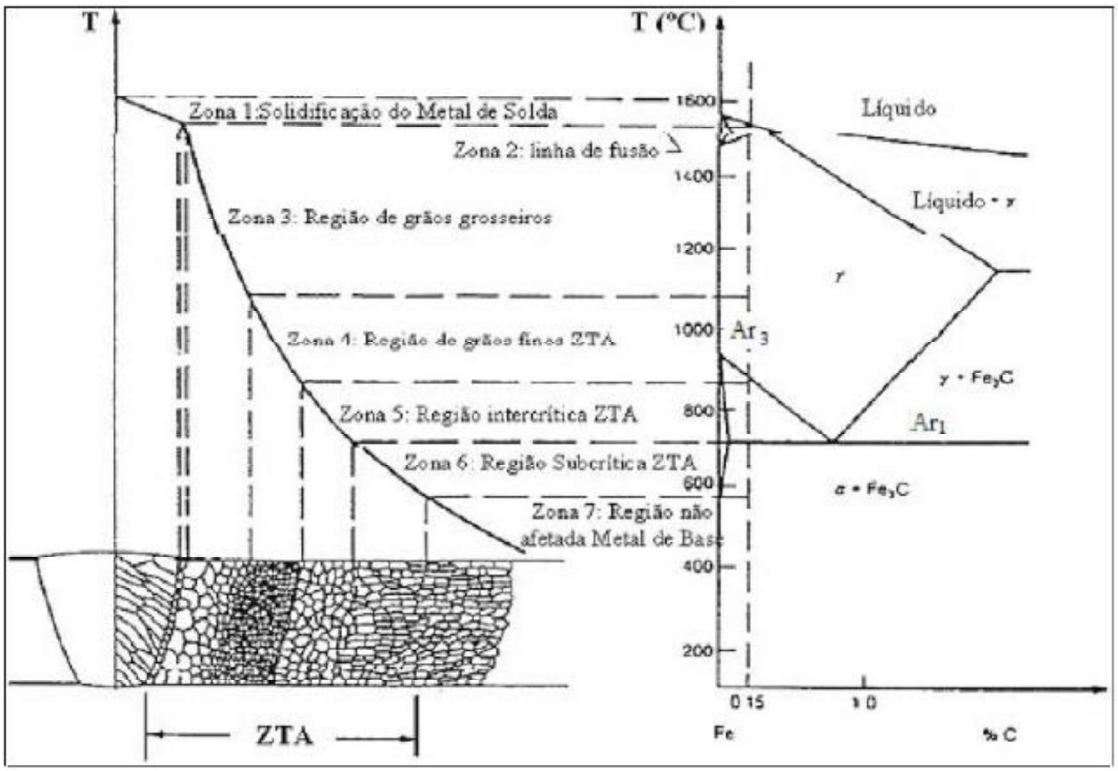


Figura 10 - Denominação das regiões da ZTA em junta soldadas associadas ao diagrama Fe-C.

Fonte: adaptado de **[25]**

Estudo realizado por Thaulow [26] sobre a ZTA de ligas de aços de baixo carbono micro ligados descreveu as temperaturas de pico para as diferentes regiões da ZTA, a partir da superfície de solda para os metais de base, em uma temperatura de

pico (Tp) decrescente. A Figura 11 apresenta as temperaturas correspondentes a cada zona da região da ZTA quando se aplica apenas um ciclo de soldagem. Para definir as temperaturas, Thaulow [26] se baseou nos diagramas de equilíbrio dos aços do seu estudo e o autor mencionou que a definição das temperaturas de pico fornece uma indicação da microestrutura resultante após ciclo de soldagem, e que essas microestruturas dependem da composição química dos aços e dos parâmetros de soldagem aplicados. [27]

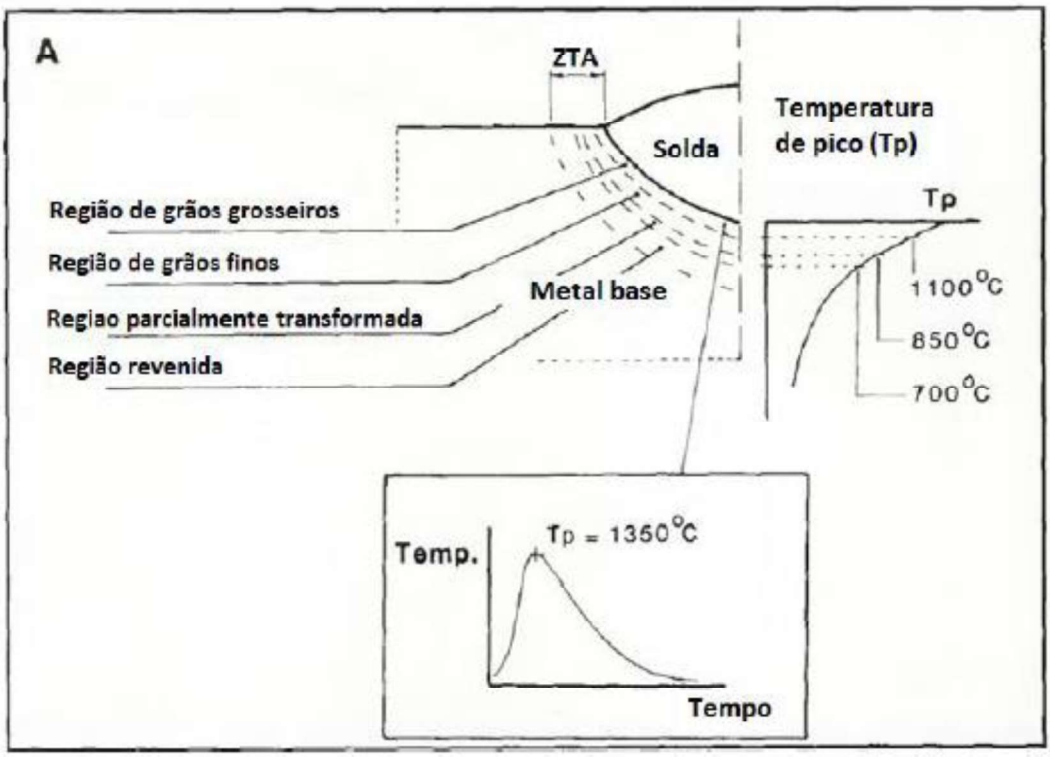


Figura 11 - Representação da ZTA para um ciclo térmico.

Fonte: adaptado de [26]

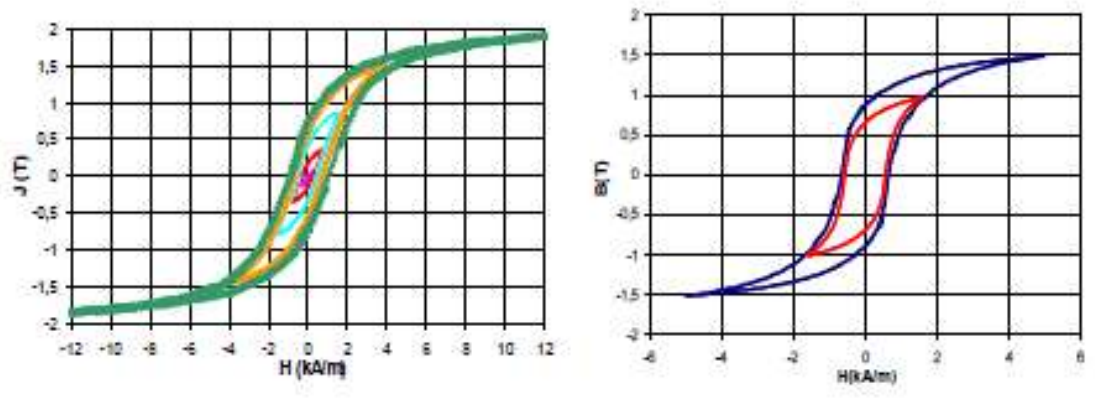
1.9 Propriedades magnéticas e a relação com volume de austenita retida.

A medição por saturação magnética, é uma técnica que pode ser utilizada para detectar a fração volumétrica das fases não magnéticas da microestrutura. O princípio é baseado no comportamento magnético do material que é sensível as variações microestruturais. [28]

Para o entendimento da técnica de quantificação da austenita por saturação magnética é importante ter conhecimento das propriedades de polarização magnética de saturação (Js), permeabilidade magnética (μ) – grau de magnetização de um material

em resposta a um campo magnético, indução magnética no material (B) medida em unidades de teslas [T] e campo magnético aplicado (H) medido em ampères por metro [A/m]. As propriedades estão relacionadas conforme Equação 1 e o efeito do campo magnético no comportamento magnético do material é controlado pelas propriedades Js e B e são apresentados por meio de curva de histerese e de magnetização, conforme exemplo da Figura 12. [28]

$$B = \mathrm{Js} + \mu H \qquad (1)$$



(a) (b)

Figura 12 - Curvas de histerese obtidas para diferentes amplitudes de intensidade de campo magnético. (a) Obtida por Histeresígrafo e (b) obtida com anel de Rowland.

Fonte: [28]

Para calcular a porcentagem de austenita retida através dessa técnica, é preciso ter como resultado a polarização de saturação magnética do campo, citada anteriormente e identificada como Js e com a polarização de saturação magnética máxima, que idealmente é o valor que se dá quando o material tem 100% ou a porcentagem máxima de fases ferromagnéticas.

Como a austenita retida não é magnética, pode-se realizar um cálculo simples para determinar a porcentagem desta fase não magnética na amostra, conforme a Equação 2.

$$\%\,\mathrm{AustenitaRetida} = 100\ \mathrm{x}\ \left(\frac{1-\mathrm{Js}}{\mathrm{Jsmax}}\right) \qquad (2)$$

Um trabalho realizado por Ajus [29] apresentou resultados das propriedades magnéticas do aço SAE 4340 tratado termicamente a diferentes temperaturas e cada condição foi medida e analisada por saturação magnética através da técnica conhecida

como VSM (do inglês Vibrating Sample Magnetometer). A Figura 13 apresenta o comportamento da força coercitiva (intensidade do campo magnético aplicado - Hc) versus a temperatura de revenimento em função da temperatura de têmpera. Observa-se nessa figura que o valor de H é maior quando a condição é da amostra não revenida. Através dos valores apresentados nessa pesquisa, observou-se que para o aço SAE 4340 temperado apresenta uma força coerciva de 130,0Oe (10345,4A/m) e após o revenimento, esse valor diminui atingindo os menores valores entre 300°C e 500°C. O aumento da temperatura durante o revenido, promove o aumento do volume de austenita retida e consequentemente, diminui o valor da saturação magnética.

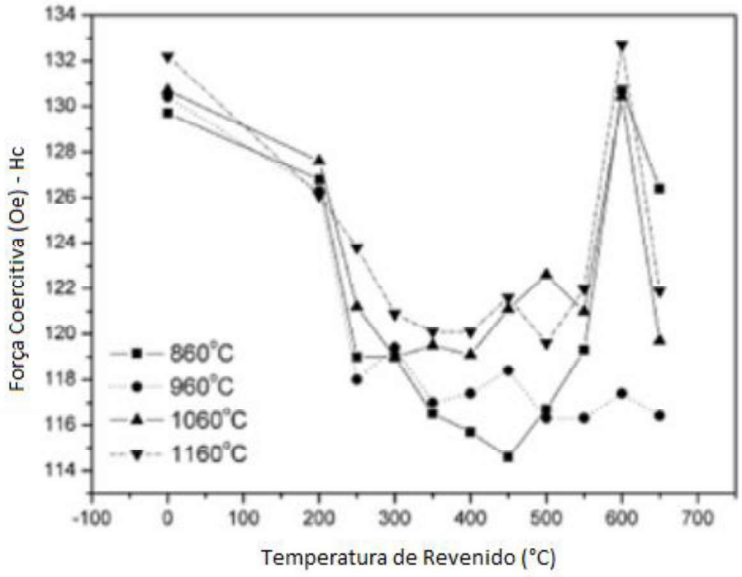


Figura 13 - Comportamento de força coercitiva em função da temperatura de revenido.

Fonte: adaptado de **[29]**

2- MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Metal de Base

Para a realização da pesquisa foi utilizado uma meia cana de trecho de aproximadamente 200mm de tubo de aço ASTM A333 Gr.8 de composição química descrita no Item 2.2, diâmetro de 8" e espessura de aproximadamente 35mm.

O material foi cortado e usinado em formatos de barra de (11 x 7,8 x 85)mm³, posteriormente as barras foram usinadas para as condições exigidas de cada ensaio realizado.

2.2 Análise química do material

A Tabela 1 apresenta os requisitos de composição química do grau 8 da norma ASTM A333 (tubos de aço 9% Ni) [3].

Tabela 1 - Tabela de composição química do aço A333 Gr.8

C	Mn	P	S	Si	Ni
0,13 (max.)	0,9 (max.)	0,025max	0,025max	0,13 - 0,32	8,40 - 9,60

Fonte: adaptado de [3]

Para confirmação da composição química do material de estudo, o ensaio químico foi realizado por espectrometria e emissão óptica, seguindo a Norma ASTM E1086 [30]. A análise química do material (Tabela 2) corresponde ao grau 8 da norma ASTM A333 [3].

Tabela 2 – Resultado do ensaio químico de aço 9% Ni (% em peso), (Fe) em balanço.

C	Mn	Ni	Si	P	S	Ti	Al	Cu	Cr	Mo	Nb	V
0,062	0,64	9,54	0,259	0,01	0,01	0,014	0,023	0,0084	0,033	0,0039	0,0040	0,0029

2.3 Ensaio de Dilatometria

A análise dilatométrica é realizada para obtenção de diagrama de TRC (Transformação por Resfriamento Contínuo). O ensaio dilatométrico é ideal para

conhecer as temperaturas Mi, Mf, Ac1 e Ac3 do aço. Para tal, é necessário realizar o ensaio em um dilatômetro, equipamento que aquece o corpo de prova com uma taxa fixa e selecionada pelo operador e mede a variação do comprimento de uma amostra cilíndrica pequena. As contrações e dilatações que o material apresenta indicam as transformações de fase. Por exemplo, quando a ferrita ou martensita se transformam em austenita no aquecimento, ocorre uma contração que é detectada pelo equipamento.

A Tabela 3 apresenta os principais parâmetros utilizados para a realização do ensaio dilatométrico.

Tabela 3 - Parâmetros do ensaio dilatométrico

Amostra Selecionada:	T820 – Temperada a 820°C/1h em água
Diâmetro (mm):	4
Comprimento (mm):	10
Temperatura Inicial - Aquecimento (°C):	500
Temperatura Final - Aquecimento (°C):	840
Temperatura Inicial - Resfriamento (°C):	840
Temperatura Final - Resfriamento (°C):	3
Taxa de Aquecimento (°C/s):	0,05
Taxa de Resfriamento (°C/s):	50

O dilatômetro mede a expansão da amostra durante o aquecimento e o resfriamento. A temperatura em que a inclinação começa a mudar durante o aquecimento é a temperatura em que a transformação de fase se inicia, e onde a inclinação volta a ser linear é onde a transformação está completa. Uma curva dilatométrica típica é apresentada na Figura 14. [31]

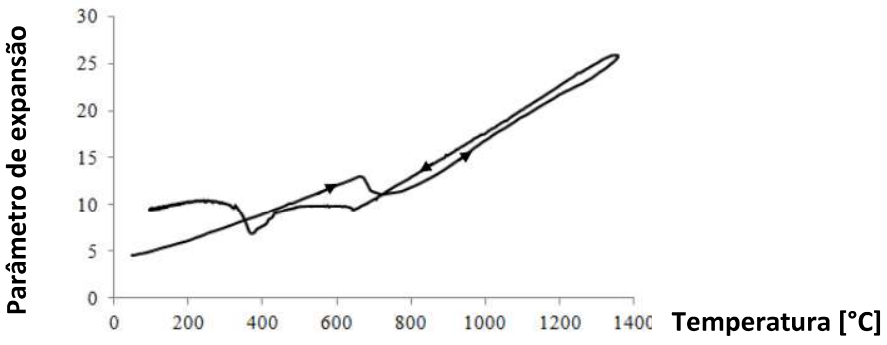


Figura 14 - Curva dilatométrica típica para a simulação de solda

Fonte: adaptado de [31]

2.4 Tratamentos Térmicos

Para determinar as diferentes condições de ensaio, o material foi dividido em dois principais grupos:

- Grupo I – Tratamento Térmico realizados em forno e resfriado em água por 1 hora.
- Grupo II – Ciclo térmico realizado no equipamento Gleeble simulando a zona termicamente afetada (ZTA) em juntas soldadas e posterior tratamento térmico.

Para o Grupo I, 9 (nove) condições de amostras foram preparadas e divididas em 3 grupos: Grão Fino (Temperado em 820°C), Grão Médio (Temperado em 1000°C) e Grão Grosseiro (Temperado em 1150°C). Para cada condição de tamanho de grão foram realizadas amostras apenas temperadas, temperadas e revenidas a 400°C e temperadas e revenidas a 600°C. A escolha das temperaturas foi estimada a partir da temperatura AC3 de 723,5 °C (ver item 3). Assim, para uma completa transformação de fase austenítica e controle do tamanho de grão austenítico foi escolhida a temperatura de 820°C. A partir daí temperaturas maiores, 1000°C de 1150°C, foram adotadas para produzir condições de grão médio e grão grosseiro, respectivamente.

A Tabela 4 mostra a identificação das amostras do Grupo I e suas respectivas condições de tratamento térmico:

Tabela 4 - Identificação das amostras do Grupo I

Amostras (T.T. x Temp.)	**Temperado**	**Temperado e Revenido**	
	-	**400°C**	**600°C**
820°C	(1) T820	(4) T820-R400	(7) T820-R600
1000°C	(2) T1000	(5) T1000-R400	(8) T1000-R600
1150°C	(3) T1150	(6) T1150-R400	(9) T1150-R600

(1) T820 – Temperada a 820°C/1hora resfriamento em água.
(2) T1000 – Temperada a 1000°C/1hora resfriamento em água.
(3) T1150 – Temperada a 1150°C/1hora resfriamento em água.
(4) T820-R400 – Temperada a 820°C/1hora em água – Revenida a 400°C/1hora resfriamento em água.
(5) T1000-R400 – Temperada a 1000°C/1hora em água – Revenida a 400°C/1hora resfriamento em água.
(6) T11150-R400 – Temperada a 1150°C/1hora em água – Revenida a 400°C/1hora resfriamento em água.

(7) T820-R600 – Temperada a 820°C/1hora em água – Revenida a 600°C/1hora resfriamento em água.
(8) T1000-R600 – Temperada a 1000°C/1hora em água – Revenida a 600°C/1hora resfriamento em água.
(9) T1150-R600 – Temperada a 1150°C/1hora em água – Revenida a 600°C/1hora resfriamento em água.

Os tratamentos térmicos foram realizados no Laboratório de Metalurgia da Universidade Federal Fluminense (UFF) em forno do tipo mufla da marca Quimis com resistência convencional e faixa de temperatura entre 0°C e 1200°C.

Para o Grupo II foram selecionadas 7 (sete) amostras e 2 (duas) condições de ciclo térmico, uma simulando uma ZTA de grãos finos (Temperatura de pico 850°C) e outra simulando uma ZTA de grãos grosseiros (Temperatura de pico 1350°C).

A Tabela 5 mostra a identificação de cada amostra e sua respectiva condição de tratamento térmico.

Tabela 5 - Identificação das amostras do Grupo II

Ciclo Térmico	Sem Trat. Térmico Pós-Soldagem	Revenido			Duplo Revenido
		400°C Resfr.: Água	600°C Resfr.: Água	600°C Resfr.:Forno	670°C/2h+600 °C/2h
850°C	(1) G850-STTPS	-	(4) G850-R600	-	-
1350°C	(2) G1350-STTPS	(3) G1350 – R400	(5) G1350-R600	(6) G1350-R600F	(7) G1350-R670/R600

(1) G850-STTPS - Temperatura do ciclo térmico de 850°C - Sem tratamento térmico pós simulação de soldagem (ciclo térmico).
(2) G1350-STTPS - Temperatura do ciclo térmico de 1350°C - Sem tratamento térmico pós simulação de soldagem (ciclo térmico).
(3) G1350-R400 – Temperatura do ciclo térmico de 1350°C - Revenida a 400°C/1hora resfriamento em água.
(4) G850-R600 – Temperatura do ciclo térmico de 850°C - Revenida a 600°C/1hora resfriamento em água.
(5) G1350-R600 – Temperatura do ciclo térmico de 1350°C - Revenida a 600°C/1hora resfriamento em água.
(6) G1350-R600F – Temperatura do ciclo térmico de 1350°C - Revenida a 600°C/1hora resfriamento no forno.

(7) G1350-R600 – Temperatura do ciclo térmico de 1350°C –Duplo revenido a 670°C/2 horas + 600°C/2 horas e resfriamento em água.

Os ciclos térmicos realizados na máquina Gleeble 3800-GTC foram realizados no Centro de Tecnologia SENAI Solda.

2.5 Simulação de Ciclo Térmico de Soldagem

O aço 9% Ni é pouco susceptível a trinca a frio, devido ao seu baixo teor de carbono e de impurezas. A Zona Termicamente Afetada (ZTA) é uma região crítica, onde a tenacidade pode ser reduzida, devido as alterações microestruturais, como o crescimento de grãos e a transformação martensítica.

O valor de AC3 (723,5°C - ver Item 3) encontrado no ensaio de dilatometria e a indicação do autor THAULOW [26] para temperatura de pico (Tp) de 850°C para a região de grãos finos e 1350°C para a região de grãos grosseiros da ZTA após um ciclo térmico, foram as referências para a definição das temperaturas para a técnica de simulação de soldagem através do simulador termomecânico Gleebe 3800.

Através da técnica é possível ter uma área maior para analisar essas regiões dentro da ZTA do que quando se realiza uma soldagem real. Partindo do princípio que com a soldagem real a ZTA será dividida em 4 zonas, então a dimensão da zonas de grãos grosseiros e grãos finos não serão tão extensas quanto uma área total de um CP, na qual se realizou apenas um ciclo térmico durante a simulação, sendo este à 1350°C ou 850°C.

O simulador termomecânico Gleeble 3800 foi utilizado nessa pesquisa para reproduzir a região de ZTA de grãos grosseiros e grãos finos em uma área restrita de um corpo de prova. As principais vantagens encontradas neste equipamento em comparação com outros métodos de geração de ZTA são determinadas pelo formato do corpo de prova que pode ser posteriormente submetido a ensaios mecânicos e o dimensionamento do corpo de prova que proporciona uma região de ZTA mais extensa do que de uma solda real a ser explorada.

A montagem do CP na máquina Gleeble3800 consiste na fixação do CP entre duas garras de cobre que são usinadas para o perfeito encaixe. A Figura 15 ilustra a montagem e ilustra a área útil (terá o resultado mais homogêneo da ZTA), as regiões de contato com a garra não irão apresentar resultado de microestrutura similar à ZTA pois nessas regiões não ocorre o ciclo térmico. A Figura 16 é a foto do CP já montado.

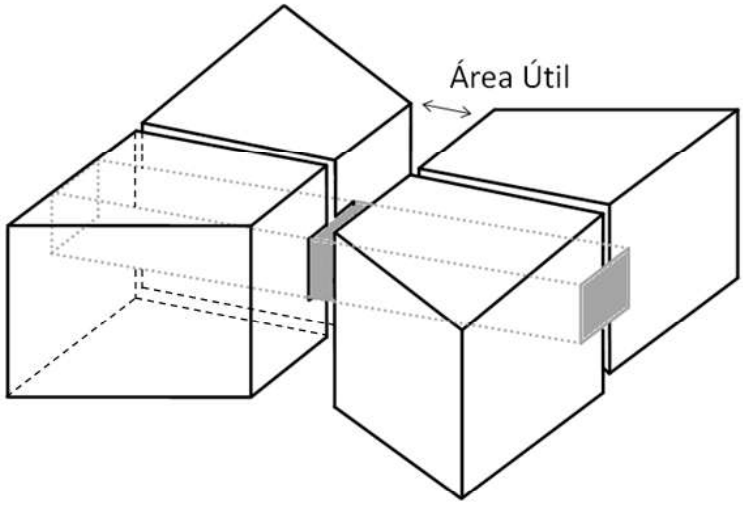


Figura 15 - Ilustração da montagem do corpo de prova e das garras de Cu.

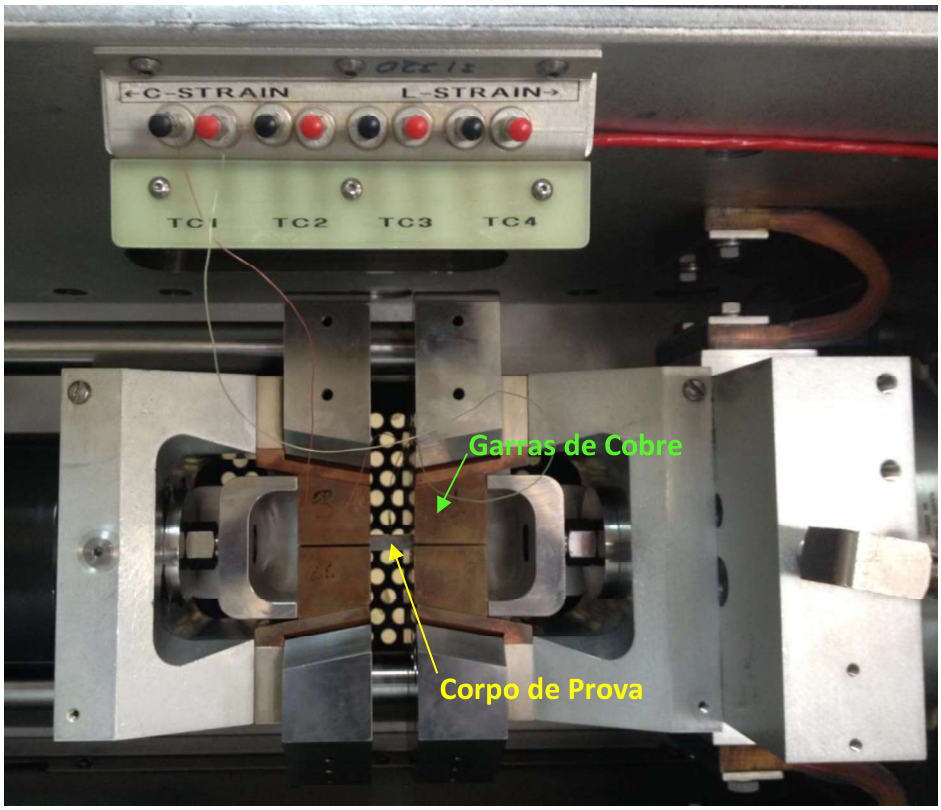


Figura 16 - Montagem do corpo de prova na Gleeble.

A geração de curvas dos ciclos térmicos pode ser escolhida dentre quatro

modelos de fluxo de calor: Hannerz, Rykalin-2D, Rykalin-3D e Rozenthal.

Baseada em artigo de referência [32] e dentro dos dados fornecidos pelo material, foi escolhido o modelo Rykalin-2D com a utilização do software QuikSimTM que faz interface com a Gleeble3800. Os parâmetros utilizados para a simulação estão descritos na Tabela 6.

Para a realização do ciclo térmico, o valor adotado de aporte de calor foi de 1,5kJ/mm, a taxa de resfriamento de 300°C/s e 0,5s de permanência na temperatura de pico.

Tabela 6 - Dados para simulação na máquina Gleeble

Propriedades Físicas		
Densidade	(g/cm³)	7,8
Limite de resistência à tração	(MPa)	690 - 825
Limite escoamento	(MPa)	515
Alongamento	%	20
Módulo de Elasticidade	GPa	200
Módulo de Compressibilidade	GPa	160
Coeficiente de elasticidade transversal	GPa	80
Propriedades Elétricas		
Resistividade Elétrica	Ohm-cm	0,000017
Propriedades Térmicas		
Coeficiente de Expansão Térmica Linear	µm/m°C	12
Capacidade Térmica	J/g°C	0,47
Condutividade térmica	W/mK	52

Através de termopares é possível obter uma região de ZTA maior quando comparada a uma soldagem real. Os termopares controlam as temperaturas de aquecimento e resfriamento do CP.

O CP de dimensão (85 x 11 x 7,8)mm³ é mostrado na Figura 17 com os termopares soldados no centro do CP e a soldagem dos termopares foi realizada pela máquina Thermocouple Welder com voltagem de 30,0V, termopares tipo K, com temperatura máxima de 1200°C e identificação de fio amarelo para o termopar positivo e fio vermelho para o termopar negativo. A Figura 18 mostra a máquina de soldagem dos termopares com o CP. Os CPs submetidos ao simulador Gleeble3800 foram posteriormente usados para análise da tenacidade em ensaio mecânico Charpy, dureza HV e análise de microestrutura.

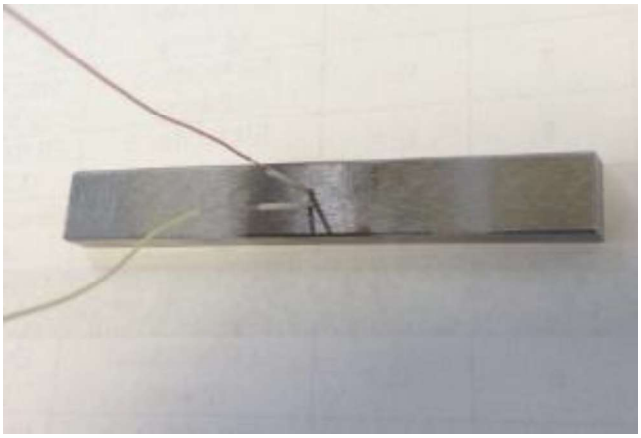


Figura 17 - CP com termopar soldado no centro para simulação na Gleeble.



Figura 18 - Máquina Thermocouple Welder para soldagem dos termopares.

Os ciclos térmicos realizados na máquina Gleeble 3800-GTC foram realizados no Centro de Tecnologia SENAI Solda.

2.6 Ensaio de Tração a Baixa Taxa de Deformação - BTD

O ensaio de tração a baixa taxa de deformação (BTD) – do inglês Slow Strain

Rate Testing – (SSRT) - consiste em ensaio de tração com aplicação de velocidade de deformação lenta e constante sob o corpo de prova. O ensaio possui como resultado uma curva tensão x deformação.

Para avaliar as características do material em meio agressivo, o ensaio foi realizado com intuito de avaliar a fratura por corrosão sob tensão (CST), a partir da combinação da tensão aplicada durante o ensaio de tração e um meio corrosivo específico, neste caso, H_2S. O ensaio é um indicativo para aplicabilidade do material e complementa os ensaios que avaliam as propriedades mecânicas. As principais normas de referência para avaliação dos resultados são NACE TM 198-2014 [33] e ASTM G 129-00 [34]. O ensaio foi realizado no Instituto Nacional de Tecnologia.

A realização deste ensaio ocorre em máquina de tração que é regulada para cada condição de ensaio e a máquina possui controle ligado à computador para acompanhar e determinar as curvas de tensão (kgf) e deformação (mm) com a condição de realizar o ensaio mecânico em taxas de deformação inferiores às máquinas de tração convencional.

Nessa pesquisa, foram realizados testes em meio agressivo (solução saturada de H_2S) e ao ar para comparação dos resultados. Essa comparação indica se o material é susceptível à corrosão sobtensão em meio corrosivo.

Nesse sistema foram utilizados: máquina de tração (servo-mecânica) CORTEST acoplado à controle por computador, vaso de pressão do tipo célula de vidro, cilindro de gás de nitrogênio (N_2) – com a função de limpar e desaerar o sistema; cilindro de gás de CO_2 e cilindro de gás de sulfeto de hidrogênio H_2S em balanço com CO_2. A Figura 19 apresenta um esquema simplificado da configuração do ensaio e a Figura 20 o aspecto e dimensões do corpo de prova (adaptado de [33]).

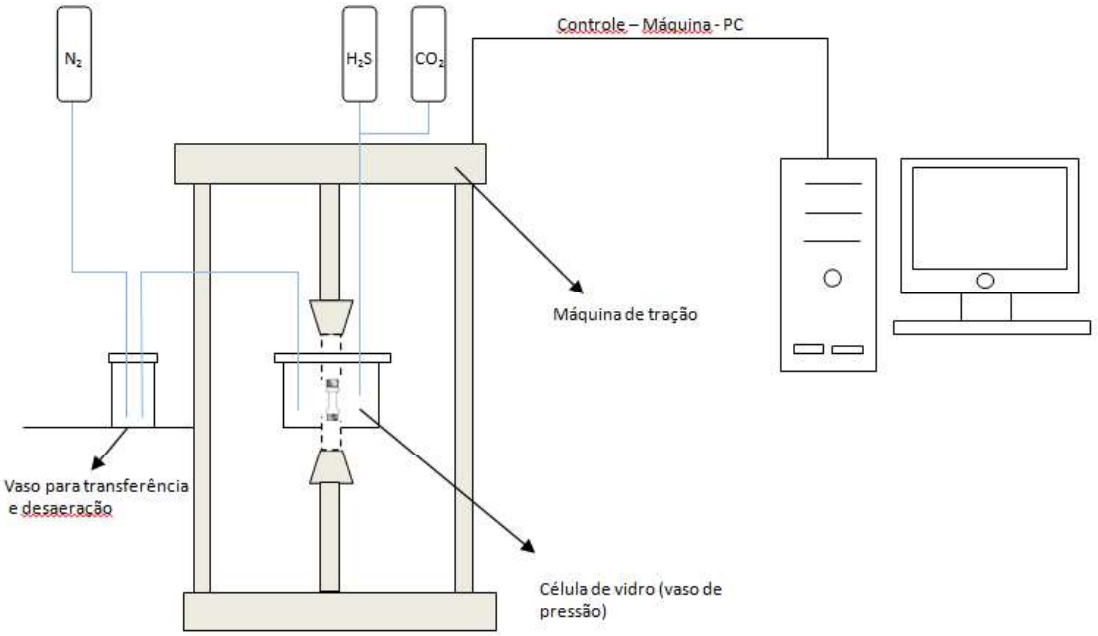
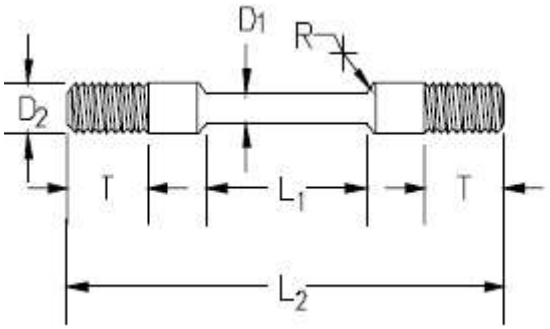


Figura 19 – Esquema representativo do ensaio BTD.



	mm
L_1	25.4
L_2	NS*
D_1	3.81
D_2	6.35
R	6.35 min.
T	NS

Figura 20 – Aparência e dimensões do cp. NS = not specified (não especificado). Fonte: adaptado de **[33]**.

Os CPs foram usinados e posteriormente medidos para resultados mais precisos no cálculo. Os resultados das dimensões ficaram dentro do indicado pela tolerância da norma e serão descritos nos cálculos realizados, no item 3.4.

Segundo a norma NACE, a variação da seção transversal do CP é calculada conforme as seguintes equações (3, 4, 5 e 6) para redução de área e deformação plástica:

$$\mathrm{RA}\ (\%) = \frac{D_i^{\,2} - D_f^{\,2}}{D_i^{\,2}} \times 100 \qquad (3)$$

RA = redução de área (%);
D_i = diâmetro inicial (mm);
D_f = diâmetro final (mm).

$$E_P(\%) = \left(\frac{E_f}{L_i} - \frac{\sigma_f}{\sigma_{pl}} \text{ x } \frac{E_{pl}}{L_i}\right) \text{ x } 100 \qquad (4)$$

E_P = deformação plástica (%);
E_f = valor do deslocamento na falha (mm) ;
E_{pl} = valor do deslocamento no limite de proporcionalidade (mm);
L_i = comprimento inicial do CP (mm);
σ_f = tensão na falha (MPa);
σ_{pl} = tensão no limite de proporcionalidade (MPa).

A comparação dos parâmetros de ductilidade para os ensaios ao ar e imerso em solução de H_2S deve ser feita segundo as equações abaixo, de acordo com a [33]:

$$\text{RAR } (\%) = \frac{RA_E}{RA_A} \text{ X } 100 \qquad (5)$$

$$E_P\text{R } (\%) = \frac{E_{pE}}{E_{pA}} \text{ X } 100 \qquad (6)$$

- RAR = razão de redução de área (%);
- RA_E=redução de área na solução de H_2S (%);
- RA_A= redução de área teste realizado ao ar (%);
- E_PR= razão de deformação plástica (%);
- $E_{PA=}$ deformação plástica ao ar (%);
- $E_{PE=}$ deformação plástica em solução de H_2S (%).

Ainda segundo a norma NACE TM0198-2014 [33], existe uma classificação em 4 classes baseada na inspeção visual do CP, que pode ser por MEV e/ou Óptico.

Classe 1 – Comportamento normal dúctil (comparado com o teste realizado ao ar), não há presença de trinca secundária e corrosão sob tensão (SCC);
Classe 2 – Comportamento dúctil, com perda (<20%) da ductilidade comparada com o

teste ao ar, não há indicação de corrosão sob tensão (SCC);

Classe 3 – Possui perda significativa de ductilidade quando comparada com o teste ao ar (>20%), trincas podem aparecer na região da seção de fratura primária, mas não indica corrosão sob tensão (SCC);

Classe 4 – São indicadas evidências de corrosão sob tensão (SCC) na superfície de fratura primária e/ou presença de trincas secundárias.

Nesta pesquisa 8 CPs foram usinados conforme orientação citada anteriormente e foram separados em dois grupos :Grupo 1: Ensaio de BTD ao ar; Grupo 2: Ensaio de BTD em meio de solução de H_2S para comparação dos resultados.

Cada grupo foi classificado com quatro condições diferentes de tratamento térmico realizado após a usinagem e previamente ao ensaio de BTD, conforme identificação na Tabela 7.

Tabela 7 – Identificação das amostras para ensaio de BTD.

Tratamento Térmico	**Grupo 1:** Ar	**Grupo 2:** H_2S
T. 820°C	(1) T820_AR	(5) T820_H_2S
T.820°C e R. 400° C	(2) T820R400_AR	(6) T820R400_H_2S
T.820°C e R. 600° C	(3) T820R600_AR	(7) T820R600_H_2S
T.820°C e D.R. (670°C/2h+600°C/2h).	(4) T820DR_AR	(8) T820DR_H_2S

Os ensaios foram realizados seguindo o procedimento a seguir:

- Realização de teste de vedação para certificar que não tem vazamento;
- Desaeração do sistema para retirada de oxigênio na célula de ensaio, pois o O_2 reage com H_2S;
- Transferência da solução de teste à célula (CP já fixado);
- Saturação da solução com a mistura de gás do teste (H_2S + CO_2);
- Aquecimento e pressurização da célula.

A Tabela 8 mostra todos os parâmetros utilizados para a realização do ensaio em meio de solução com H_2S.

Tabela 8 - Condições para o Ensaio BTD em meio de H2S

Condições de Ensaio			
Temperatura (^{0}C)	25	**Vol./A (ml/cm²)**	20
Pressão – H_2S (mbar)	20	**Agitação**	Não
Pressão – CO_2 (mbar)	980	**Fluxo Líquido**	Não
Pressão N_2 (mbar)	NA	**Aeração**	Não
Pressão Ar (mbar)	NA	**Fluxo de Gás**	Sim
Fase Vapor	10%	**Fase Líquida**	90%
pH	3,0		
Taxa de deformação	Entre 2,51 x 10^{-5} mm/s e 2,56 x 10^{-5} mm/s		
Composição do Fluido	Água destilada + Ácido Acético CH3COOH		

2.7 Ensaio de Dureza

Neste trabalho adotou-se o método Vickers com carga de 10kgf para analisar a dureza das amostras. O ensaio foi realizado no Instituto Nacional de Tecnologia.

Os corpos de prova são preparados para o ensaio com lixamento e polimento com pasta de diamante.

Para os corpos de prova do Grupo 1 (Tabela 4 - Identificação das amostras do Grupo I) a dureza foi realizada após usinagem para o ensaio Charpy (Ver Item 2.8), ou seja, o corpo de prova com dimensão (55 x 10 x 7,5)mm³.

Para os corpos de prova do Grupo 2 (Tabela 5 - Identificação das amostras do Grupo II), na superfície superior (local aonde os termopares foram soldados) foi retirada uma fatia (“slice”) de 1mm de espessura e posteriormente foi realizada toda a sequência de lixamento e polimento para preparação do ensaio de dureza. A Figura 21 mostra a “fatia” retirada antes do ensaio de dureza.

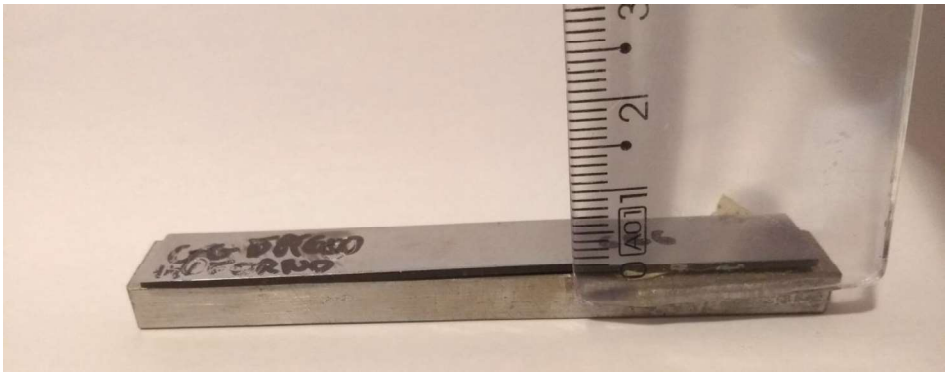


Figura 21 - Fatia do copo de prova retirado para ensaio de dureza e caracterização no microscópio.

A dureza encontrada é a razão entre a carga aplicada e a área resultante impressa, calculada pela medição das suas diagonais. As boas práticas do mercado usam o valor de 250 HV como referência de limite de dureza do aço 9% Ni para meios em H_2S. [35]

O ensaio de dureza foi realizado em perfil, com distâncias de 2 e 5 mm a partir do centro conforme esquema da Figura 22.

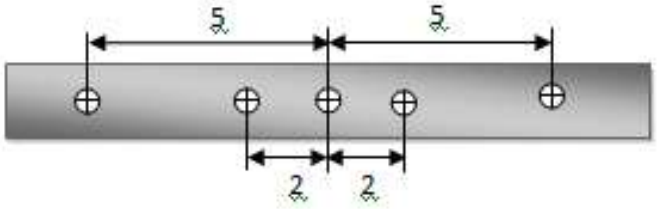


Figura 22 - Esquema para exemplificar perfil realizado no ensaio de dureza. Medidas em mm.

2.8 Ensaio de tenacidade ao impacto Charpy

Para o ensaio Charpy a referência foi a norma ASTM A370-17 [36], os corpos de prova foram usinados no tamanho “sub-size” com dimensão (55 x 10 x 7,5)mm³ e imersos em Nitrogênio líquido para realização do ensaio à -196°C e energia máxima do pêndulo de 300J. Após o ensaio, os corpos de prova foram secos e imediatamente armazenados em sílica para evitar oxidação. As superfícies de fratura foram observadas no Microscópio Eletrônico de Varredura.

O ensaio Charpy foi gentilmente realizado na empresa TECMETAL - Soluções Tecnológicas em materiais.

2.9 Polarização Magnética por magnetômetro de amostra vibrante (MAV)

A polarização magnética através do magnetômetro de amostra vibrante – técnica muito conhecida por VSM (do inglês vibrating-sample magnetometer) – é um método de medida por curvas de magnetização. A Figura 23 mostra a foto do equipamento e uma ilustração adaptada de uma apresentação do fabricante Lake Shore Cryotronics ® [37] com as partes do equipamento que geram o campo magnético.

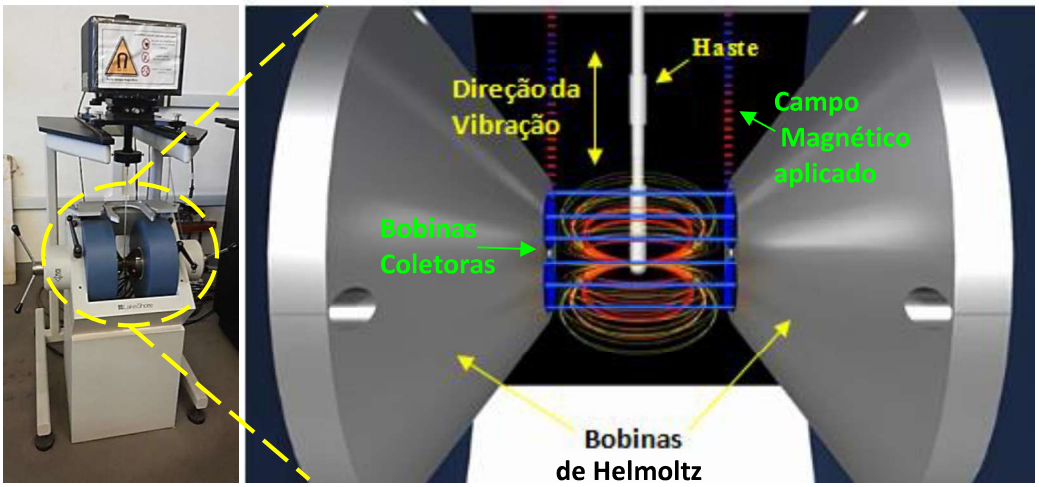


Figura 23 - Detalhes do equipamento magnetômetro de amostra vibrante.

Fonte: adaptado de [37]

Para melhor entendimento do ensaio a ser realizado, segue um pequeno roteiro explicativo:

1. As amostras são cortadas em pequenos cilindros de aproximadamente 3mm de diâmetro e 1mm de espessura. Devido ao tamanho preciso e pequeno, foi utilizada uma máquina de corte de precisão (Isomet 1000 da marca Buehler) com disco de diamante e fluido lubrificante específico do equipamento.
2. Após os cortes, as amostras foram imediatamente imersas em acetona e secas para não oxidar.
3. Todos os CPs foram medidos em balança analítica com incerteza mínima de 0,0001g (GEHAKA AG 200). A medida da massa é mais relevante do que as dimensões dos CPs pois os valores de magnetização são dados em *emu/g*.
4. O ensaio é realizado por cada amostra que é fixada em uma haste que realiza o movimento vibratório com direção vertical e freqüência fixa.

5. Um campo magnético é aplicado (B) pelas bobinas de Helmoltz, perperdicular à direção da haste. [38]
6. O movimento vibratório gera um campo magnético (H) que é detectado pelas bobinas de detecção do equipamento (bobinas coletoras), que atuam como o sensor de leitura do MAV. [39]
7. As bobinas coletoras se comunicam com o meio digital por computadores e tem-se as informações das propriedades magnéticas do material com a razão entre a magnetização (momento magnético em razão da massa - emu/g) e o campo magnético (Oe). Vale ressaltar que o equipamento fornece as medidas de acordo com as unidades CGS.

O método de medição por polarização magnética pode ser usado para detectar a fração volumétrica de partículas não magnéticas da microestrutura. Quanto maior a quantidade de austenita, menor é o valor da polarização magnética medido. [40].

O objetivo da utilização dessa técnica é obter a fração volumétrica de austenita retida ou reversa em cada condição de tratamento térmico. A técnica foi utilizada em todas as amostras que passaram pelo ensaio de BTD (Ver item 2.6) e por todas as amostras do Grupo I e Grupo II (ver item 2.4) totalizando 32 corpos de prova.

Baseada em pesquisa realizada por AJUS [29], é possível determinar a fração volumétrica da martensita obtendo a razão entre a magnetização de saturação (m_s) de cada corpo de prova e o valor máximo obtido na curva de saturação para o mesmo material, quando este é 100% martensítico, denominando assim por saturação intrínseca (m_{si}). A diferença entre uma amosta 100% martensítica ($quando\ m_s = m_{si}$) e a razão entre a saturação do material (m_s) pela saturação intrínseca, resulta na fração de austenita retida do material (C_y). A Equação 7 traduz essa relação.

$$C_y = \frac{m_{si}}{m_{si}} - \frac{m_s}{m_{si}} = 1 - \frac{m_s}{m_{si}} \qquad (7)$$

O método para obter o valor de $\mathrm{m_s}$ consiste em realizar nas curvas de magnetização (emu/g x Oe) um ajuste linear entre os pontos de 90% a 100% do campo aplicado. O coeficiente linear da reta oriunda do ajuste será, portanto, o valor da magnetização de saturação ($\mathrm{m_s}$). [38] Para a determinação da magnetização intrínseca da martensita ($\mathrm{m_{si}}$) foi considerado o maior valor de magnetização de saturação ($\mathrm{m_s}$) em cada grupo de amostras. Os gráficos gerados e resultados obtidos serão detalhados no item 3.7.

2.10 Caracterização Microestrutural

A caracterização microestrutual permite associações da microestrutura com propriedades mecânicas em diversas situações. Deste modo, a partir de técnicas de microscopia eletrônica de varredura e microscopia óptica, é possível associar o tamanho de grão da austenita prévia, presença de partículas no contorno de grão, presença de austenita na amostra com propriedades mecânicas como os valores de dureza, energia de impacto após ensaio charpy, análise de falhas após ensaio BTD.

Os principais ataques utilizados para análise microestrutural são Nital 2% e ataque com ácico pícrico + cromato de potássio, conforme resumidos na Tabela 9.

Tabela 9 - Reagentes utilizados para caracterização microestrutural

Reagente	Composição	Resultado
Nital 2%	2ml de aço nítrico + 98ml de álcool	Revela microestrutura do material: Ripas de martensita, bainita, cementita e austenita.
Ácido Pícrico + Cromato de Potássio	15g de ácido pícrico, 5ml de cromato de potássio, 625ml de água destilada e 275ml de detergente neutro.	Tamanho de grão da austenita prévia.

O ataque com Nital 2% foi realizado nas amostras do Grupo I que foram temperadas à 820°C e Grupo II (ver item 2.4). As imagens associadas aos resultados de propriedades mecânicas proporcionam uma análise mais completa e são apresentadas no item 3.8.

2.11 Tamanho de Grão da Austenita Prévia

Um conceito sólido em estudos de materiais e na metalurgia é que o refinamento do grão é um mecanismo para melhorar a tenacidade de materiais metálicos. Para os aços que são temperados e revenidos, a estrutura final principal é a martensita, ou seja, o material apresenta em sua estrutura final ripas de martensitas que nascem a partir dos contornos de grão da Austenita Prévia. Assim, uma técnica para mensurar o tamanho de grão, é determinar o tamanho de grão da austenita prévia e para isso é necessário

revelar esse contorno de grão através de ataque químico apropriado.

A primeira etapa, antes do ataque químico, consiste na preparação metalográfica, seguindo os procedimentos de lixar e polir as superfícies das amostras para obter uma superfície lisa e sem riscos.

Após a utilização de lixas, o polimento foi realizado com panos de 6μm, 3μm e 1μm, respectivamente, e com o uso de pasta de diamante.

Nessa pesquisa, para o Grupo I (Tabela 4) e Grupo 2 (Tabela 5) foi realizado ataque químico com as amostras em imersão em solução de Ácido Pícrico + Cromato de Potássio conforme descrito na Tabela 9.

As imagens foram analisadas em microscópio óptico Olympus BX51 e em microscópio eletrônico de varredura (MEV), ambos no Instituto Nacional de Tecnologia. Posteriormente, as imagens obtidas através do microscópio óptico foram tratadas com o software ImageJ [41]. Para a quantificação dos grãos e média estimada dos tamanhos de grãos, o microscópio óptico possui recurso para determinar os parâmetros através do método de interceptos descritos na ASTM E-112-13 [42]. Posteriormente, as imagens também foram analisadas por recursos do software ImageJ [41] para determinar o tamanho de grão através de recursos de tratamento de imagem.

2.12 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV – FEG)

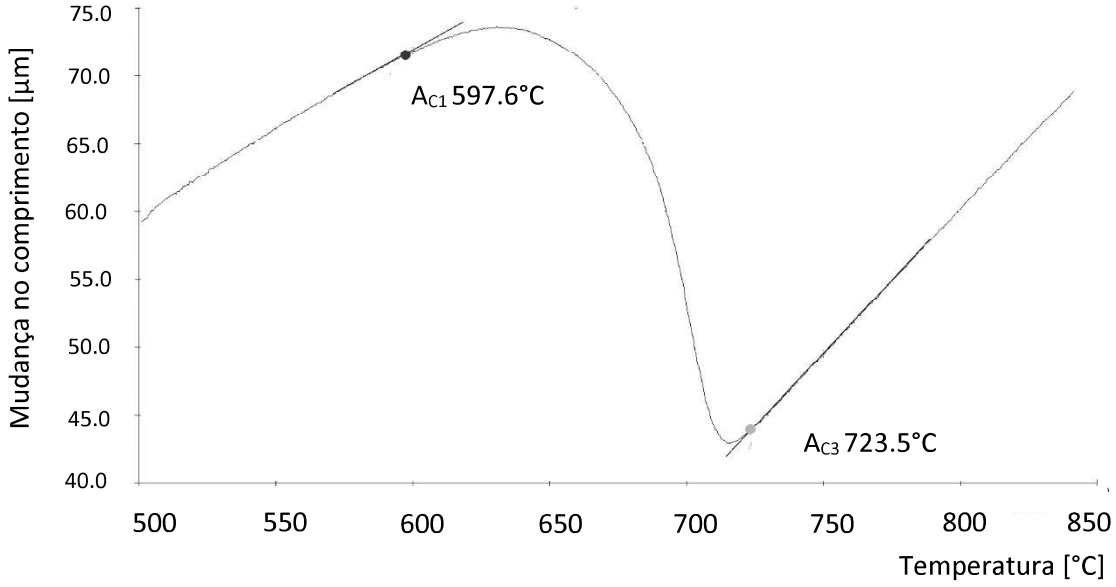
A técnica de obtenção de imagens por microscopia eletrônica de varredura é necessária para avaliar fases de pequeno tamanho e que necessitam de alta resolução. Os microscópios eletrônicos de varredura utilizados para avaliar a microestrutura foram do tipo de emissão de elétrons por filamento de tungstênio (MEV), da marca FEI e modelo Inspect S e emissão de elétrons por fonte FEG, da marca FEI e modelo Quanta FEG 450, ambos do Instituto Nacional de Tecnologia.

O EBSD foi utilizado para apresentar a porcentagem de cada fase e orientação cristalográfica. Para essa análise, além do Instituto Nacional de Tecnologia também foi realizada na Universidade Federal do Ceará. As amostras foram preparadas por meio na máquina de polimento Minimet e com fluido de sílica coloidal.

3- RESULTADOS E DISCUSSÃO

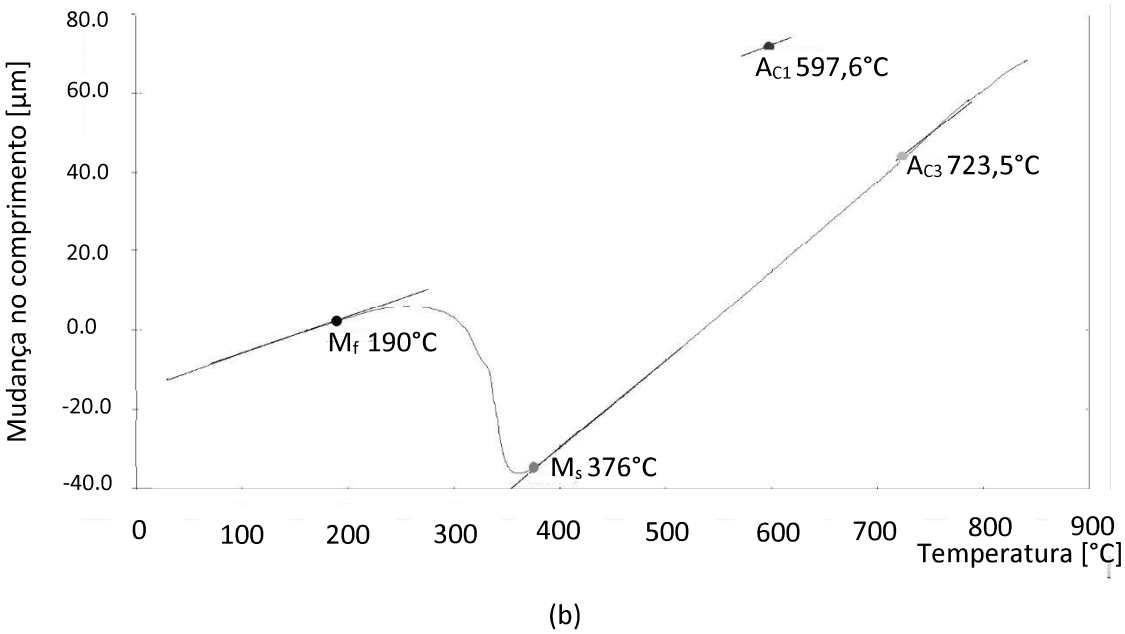
3.1 Ensaio de Dilatometria

A Figura 24 apresenta os dois gráficos resultantes do ensaio de dilatometria. A amostra selecionada para o ensaio foi previamente tratada a 820°C e resfriada em água. A Figura 24 (a) representa a curva de aquecimento da amostra, mostrando os resultados de Ac1 e Ac3 do aço tratado. A Figura 24 (b), representa a curva de resfriamento da amostra, mostrando os resultados de Ms e Mf da amostra. Ambas as curvas representam a relação entre a mudança de comprimento durante o ensaio em função da temperatura.



(a)

-



(b)

Figura 24- Curvas Comprimento (µm) x Temperatura (°C) (a) Curva de aquecimento do CP (b) Curva de resfriamento do CP.

A Tabela 10 apresenta os resultados obtidos no ensaio de dilatometria para o Aço 9% Ni com composição química apresentada no item 2.2.

Tabela 10 - Resultados obtidos no ensaio de dilatometria para o Aço 9% Ni.

Ensaio / Trabalho de Referência	Temperatura [°C]			
	AC_1	**AC_3**	**M_s**	**M_f**
Resultado do Ensaio [°C] ***Composição: 0,062C-9,54Ni-0,64Mn***	597,6	723,5	376	190

A Figura 25 mostra o diagrama CCT para o aço de composição 0,09C-0,22Si-0,68Mn-9,02Ni-0,008P-0,009S-0,031Al [1] e neste diagrama as temperaturas AC1, AC3, MS e Mf são próximas do resultado encontrado no ensaio realizado de dilatometria. Trabalhos realizados por Rodrigues [8] e Kimus [35] mostram que as temperaturas AC1, AC3, MS e Mf mudam consideravelmente quando o material apresenta pequenas variações na composição química. Rodrigues [8] apresentou em seu trabalho uma tabela compilada das variações de temperaturas AC1 e AC3 para o aço 9% Ni para

diferentes composições químicas (ver Tabela 11).

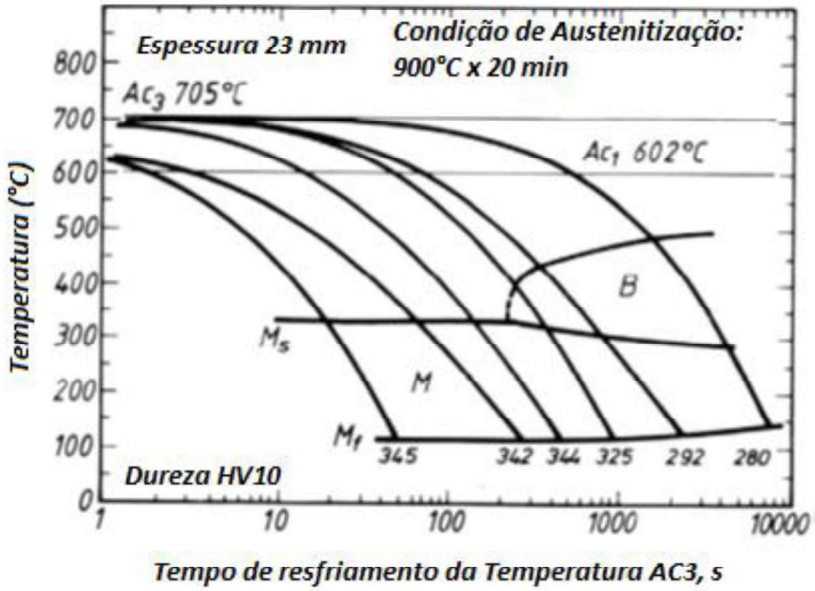


Figura 25 - Diagrama CCT para aço 9% Ni.

Fonte: adaptado de [1]

Tabela 11 - Valores de temperaturas AC1 e AC3 do Aço 9% Ni para diversos autores e pequenas variações na composição química. **[35]**

Composição	AC1	AC3	Autor
0,10C-9,11Ni	560	709	(NIMS Materials Database, 2014)
0,08C-8,51Ni-0,54Mn	-	719	(NIMS Materials Database, 2014)
0,1C-8,6Ni-0,75Mn	552	643	(Brophy; Miller, 1948)
0,001C-8,95Ni-0,85Mn	590	725	(Ôoka; Sugino, 1960)
0,1C-8,95Ni-0,85Mn	540	720	(Ôoka; Sugino, 1960)
0,066C-9,28Ni-0,65Mn	664	694	(Jang; Ju et al., 2003)
0,09C-9,02Ni-0,68Mn	602	705	IIW-844-87 apud (Ahsan et al., 2014)
0,043C-9,35Ni-0,64Mn	577	703	(X. Q. Zhao et al., 2007)
0,036C- 9,02 Ni-0,70Mn	640	725	(Y. H. Yang et al., 2014)

Fonte: adaptado de [35]

3.2 Tamanho de Grão da Austenita Prévia

Para avaliar o tamanho de grão das amostras e associar as mudanças das propriedades mecânicas do Aço 9% Ni para cada tamanho de grão mensurado, as amostras foram preparadas conforme apresentado no Item 2.10 e os resultados foram obtidos logo após o ataque químico de Ácido Pícrico + Cromato de Potássio através da Microscopia Óptica . A Figura 26 (a-i) mostra as imagens que representam cada condição de tratamento térmico.

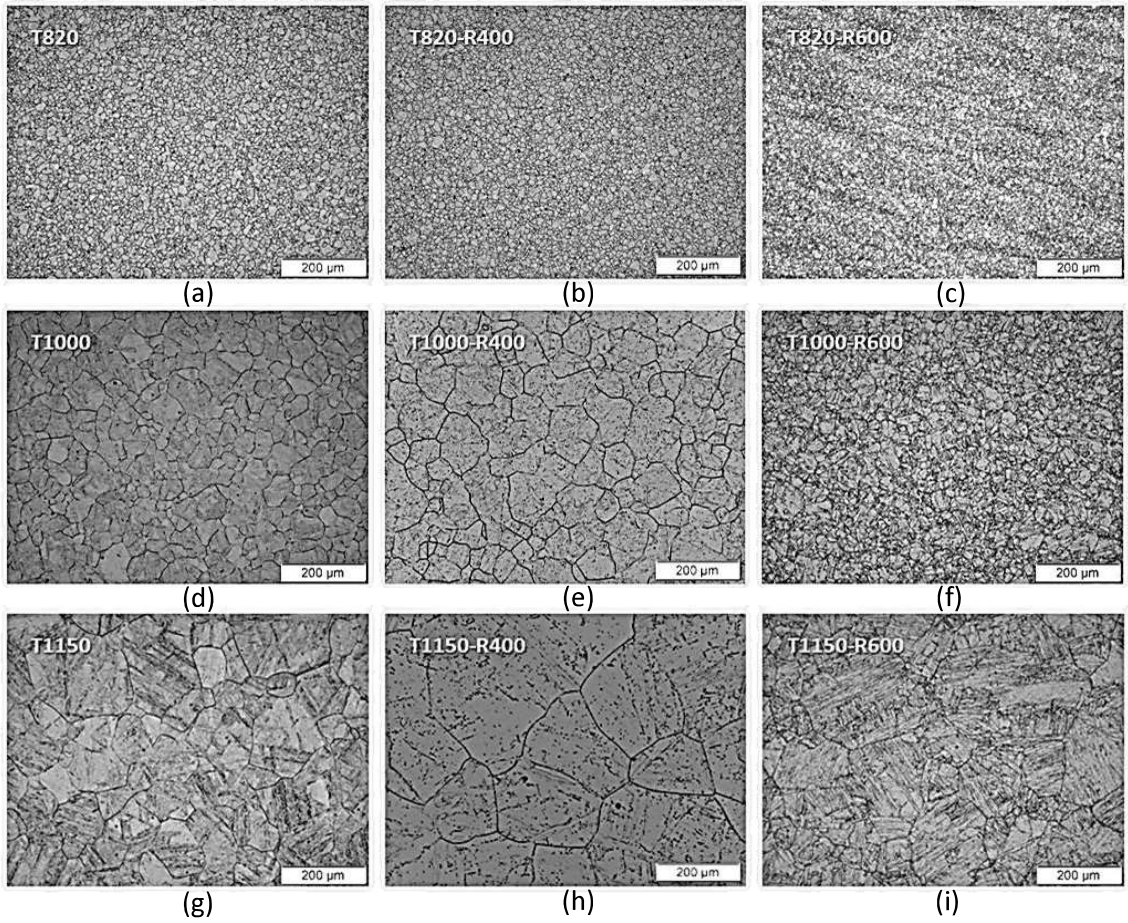


Figura 26 - Tamanho de grão da austenita prévia após ataque químico Ácido Pícrico + Cromato de Potássio. Imagens obtidas em microscópio óptico. Amostras: Grupo I. (a) Amostra T820. (b) Amostra T820-R400. (c) Amostra T820-R600. (d) Amostra T1000. (e) Amostra T1000-R400. (f) Amostra T1000-R600. (g) Amostra T1150. (h) Amostra T1150-R400. (i) Amostra T1150-R600.

Observa-se pelas imagens a nítida diferença de tamanho de grão para as condições de temperatura para obter grãos finos (820°C) e grão grosseiro (1150°C), além disso é possível observar as ripas de martensita no interior dos contornos de grão.

Para os graõs finos e revenidos à 600°C, são observados bandeamentos. O

mecanismo de formação do bandeamento pode estar relacionado à segregação dos elementos substitucionais. Quando o aço é austenitizado, a segregação dos substitucionais não é eliminada, devido à baixa difusividade destes elementos. Assim, diferentes regiões do aço (“bandas”) têm diferentes composições químicas e, consequentemente, diferentes comportamentos na transformação de decomposição da austenita, a qual se inicia nas regiões mais pobres em elementos de liga que estabilizem esta fase, ou mais ricas em elementos que estabilizem a ferrita. [43]

Para avaliar e mensurar o tamanho de grão, foi observado uma melhor nitidez nas imagens que são relativas à condição de revenido a 400°C. Observa-se melhor contraste dos contornos nessas condições, e uma teoria a ser avaliada é que por essa condição ser relacionada à fragilização ao revenido tal condição pode ocorrer devido a segregação nos contornos de grão, o ataque pode ter se intensificado nessa condição devido a concentração de carbetos ou partículas segregadas nos contornos de grão, causando assim maior nitidez e contraste. Assim, as amostras do Grupo I (ver item 2.4) que sofreram revenido a 400°C vão ser utilizadas para mensurar o tamanho de grão para cada condição de temperatura de têmpera.

O Microscópio Óptico utilizado no Instituto Nacional de Tecnologia possui software no computador conectado ao microscópio para determinar o tamanho de grão através do método por interceptos baseado na Norma ASTM E112-13 [42]. Os resultados obtidos através desse recurso, são apresentados na Tabela 12.

Tabela 12 - Resultados obtidos através do método por interceptos.

Norma:	ASTM E 112-13		
Equipamento:	Microscópio Olympus BX51		
Amostra:	T1150-R400	T1000-R400	T820-R400
Média TG	1,67	4,4	8,765
Soma dos Interceptos	411	462	413
Conversão em µm	202,04	75,5	17,31

Quando o tamanho de grão é determinado pelo método de interceptos, apenas uma pequena região é analisada. No sentido de aprimorar o resultado e como mais um método comparativo, foi realizado tratamento de Imagens através do software Image J [44].O tratamento de imagens é realizado para aprimorar a qualidade de imagens, melhorar o contraste e deixar visível apenas o contorno de grão da austenita prévia, tirando todas as ripas da martensita internas ao grão, para assim, ser possível dimensionar o tamanho de grão da austenita prévia através de recursos automatizados

que fazem parte do software que estimam o tamanho de grão através da identificação das bordas pelo método de diâmetro de Feret, já que os formatos não são regulares e uniformes. Para o tratamento de imagens foram utilizados 4 plugins que serão descritos a seguir:

- Plugin CLAHE: Utilizado para melhorar o contraste dos contornos de grão. [41]
- Plugin Threshold: Técnica utilizada para destacar ou omitir os pixels de diferente contraste, utilizado para destacar as bordas do contorno de grão e minimizar as ripas de martensita internas. [45]
- Plugin Watershed: Técnica utilizada para unir os contornos de grão que não ficaram nítidos durante o ataque químico. [46]
- Particle Analysis (Automatic Particle Counting): Recurso automático que quantifica o número e diâmetro de Feret dos grãos, apresentando a média de tamanho de grão. [44]

A Figura 27 mostra um esquema simplificado dos resultados obtidos após o tratamento de imagens utilizando os recursos descritos nesta seção e a Figura 28 apresenta os resultados obtidos de média de tamanho de grão após tratamento das imagens.

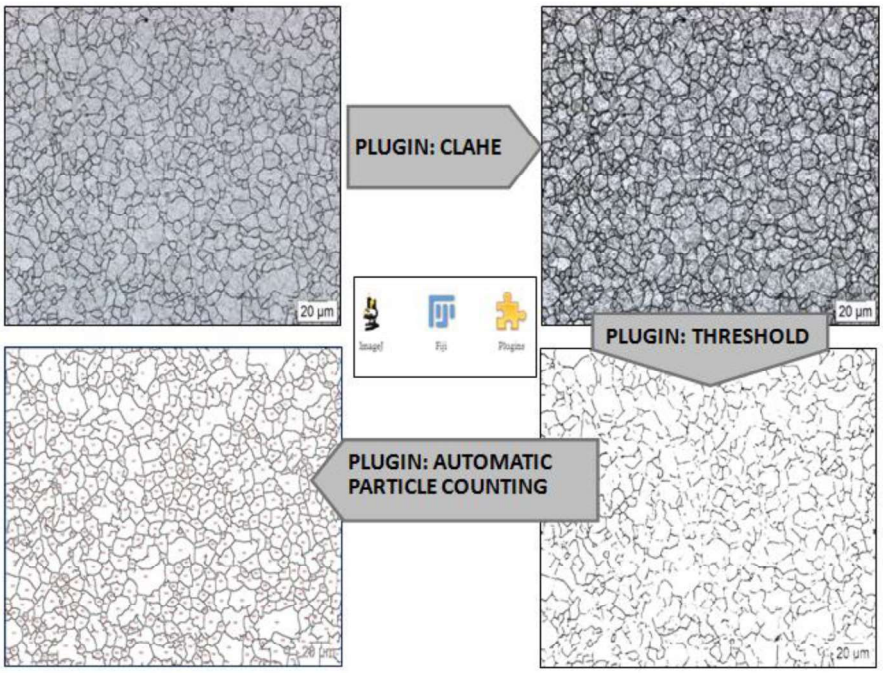


Figura 27 - Esquema representativo das etapas de Tratamento de Imagem do Software ImageJ.

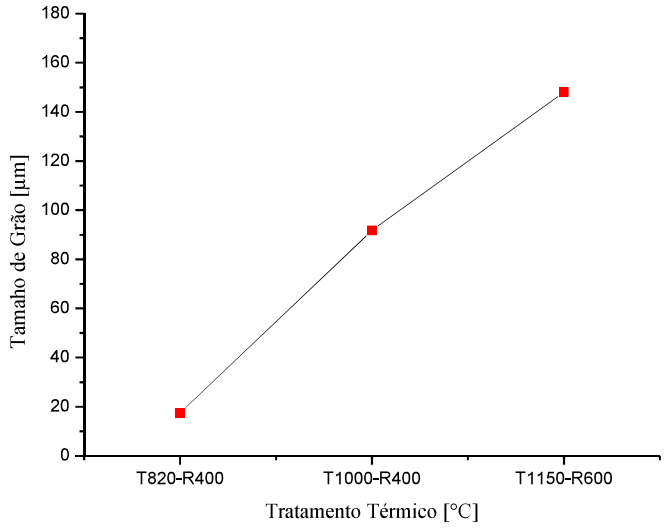


Figura 28 - Tamanho de Grão da austenita prévia em relação à temperatura de têmpera. Amostras do Grupo I.

A partir dos resultados obtidos pelo método de interceptos e pelo método de tratamento de imagens para obter o tamanho de grão da austenita prévia, a Figura 29 mostra os resultados para as duas técnicas em relação as mesmas amostras. Observa-se que quanto maior o tamanho de grão, maior é a diferença encontrada entre as duas técnicas.

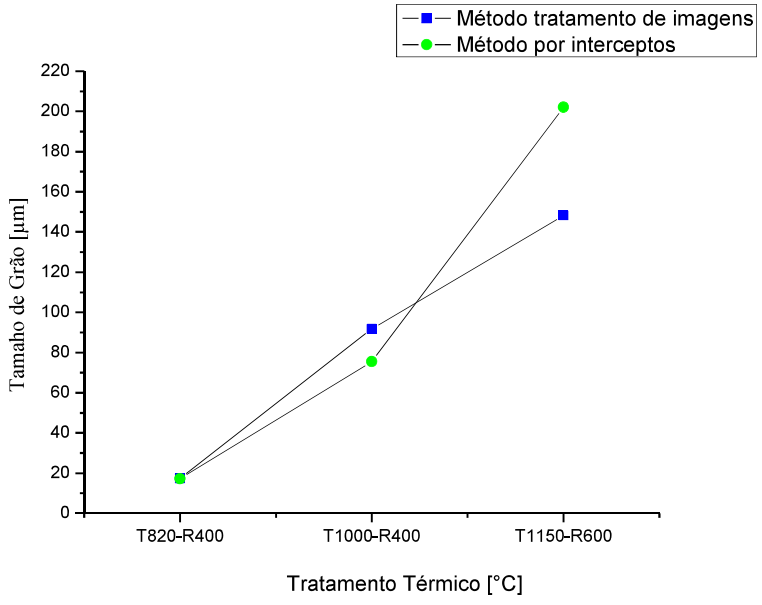
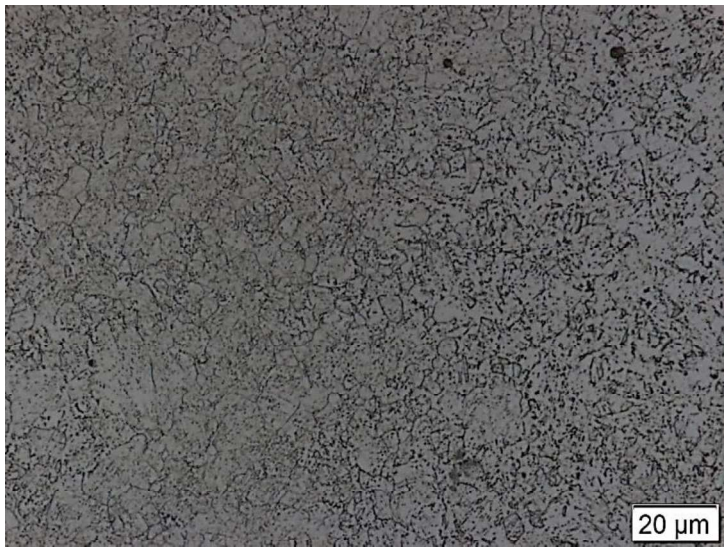
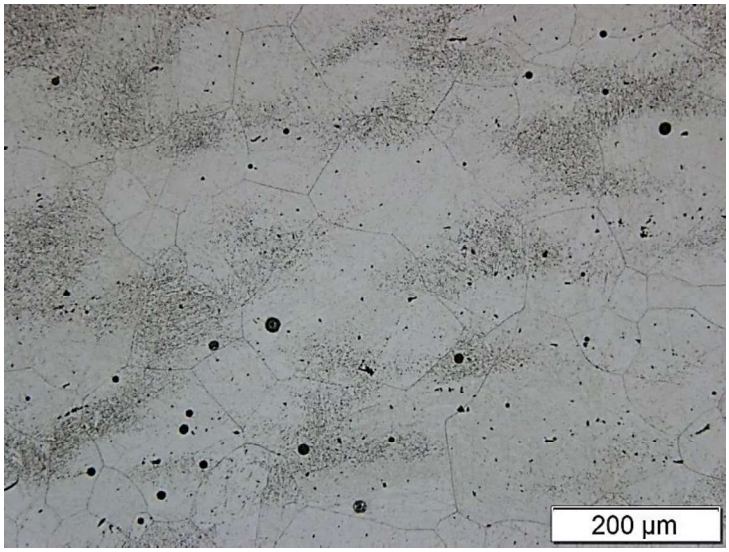


Figura 29 – Comparação dos métodos para mensurar tamanho de grão da austenita prévia: Método de tratamento de imagens e método por interceptos. Amostras do Grupo I.

Para as amostras que tiveram simulação de ciclo térmico na máquina Gleeble, sendo elas do Grupo II (ver item 2.4), o tamanho de grão não ficou tão nítido quanto as amostras em que o tratamento térmico foi realizado em forno (Grupo I, ver item 2.4). A Figura 30 mostra as imagens obtidas através de microscopia óptica e observa-se que mesmo com o ataque de Ácido Pícrico + Cromato de Potássio os contornos de grão estão muito sutis e de difícil determinação, especialmente para a condição de grãos finos.



(a)



(b)

Figura 30 – Tamanho de grão da austenita prévia após ataque químico Ácido Pícrico + Cromato de Potássio. Imagens obtidas em microscópio óptico. Amostras: Grupo II. (a) Amostra G850-STTPS. (b) G1350 – R400

3.3 Gleeble: Curvas dos Ciclos Térmicos

Para os corpos de prova de dimensão (85 x 11 x 7,8)mm³ preparados para a Gleeble 3800, obteve-se área útil de aproximadamente (15 x 11)mm². Os resultados obtidos após simulação do ciclo térmico na Gleebe3800 foram curvas que apresentam os ciclos térmicos simulados para cada temperatura de pico. A Figura 31 representa a curva do ciclo térmico com pico a 850°C originada da simulação. Para esta condição foram realizadas simulações em 6 CPs, dentre eles apenas um caso apresentou considerável desvio entre a curva do ciclo programado e ciclo simulado, conforme pode ser observado na Figura 32. Pelo desvio ter ocorrido em apenas um CP nos primeiros 50 segundos do ciclo, pode-se interpretar apenas como uma imprecisão que possa ter ocorrido na medição das temperaturas durante a simulação do ciclo térmico, trabalho realizado por Leury Pereira [27] apresentou desvio semelhante. Observa-se que apesar do desvio no início da simulação, o ciclo simulado se adequou ao ciclo programado durante a simulação do ciclo térmico.

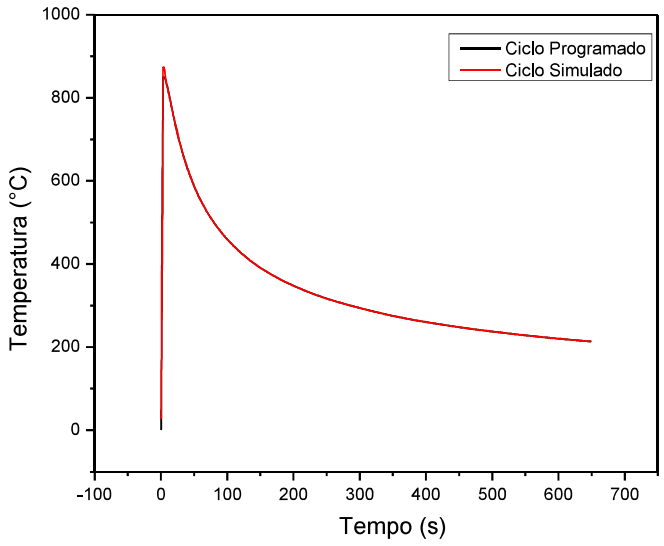


Figura 31 – Ciclo Térmico a 850°C realizado em máquina Gleeble.

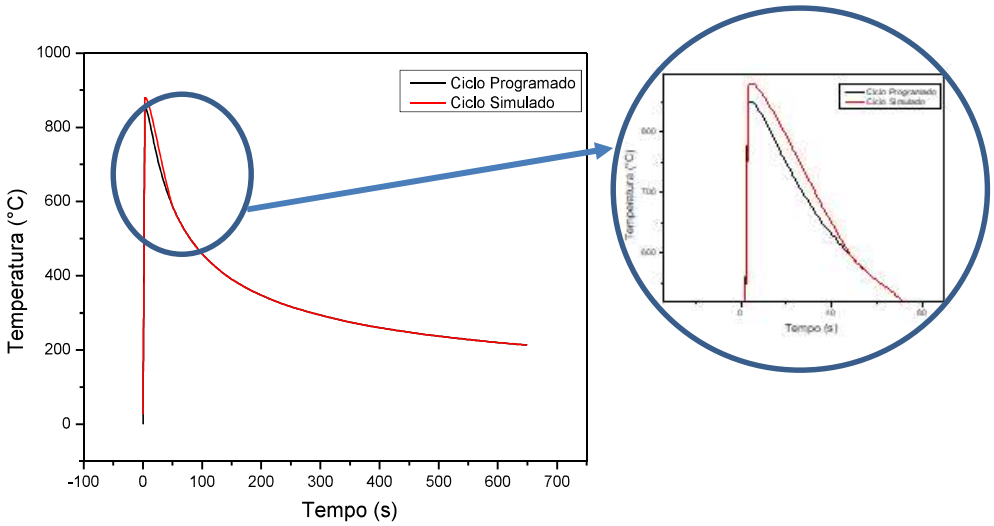


Figura 32 – Desvio em CP de Ciclo Térmico a 850°C realizado em máquina Gleeble.

A Figura 33 representa a curva do ciclo térmico a 1350°C originada da simulação. Para esta condição foram realizadas simulações em 13 CPs, dentre eles 6 casos apresentaram considerável desvio entre a curva do ciclo programado e ciclo simulado, conforme pode ser observado na Figura 34. O comportamento observado no desvio representado pela Figura 34 é muito semelhante ao mostrado na Figura 32.

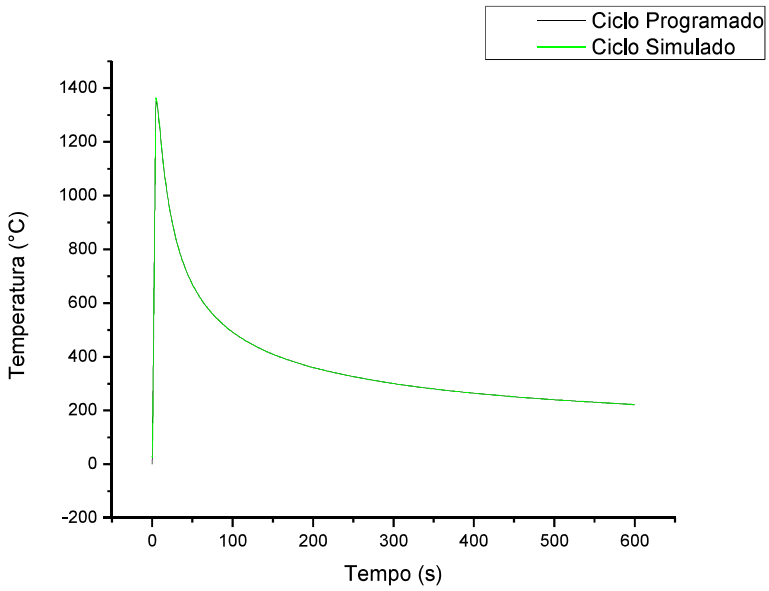


Figura 33 – Ciclo Térmico a 1350°C realizado em máquina Gleeble.

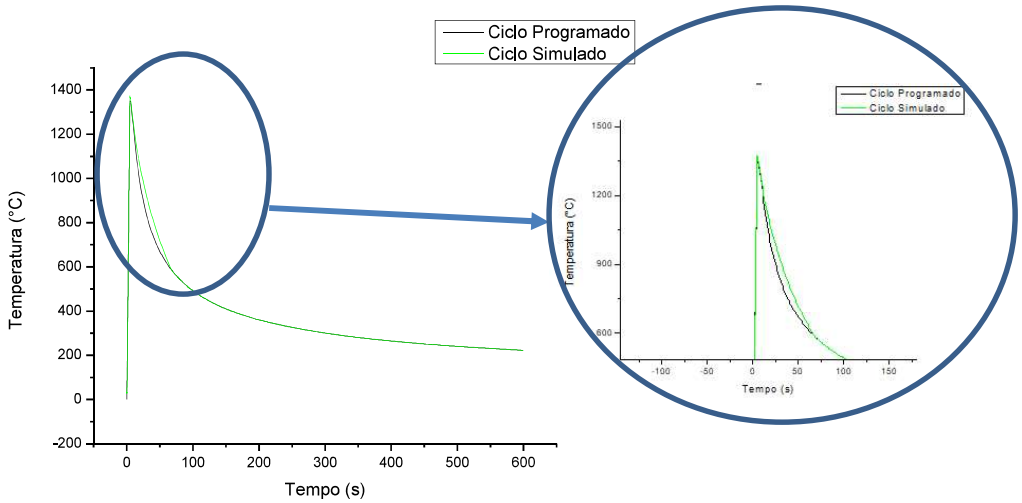


Figura 34 – Desvio em CP de Ciclo Térmico a 1350°C realizado em máquina Gleeble.

A Figura 1 mostra que por volta de 500°C entre 60s e 1000s o ciclo toca a linha que possui microestrutura predominante de austenita + ferrita + carbetos (A+F+C) durante o resfriamento. A Figura 35 representa as curvas do ciclo térmico a 850°C e 1350°C, observa-se que a temperatura de inicio de formação de martensita (MS) ocorre entre 100s e 200s do período do ciclo, ou seja, a microestrutura final predominante é martensita, porém pode apresentar pequeno volume das fases A+F+C que serão avaliados por caracterização e porcentagem de austenita retida (ver itens 3.7 e 3.8).

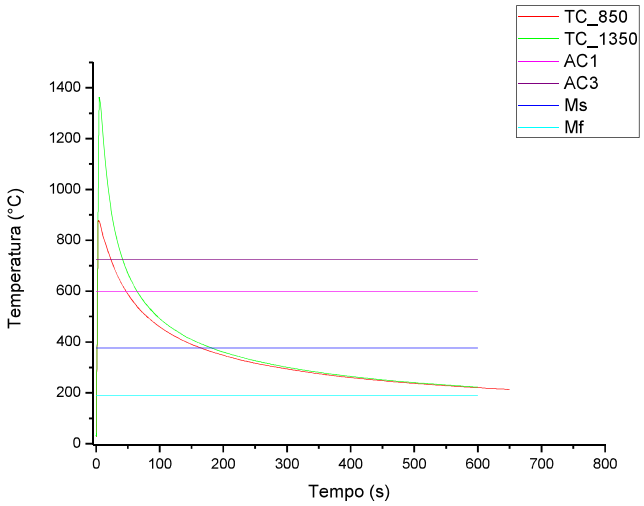


Figura 35 – Ciclos térmicos em função da temperatura (°C) e do tempo do ciclo (s) AC_1, AC_3, M_S e M_F.

3.4 Ensaio de tração a Baixa Taxa de Deformação - BTD

Após o ensaio de BTD para cada amostra, as amostras foram preservadas imediatamente em dessecador com sílica e analisadas no Microscópio Eletrônico de Varredura para análise das fraturas. Foram também registradas imagens em Estereoscópio do sentido longitudinal para analisar presença de trincas secundárias nesse sentido.

A metodologia para análise dos materiais após o ensaio de tração com baixa taxa de deformação consiste em elaboração dos gráficos Tensão x Deformação com os resultados obtidos após o ensaio.

Os resultados são enviados ao computador com as informações referentes à Força (kgf); Deslocamento (mm) e Velocidade de Deslocamento (E-7 mm/s). A partir desses resultados, a Deformação (ou alongamento) é calculado como a razão entre o Deslocamento (mm) e o comprimento inicial do CP e a Tensão (Mpa) é calculada como a razão entre a força, gravidade e a área do CP.

Devido à dificuldade de determinar precisamente o valor da tensão do limite de proporcionalidade (ponto no qual a curva deixa de ser linearmente elástica e inicia-se a curva do regime plástico), para os cálculos da redução de área e deformação plástica, seguiu-se a literatura no qual traça-se uma reta linear paralela à reta do regime elástico, passando pela deformação à 0,2% e a intersecção desta reta com a curva tensão deformação é a tensão correspondente ao limite de escoamento, e o resultado será utilizado para o limite de proporcionalidade (σpl), conforme pode ser visto na Figura 37, Figura 39, Figura 41 e Figura 43 identificada como a reta de cor verde.

Para gerar os gráficos e determinar a equação desta reta paralela que passa pela deformação à 0,2%, utilizou-se o software OriginPro 8 [47].

Para uma melhor análise dos ensaios BTD observa-se na Figura 36 as imagens realizadas em MEV para as condições de ensaio ao ar e em meio H2S e Figura 37 o gráfico Tensão x Deformação para a condição de tratamento térmico temperado à 820°. Em sequência Figura 38 e Figura 39 para a condição de duplo revenido, Figura 40 e Figura 41 para a condição de revenido à 600°C, Figura 42 e Figura 43 para a condição de revenido à 400°C.

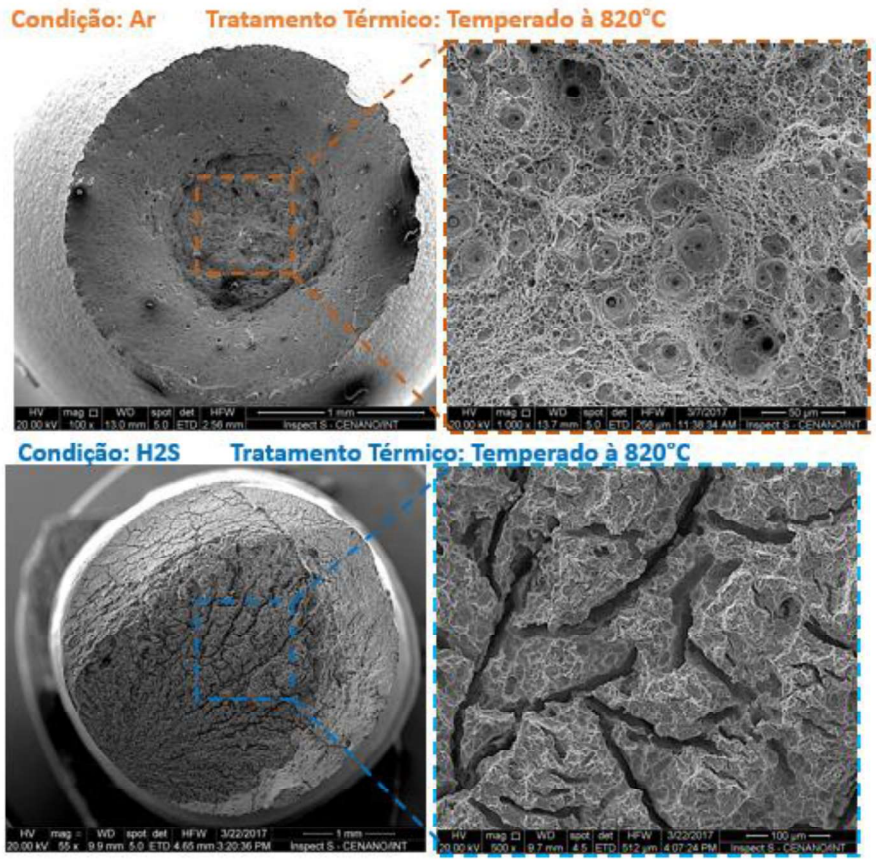


Figura 36 – Imagens em MEV, análise de fratura após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820_AR e T820_H_2S

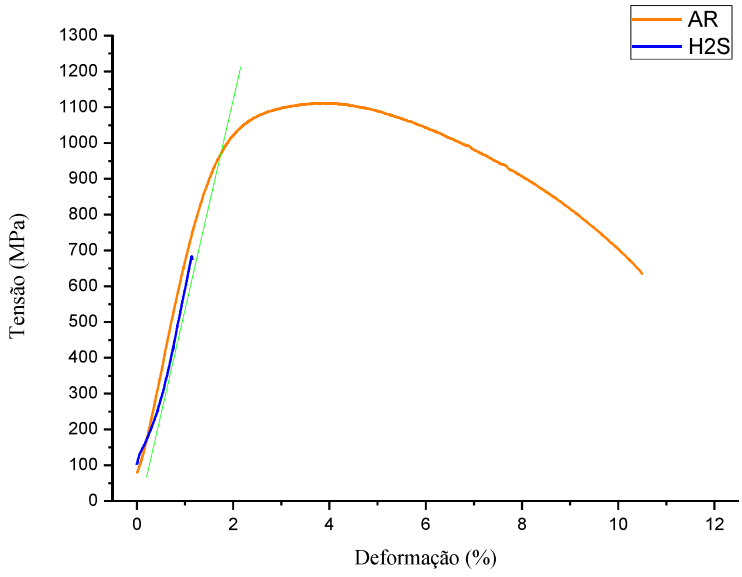


Figura 37 – Curva Tensão x Deformação após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820_AR e T820_H_2S

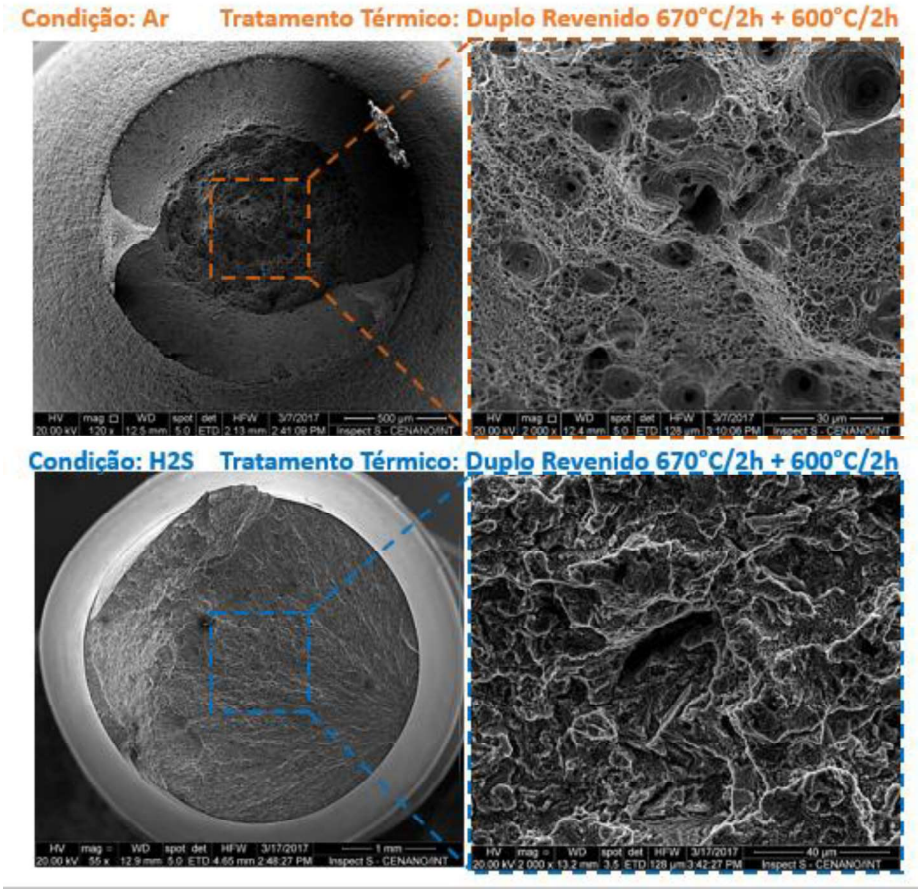


Figura 38 – Imagens em MEV, análise de fratura após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820DR_AR e T820DR_H_2S

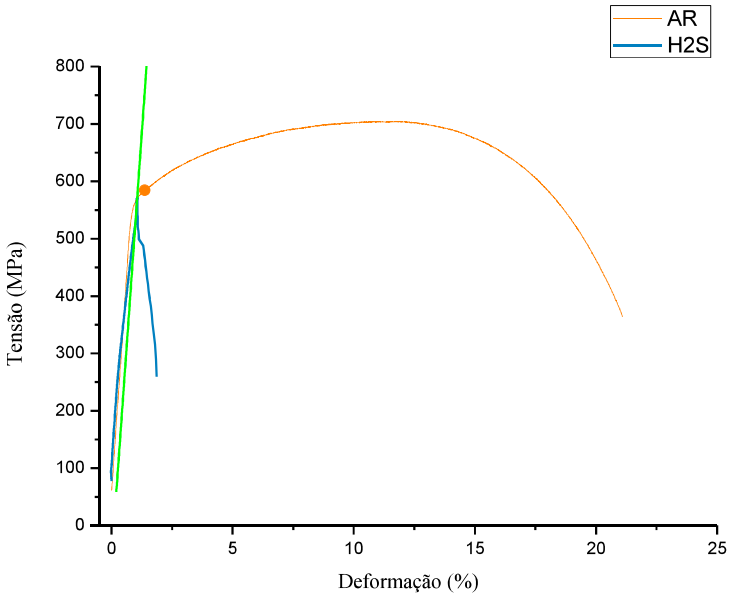


Figura 39 – Curva Tensão x Deformação após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820DR_AR e T820DR_H_2S

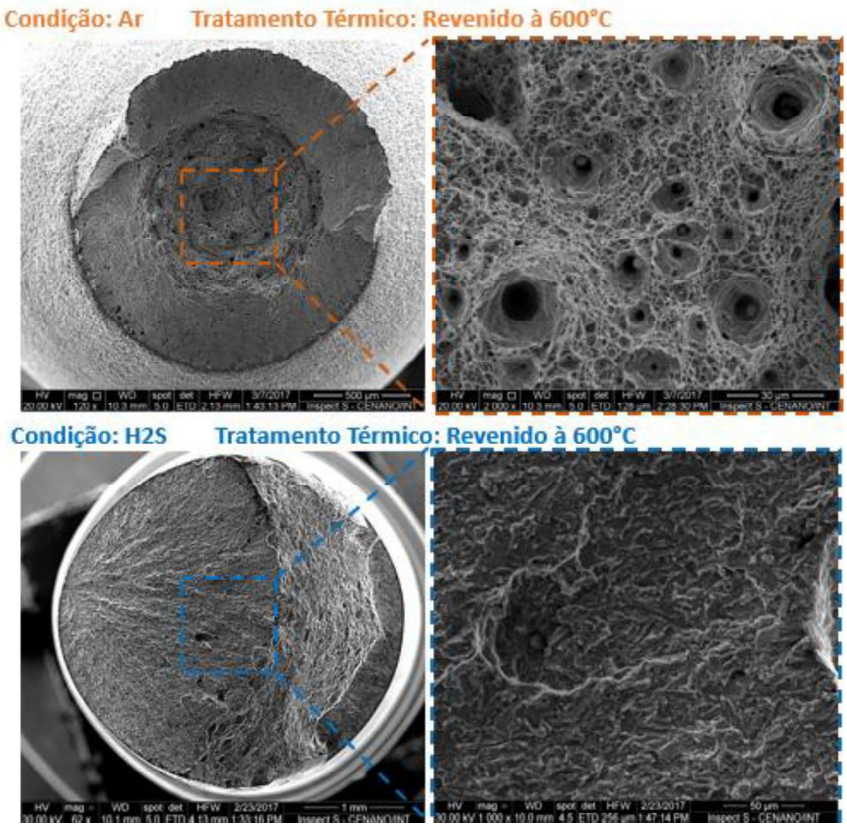


Figura 40 – Imagens em MEV, análise de fratura após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820R600_AR e T820R600_H_2S

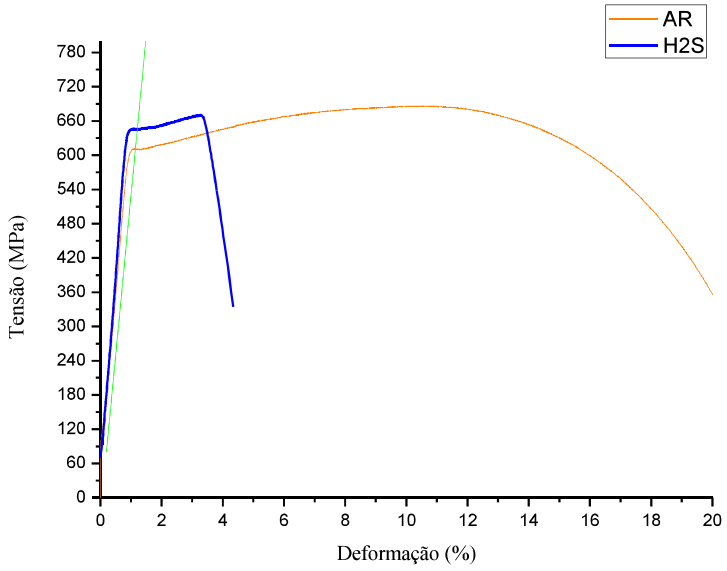


Figura 41 – Curva Tensão x Deformação após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820R600_AR e T820R600_H_2S

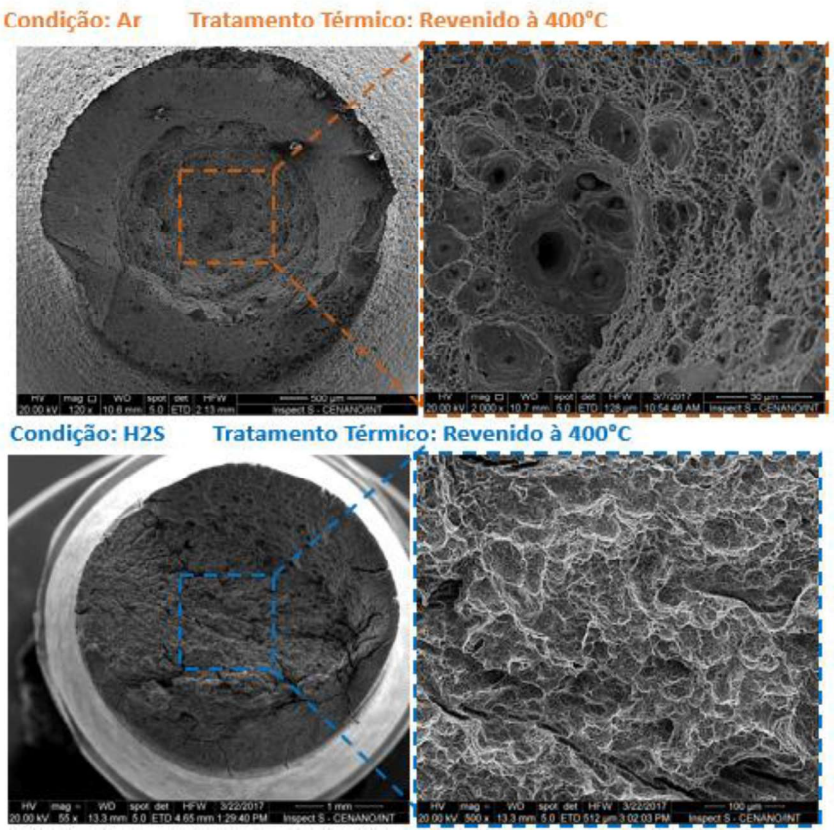


Figura 42 – Imagens em MEV, análise de fratura após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820R400_AR e T820R400_H_2S

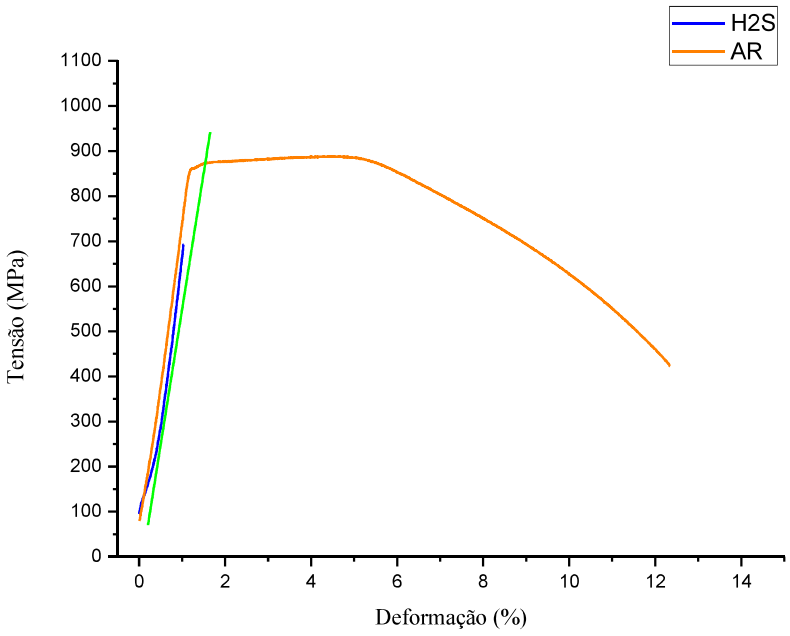


Figura 43 – Curva Tensão x Deformação após ensaio BTD em AR e H_2S. CPs: T820R400_AR e T820R400_H_2S

Observa-se para todas as amostras o comportamento esperado de material frágil em meio H_2S e dúctil para o ensaio realizado ao ar. A fratura dúctil é observada no ensaio que foi realizado ao ar pela deformação plástica antes e durante a propagação da trinca, portanto, a superfície de fratura apresenta normalmente uma quantidade considerável de deformação e apresentam a seção reduzida em alto valor de estricção. A fratura dúctil ocorre por nucleação, crescimento ou coalescimento de vazios e redução contínua da seção transversal do material, espera-se que a nucleação e crescimento de vazios inicia-se em partículas de segunda-fase. A aparência da fratura dúctil, em altas resoluções obtidas no Microscópio eletrônico de varreduras é semelhante a inúmeros buracos, e essa morfologia é chamada de “dimples”. [48] Essa característica pode ser observada na Figura 36, Figura 38, Figura 40 e Figura 42 para a condição de ensaio realizado ao ar. A Figura 44 mostra a macrografia (imagem obtida por Estereoscópio) do CP que apresentou maior valor de Redução de Área (ver

Tabela **13**) para o ensaio realizado em ar, sendo este o de tratamento Térmico Temperado a 820°C e Duplo Revenido 670°C/2h+600°C/2h.



Figura 44 – Imagem obtida Estereoscópio após ensaio BTD, representa estricção e ductilidade. CP: T820DR_AR.

Já no ensaio realizado em meio H_2S e a consequente fratura por corrosão sob tensão, os CPS apresentaram característica frágil, ou seja, tipo de fratura que ocorre quando não se tem a deformação plástica macroscópica, comportamento elástico e, portanto, sem estricção e com elevada velocidade da propagação de trinca. Para o caso

de ensaio realizado em H_2S o resultado do aspecto fractográfico esperado é fratura caracterizada por duas zonas: a primeira resultante do desenvolvimento de trincas e a segunda da ruptura brusca; presença de facetas de clivagem e fratura transgranular ou intergranular e surgimento de ramificações de trincas. [48]

A Figura 45 apresenta a imagem obtida por Estereoscópio com face sem estricção e presença de trincas no sentido longitudinal. A Figura 38 apresenta imagem obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura e apresenta facetas de “quase-clivagem”, ou seja, quando a fratura formada ocorre em uma escala muito pequena, em planos de clivagem que não são bem definidos. É comum ver o tipo de fratura denominado “quase-clivagem” em aços temperados e revenidos, por possuir martensita e partículas de carbetos com tamanho e distribuição que podem levar a uma insuficiente definição de planos de clivagem nos grãos austeníticos, observa-se então pequenas facetas não bem definidas. Apesar do material ser frágil, a micrografia pode apresentar aparência mais de uma fratura dúctil do que clivagem normal. [48]. O ensaio em meio corrosivo, gera uma certa dificuldade na análise de falhas, pois o processo de corrosão pode ocorrer na superfície de fratura.

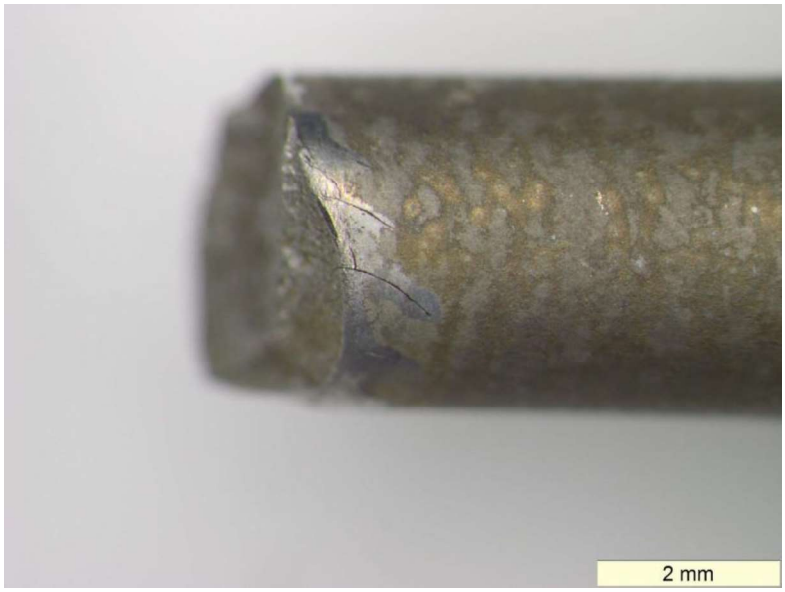


Figura 45 – Imagem obtida em Estereoscópio após ensaio BTD, com característica frágil. CP: T820DR_H_2S.

A partir das Equações 3, 4, 5 e 6 do Item 2.6, os resultados obtidos para redução de área e deformação plástica estão simplificados na Tabela 13, com todos os parâmetros descritos na tabela para a resolução das Equações. Observa-se que para as condições de somente temperado a 820°C (T820) e Temperado e Revenido a 400°C

(TR400), o comportamento do material foi completamente frágil em ensaio com solução de H_2S, não sendo aplicado o cálculo de deformação plástica.

A avaliação da Tabela 13 é baseada na desejável maximização dos valores de Redução de área e Deformação plástica, quanto mais próximo de 100%, melhor é a ductilidade do material. Os valores mais baixos normalmente indicam o aumento à susceptibilidade à corrosão sob tensão e fragilização. Assim, os melhores resultados obtidos foram para as condições de tratamento térmico aplicado no material de Temperado e Revenido a 600°C e Duplo Revenido.

Tabela 13 - Resultados de Redução Elástica e Deformação Plástica.

			DUPLO REVENIDO		T820		TR600		TR400	
			H2S	AR	H2S	AR	H2S	AR	H2S	AR
Diam. Incial	D_i	mm	3,83	3,78	3,74	3,73	3,70	3,70	3,77	3,76
Diam. Final	D_f_1	mm	3,64	1,60	3,74	2,12	3,51	1,60	3,77	1,89
Diam. Final	D_f_2	mm	3,67	1,63	3,70	2,18	3,40	1,69	3,68	1,80
Redução de Área (H2S)	RA_E	(%)	8,86		0,96		12,93		2,52	
Redução de Área (Ar)	RA_A	(%)	81,78		66,89		80,23		76,01	
Razão de Redução de Área	RAR	(%)	10,83		1,44		16,11		3,31	
Valor do deslocamento na falha.	E_f	mm	0,48	5,39	0,29	2,69	1,10	5,02	0,26	3,12
Valor do deslocamento no limite de proporc.	E_{pl}	mm	0,27	0,27	-	0,45	0,29	0,29	-	0,38
Comprimento inicial do CP	L_i	mm	25,71	25,55	25,13	25,57	25,32	25,10	25,49	25,27
Tensão na falha	σ_f	MPa	259	364	673	632	334	355	692	423
Tensão no limite de Proporcionalidade	σ_{pl}	MPa	572	570	-	970	646	611	-	873
Deformação plástica (H2S)	E_{PE}	%	1,39		0		3,75		0	
Deformação plástica (Ar)	E_{PA}	%	20,41		9,37		19,35		11,61	
Razão de Deformação Plástica	E_PR	%	6,82		0		19,40		0	

A Figura 46 apresenta os resultados das curvas Tensão x Deformação obtidos após os ensaios realizados ao ar e observa-se neste gráfico a influência do tratamento térmico na ductilidade do material. O material que sofreu apenas têmpera a 820°C, sem revenimento, apresentou característica da curva com elevada resistência e pouca deformação. Característica parecida pode ser observada no material que sofreu revenimento a 400°C, que apesar de ter sofrido o revenimento, o mesmo ocorreu na faixa de temperatura característica da fragilização do revenido, o que induz a esperar propriedades mecânicas inferiores. Já para as condições de revenimento a 600°C e duplo revenido, observa-se menor valor do limite de resistência, porém, maior deformação e ductilidade. A influência da temperatura e tempo do revenimento na

amostra 9% Ni representa que a maior ductilidade da amostra depende da ocorrência de difusão e mudanças de fases durante o tratamento térmico de revenimento.

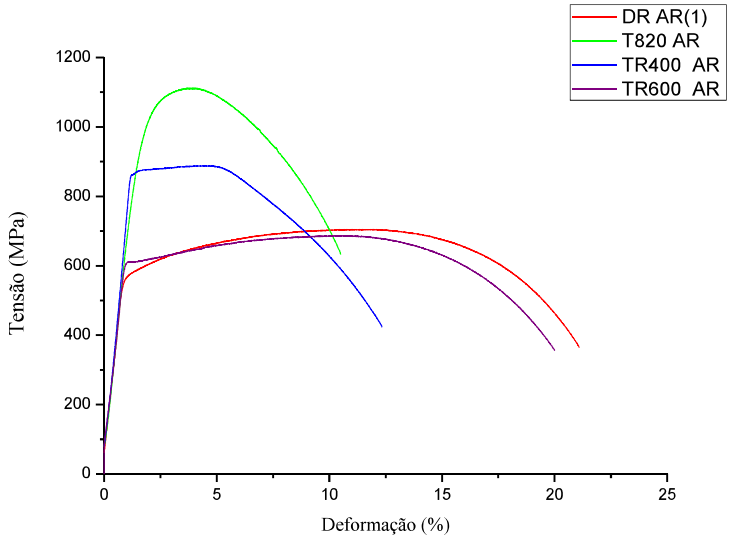


Figura 46 – Curva Tensão x Deformação do aço 9% Ni ao ar, após ensaio BTD.

Já para a Figura 47, que representa o ensaio realizado em H_2S, todas as amostras apresentaram baixa deformação (<5%) e comportamento frágil, ainda assim, as que apresentaram uma pequena deformação foram as amostras que sofreram tratamento térmico de duplo revenido e revenido a 600°C, comportamento que acompanha o resultado obtido durante o ensaio ao ar.

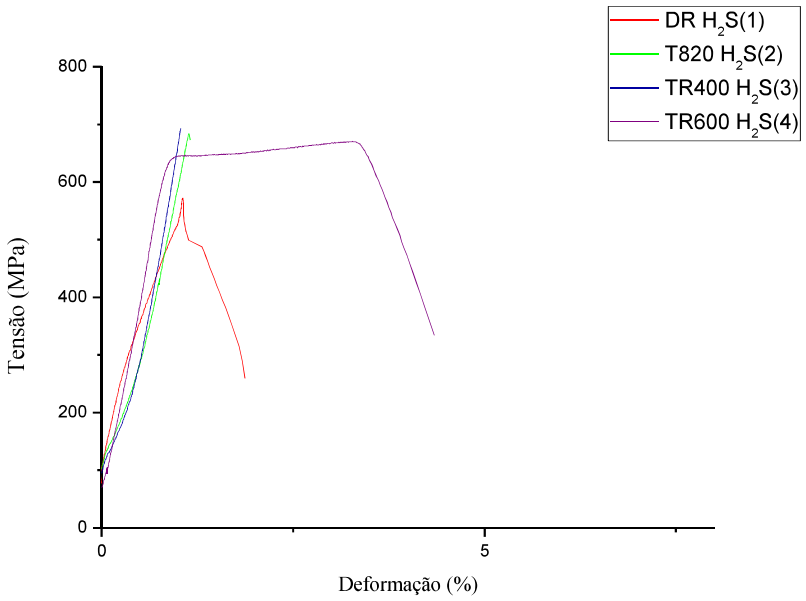


Figura 47 – Curva Tensão x Deformação do aço 9% Ni em H_2S, após ensaio BTD.

3.5 Dureza

O Ensaio de Dureza foi realizado nos Grupos I e II citados no item 2.4 deste trabalho. A Tabela 14 apresenta os valores médios de cada CP da dureza Vickers (HV) medidos nos materiais do Grupo I (ver item 2.4), que sofreram tratamentos térmicos de têmpera e/ou têmpera e revenido e para o Grupo II (ver item 2.4), que sofreram simulação de ciclo térmico na máquina Gleeble, além de tratamento térmico posterior à simulação.

Tabela 14 - Resultado ensaio de dureza HV10

Grupo I (HV10)		Grupo II (HV10)	
T820	364,1	G850-STTPS	290,2
T1000	300,1	G1350-STTPS	338,7
T1150	307,9	G1350 – R400	291
T820-R400	305,9	G850-R600	240,3
T1000-R400	292,2	G1350-R600	251
T1150-R400	285,3	G1350-R600F	242
T820-R600	234,3	G1350-R670/R600	228,4
T1000-R600	225,9	-	
T1150-R600	243,6	-	-

A Figura 48 apresenta o gráfico comparativo dos valores encontrados de dureza para cada condição de tratamento térmico. Observa-se a forte influência da temperatura de têmpera, e consequentemente, tamanho de grão no resultado de dureza. Os tamanhos de grãos maiores, associados às maiores temperaturas de têmpera apresentam menor valor de dureza e após o revenimento, os valores de dureza são muito próximos. Para a condição de revenido a 600°C, encontra-se valores inferiores ao adotado pela boa prática de engenharia correspondente a 250HV.

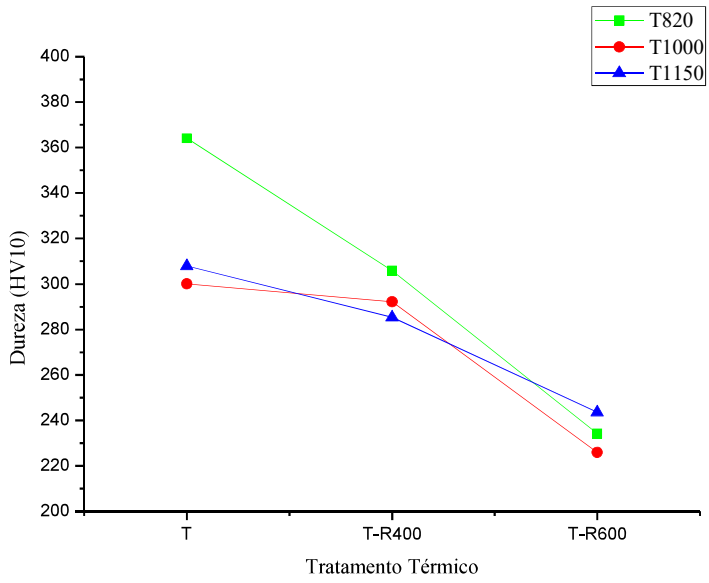


Figura 48 - Gráfico com resultado de dureza para os CPs que sofreram tratamento térmico.

Para o Grupo II, sendo esses os CPs que sofreram ciclo térmico simulado pela máquina Gleeble, o comportamento de queda dureza para as condições de tratamento térmico com revenido também ocorreu conforme o esperado e pode ser visto na Figura 49. Observa-se que a menor dureza ocorreu na condição tratamento térmico de Duplo Revenido. O grupo de amostras para a condição de temperatura correspondente a zona de grão fino, por falta de material, é menor e portando só pode ser avaliado em duas condições, sem tratamento térmico e revenido a 600°C. Porém, observa-se também a tendência de queda de dureza para as condições de revenimento e o valor de dureza muito próximo na região de grão grosseiro (temperatura do ciclo térmico de 1350°C) e na região de grão fino (temperatura do ciclo térmico de 850°C) quando faz-se o tratamento térmico de revenido a 600°C e resfriamento ao forno.

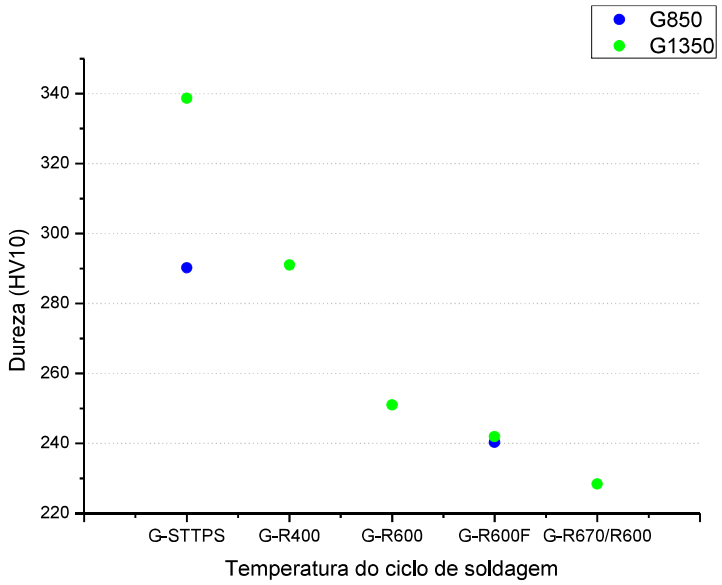


Figura 49 - Gráfico com resultado de dureza para os CPs que sofreram ciclo térmico simulado na Gleeble.

3.6 Ensaios Charpy

Para avaliar os resultados do ensaio Charpy, gráficos foram gerados com as informações de energia de impacto associada ao ensaio e o tratamento térmico de cada amostra. A Figura 50 apresenta o gráfico referente ao Grupo I e a Figura 51 referente ao Grupo II (ver item 2.4).Observa-se a melhor propriedade mecânica alcançada quando o material é revenido a 600°C e a têmpera associada com menor temperatura, e consequentemente menor tamanho de grão. Para o revenimento realizado à 400°C, observa-se uma significativa queda na energia de impacto, para as três temperaturas de temperada realizadas no material. Tal fenômeno é associado a temperatura de fragilização ao revenido e perda das propriedades mecânicas do material.

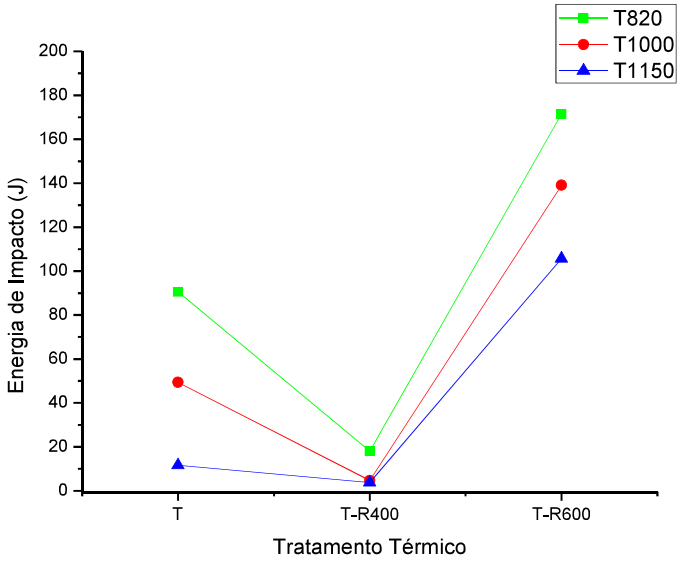


Figura 50 - Relação entre Energia de Impacto (J) e diferentes tratamentos térmicos, para o Grupo I.

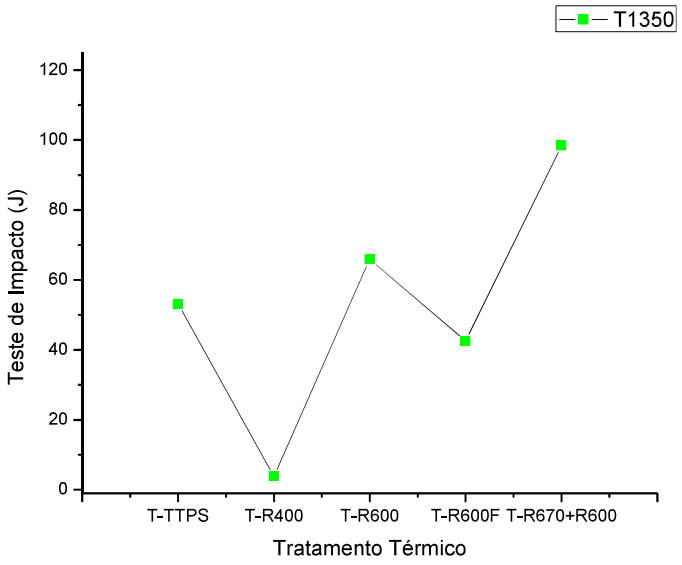


Figura 51 - Relação entre Energia de Impacto (J) e diferentes tratamentos térmicos, para o Grupo II.

3.7 Polarização Magnética por magnetômetro de amostra vibrante (MAV)

Os ensaios magnéticos foram realizados para obtenção da estimativa de volume de austenita retida em cada condição de tratamento térmico. Esse ensaio foi realizado para três grupos de amostras analisadas nesse trabalho, são eles Grupo I (ver item 2.4),

Grupo II (ver item 2.4) e amostras que passaram pelo ensaio de BTD (ver item 2.6).

Para o Grupo I, que corresponde às amostras que sofreram tratamentos térmicos, o maior valor de saturação encontrado foi para a condição T1150R400, ou seja, nesta condição a amostra possui a menor porcentagem de austenita. A partir desta avaliação o valor para a saturação intrínseca (m_{si}) é de 211,067emu/g, conforme pode ser visto na Figura 52 que apresenta o gráfico gerado para essa condição e o valor citado é correspondente ao valor que a reta cruza o eixo Y. Esse mesmo gráfico foi gerado para todas amostras do grupo e os valores encontrados estão resumidos na Tabela 15. O valor de m_s corresponde ao valor encontrado em cada gráfico no qual a reta correspondente a equação oriunda do ajuste linear entre os pontos de 90% a 100% que cruza o eixo H=0, conforme explicado no item 2.9.

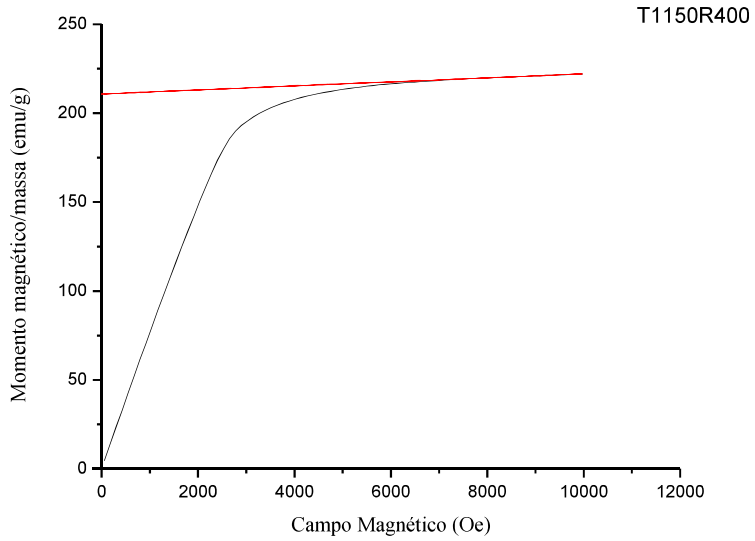


Figura 52 – Gráfico corresponde ao ensaio de polarização magnética correspondente a amostra que sofreu têmpera à 1150°C e revenido a 400°C.

Tabela 15 - Resultado de saturação magnética para cada amostra do Grupo I.

Saturação Magnética		
Amostra	m_{si}	m_s
T820	211,067	203,353
T820R400	211,067	200,469
T820R600	211,067	191,530
T1000	211,067	186,510
T1000R400	211,067	197,497
T1000R600	211,067	189,469
T1150	211,067	200,078
T1150R400	211,067	211,067
T1150R600	211,067	201,398

A partir dos resultados apresentados na Tabela 15 e Equação 8 apresentada no Item 2.9, a Tabela 16 apresenta a porcentagem de austenita em cada condição de tratamento térmico do Grupo I.

Tabela 16 - Porcentagem de Austenita Retida para cada condição de Tratamento Térmico do Grupo I.

Porcentagem de Austenita Retida (fγ)			
	T820	**T1000**	**T1150**
T	4%	12%	5%
R400	5%	6%	0%
R600	9%	10%	5%

Observa-se que a amostra somente temperada à 1000°C e temperada à 1000°C e revenida à 600°C apresentou maior porcentagem de austenita, com porcentagem de 12% e 10% respectivamente. Pelo fato do revenido a 600°C ser de temperatura superior à temperatura encontrada para Ac1 = 597,6°C (ver Item 3), essa austenita pode ser interpretada como Austenita Reversa (obtida através do revenimento com temperaturas superiores à Ac1 , que representa a temperatura de início de formação da austenita) ou austenita reversa e mais austenita retida (proveniente da têmpera, em que parte da austenita não é transformada em martensita durante o resfriamento).

A amostra que apresentou menor valor de saturação magnética e consequentemente maior porcentagem de austenita retida foi a amostra somente temperada à 1000°C, porém, avaliando as amostras para cada temperatura de têmpera, as condições de revenido a 600°C apresentaram porcentagem de austenita

retida/reversa considerável.

A Figura 53 apresenta o Momento Magnético (emu/g) versus a Temperatura de Têmpera (°C) em função da temperatura de revenido (°C) para melhor visualização dos resultados apresentados na Tabela 15.

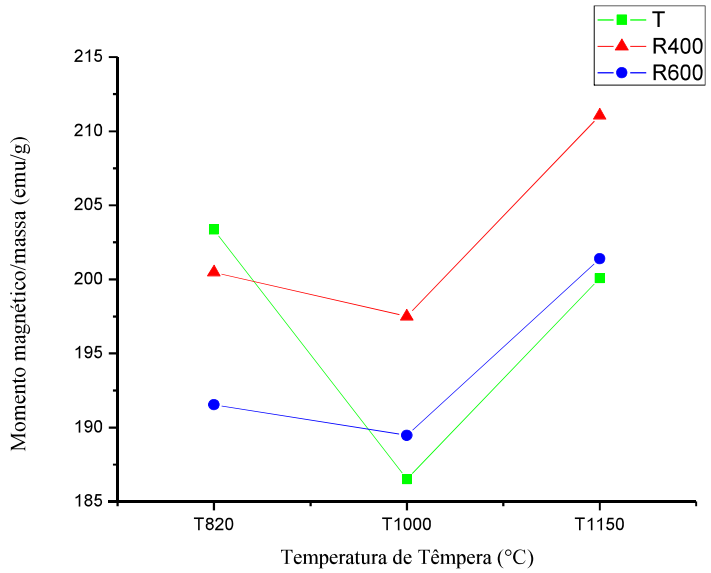


Figura 53 – Momento Magnético/massa (emu/g) X Temperatura de Têmpera em função da temperatura de revenimento para o Grupo I.

Para o Grupo II, das amostras que sofreram simulação na máquina Gleeble, o maior valor de saturação encontrado foi para a condição G1350 – R400, ou seja, nesta condição a amostra possui a menor porcentagem de austenita retida. A partir desta avaliação o valor para a saturação intrínseca (m_{si}) é de 204,393emu/g, conforme pode ser visto na Figura 54 que apresenta o gráfico gerado para essa condição e o valor citado é correspondente ao valor que a reta cruza o eixo Y. Esse mesmo gráfico foi gerado para todas amostras do grupo e os valores encontrados estão resumidos na Tabela 17.

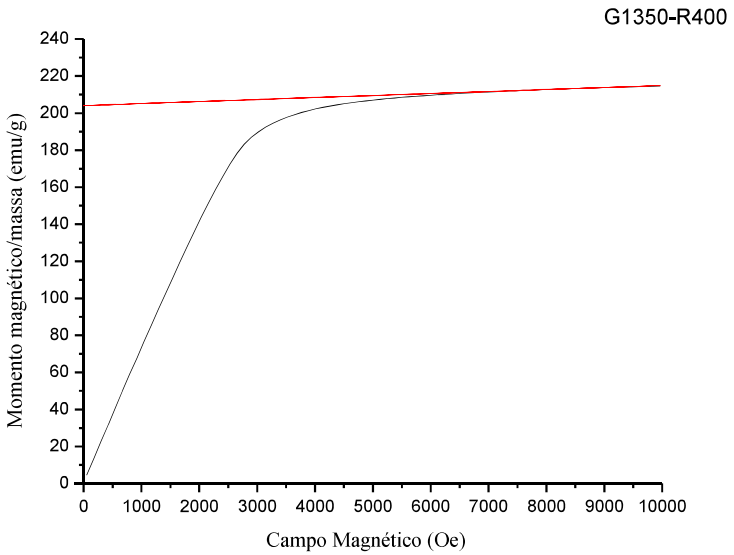


Figura 54 – Gráfico corresponde ao ensaio de polarização magnética correspondente a amostra que sofreu simulação na máquina Gleeble com ciclo térmico à 1350°C e posteriormente revenida à 400°C.

Tabela 17 - Resultado de saturação magnética para cada amostra do Grupo II.

Saturação Magnética		
Amostra	$m_{si}\ (\frac{\text{emu}}{\text{g}})$	$m_s(\frac{\text{emu}}{\text{g}})$
G1350-STTPS	204,393	180,353
G1350–R400	204,393	204,393
G1350-R600	204,393	186,134
G1350-R600F	204,393	163,102
G1350-R670/R600	204,393	167,264
G850-STTPS	204,393	184,073
G850- R600	204,393	185,754

A partir dos resultados apresentados na Tabela 17 e Equação 7 apresentada no Item 2.9 apresentada no Item 2.9, a Tabela 18 apresenta a porcentagem de austenita presente em cada condição de tratamento térmico do Grupo II.

Tabela 18 - Porcentagem de Austenita Retida para cada condição de Tratamento Térmico do Grupo II.

Porcentagem de Austenita Retida (fγ)		
	G850	**G1350**
SSTPS	10%	12%
R400	-	0%
R600	9%	9%
R600F	-	20%
R670/R600	-	18%

Observa-se que para a o ciclo térmico realizado a 1350°C e posteriormente revenido a 600°C (R600F) e para a amostra que posteriormente foi realizado o tratamento térmico de duplo revenido (R670/R600), obtém-se maior porcentagem de austenita retida / reversa. Para as amostras que sofreram simulação térmica à 850°C, não é possível chegar a um resultado comparativo devido à limitação de número de amostras. Porém, observa-se que para o ciclo térmico a 850°C e a 1350°C para a condição sem tratamento térmico pós simulação e revenido a 600°C, a porcentagem de austenita é muito próxima, independentemente do tamanho de grão formado.

A Figura 55 apresenta o Momento Magnético (emu/g) versus a Temperatura de Revenido (°C) em função da temperatura do ciclo térmico realizado na Gleeble para melhor visualização dos resultados apresentados na Tabela 17.

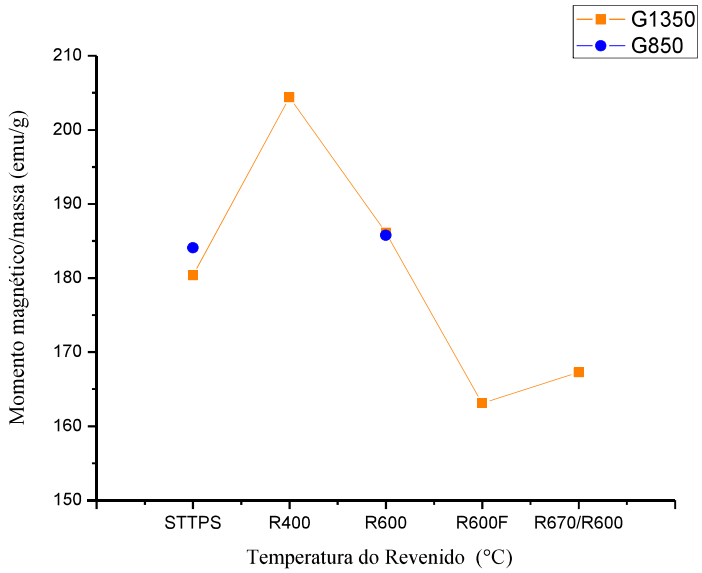


Figura 55 – Momento Magnético/massa (emu/g) X Temperatura de Revenido em função da

temperatura do ciclo térmico do Grupo II.

Para o grupo de amostras que sofreram ensaio de BTD, o corpo de prova após ensaio foi cortado em suas seções para realização do ensaio de magnetização (VSM), conforme pode ser visto na Figura 56. O maior valor de saturação encontrado foi para a condição T820_H_2S, Região 02. A partir desta avaliação o valor para a saturação intrínseca (m_{si}) é de 217,850emu/g. Os valores encontrados estão resumidos na Tabela 19.

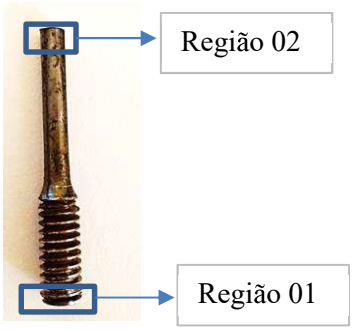


Figura 56 – Regiões que foram cortadas do Corpo de Prova após ensaio em BTD.

Tabela 19 - Resultado de saturação magnética para cada amostra do Grupo II.

Saturação Magnética							
REGIÃO 01	Amostra	$m_{si}(\frac{emu}{g})$	$m_s(\frac{emu}{g})$	REGIÃO 02	Amostra	$m_{si}(\frac{emu}{g})$	$m_s(\frac{emu}{g})$
	T820_AR	217,850	212,885		T820_AR	217,850	215,615
	T820DR_AR	217,850	199,950		T820DR_AR	217,850	178,085
	T820R400_AR	217,850	212,950		T820R400_AR	217,850	217,240
	T820R600_AR	217,850	212,790		T820R600_AR	217,850	196,730
	T820_H_2S	217,850	213,070		T820_H_2S	217,850	217,850
	T820DR_H_2S	217,850	202,931		T820DR_H_2S	217,850	181,690
	T820R400_H_2S	217,850	209,609		T820R400_H_2S	217,850	217,580
	T820R600_H_2S	217,850	196,390		T820R600_H_2S	217,850	205,244

A partir dos resultados apresentados na Tabela 19 e Equação 7 apresentada no Item 2.9, a Tabela 20 apresenta a porcentagem de austenita em cada condição de tratamento térmico do Grupo II.

Tabela 20 - Porcentagem de Austenita Retida para cada seção cortada do CP que sofreu ensaio de tração (BTD).

		T820	T820R400	T820R600	T820DR
Região 01	AR	1%	0%	10%	18%
	H_2S	0%	0%	6%	17%
Região 02	AR	2%	2%	2%	8%
	H_2S	2%	4%	10%	7%

Observa-se que para a condição de tratamento térmico de duplo revenido, obtém-se maior porcentagem de austenita retida/reversa, principalmente na região 01, região que não sofreu deformação após ensaio.

Associando os resultados do ensaio BTD com a porcentagem de austenita, as amostras que tiveram tratamento térmico de duplo revenido (T820DR) e revenido a 600°C (T820R600) obtiveram melhores resultados de deformação plástica e redução de área. Entre as duas condições, a amostra T820DR teve resultado inferior em comparação com a que foi revenida a 600°C. Em paralelo, a amostra T820DR apresentou porcentagem de austenita muito superior (17%). Esse resultado reflete o fato de o CP nesta condição ter sido bastante fragilizado pelo hidrogênio, sofrendo pouca deformação plástica até a ruptura. Estudo realizado por Y.H.KIM [49] em aço 5.5%Ni apresentou a influência do precipitado de austenita na amostra em fragilização por hidrogênio e aponta que a austenita transformada (reversa) também pode atuar como uma fonte de absorção hidrogênio que contribui para a fragilização dos limites das ripas de martensita.

3.8 Caracterização Microestrututal do Aço 9% Ni

Primeiramente, observa-se na condição somente temperada à 820°C (T820) na Figura 57 uma microestrutura de martensita sem apresentar a característica de ripas de martensita revenida, já que o tratamento térmico realizado foi apenas têmpera. Observa-se também pequenas precipitações mais claras. A bainita pode ser identificada em microscopia óptica como uma fase mais clara com presença de precipitados dispersos mais escuros e em microscopia eletrônica de varredura com morfologia muito similar à ferrita, ou seja, contraste cinza escuro e baixo relevo na amostra, porém com a presença de precipitados (comumente alinhados).

Na Figura 57 pode ser identificada presença de bainita, conforme circulado em amarelo, essa imagem foi obtida por microscopia eletrônica de varredura e modo de detector de elétrons secundários, no qual permite obtenção de imagens com diferenciação de relevo e contraste na topografia.

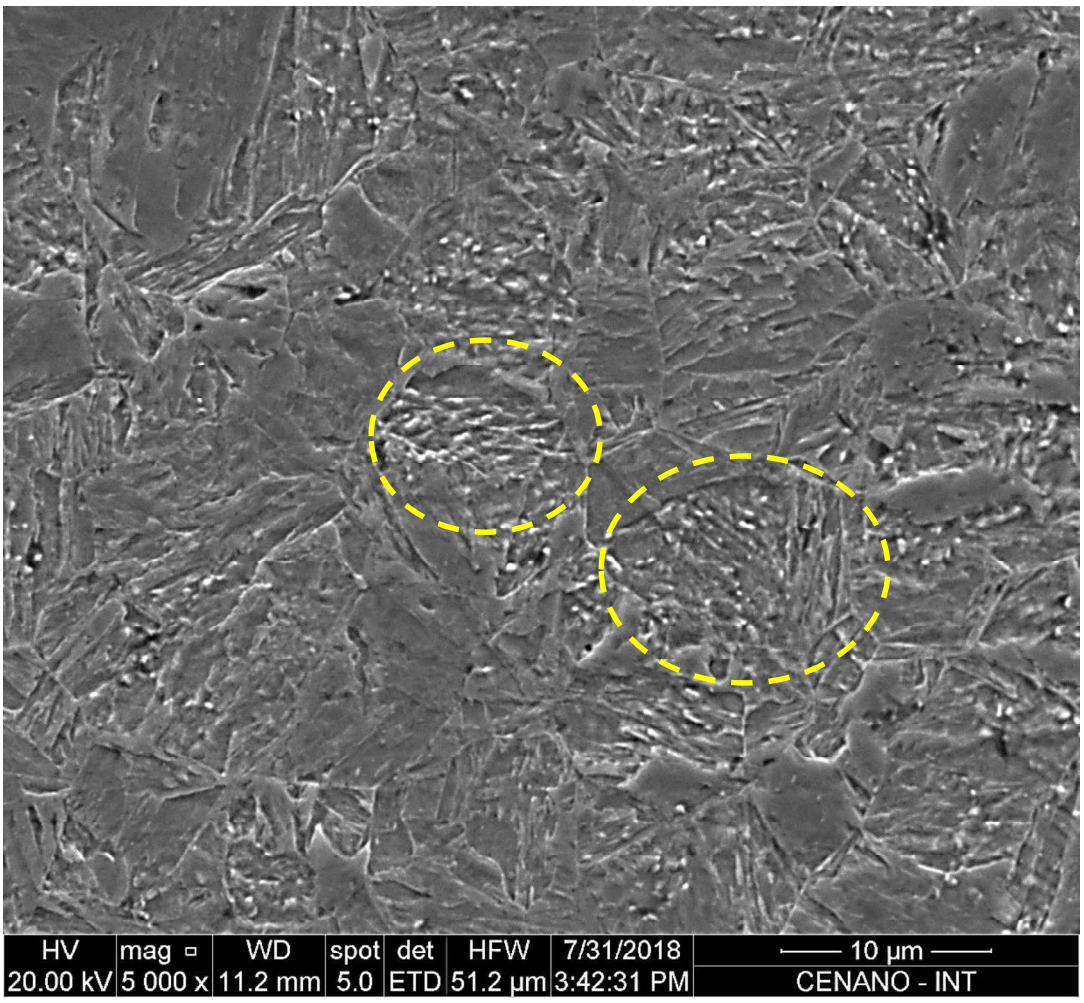


Figura 57 - Microestrutura obtida em MEV, ataque Nital 2%, amosta T820 do Grupo I.

A Figura 58 também foi obtida em microscopia eletrônica de varredura, após ataque com Ácido Pícrico + Cromato de Potássio (ver item 2.10), e nesta imagem é possível observar o contorno de grão da austenita prévia após ataque químico e o interior com ripas de martensita.

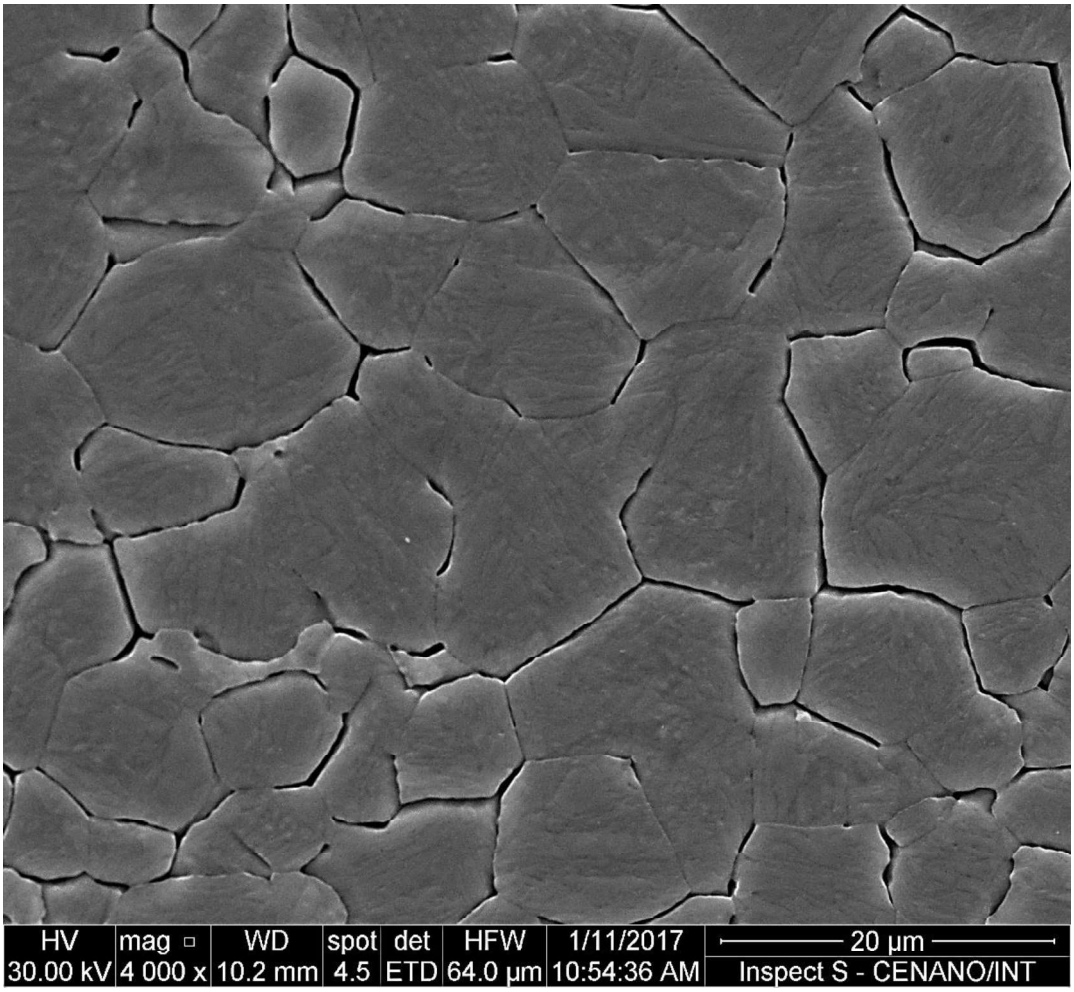
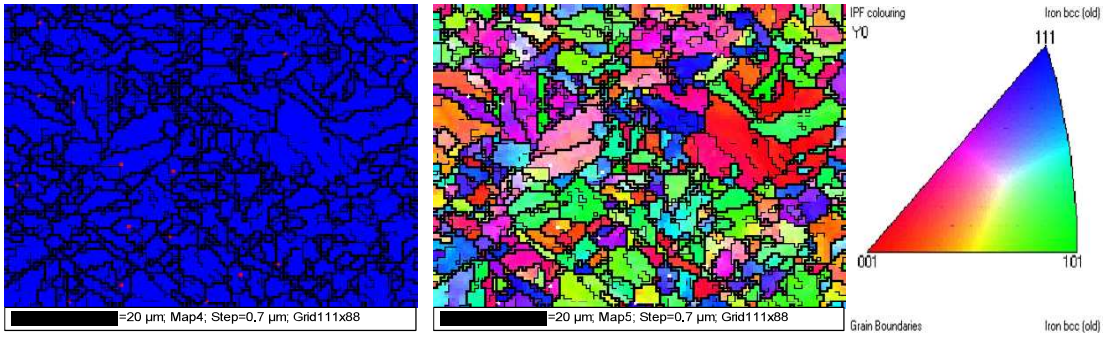


Figura 58 - Microestrutura obtida em MEV, ataque com ácido pícrico e cromato de potássio, amostra T820 do Grupo I.

Para complementar o resultado da análise realizada para essa amostra, foi realizado EBSD, que mesmo em amostra não atacada apresenta orientação cristalográfica e identificação de fases (pré-determinadas), através de técnica de difração de elétrons retroespalhados. A Figura 59 (a – c) mostra os mapas obtidos por essa técnica. O mapa da Figura 59 (a) é o mapa de distribuição de fases, a cor azul é representada pela fase martensita e a cor vermelha pela fase austenita. O resultado deste mapa apresentou 99,8% de martensita e 0,2% de austenita. A Figura 59 (b) e (c) mostra o mapa de orientação cristalográfica e a legenda de cores correspondentes. Pelo tamanho da escala e a prévia determinação do tamanho de grão de austenita prévia (17 µm), é possível determinar que o EBSD identificou contorno das ripas de martenista e não da austenita prévia.



(a) **(b)** **(c)**

Figura 59 - Microestrutura obtida por técnica de EBSD, em MEV. (a) Mapa de distribuição de fases: Martensita: Azul; Austenita: Vermelho. (b) Mapa de orientação cristalográfica (c) Legenda da orientação cristalográfica. Amostra: T820

Para a condição somente temperada à 820°C e Revenida à 400°C (T820-R400) do Grupo I, é possível observar na Figura 60, que apresenta a amostra atacada com Nital, quantidade considerável de fase branca e algumas em formato alongado ou aglomerado, conforme sinalizado pela seta amarela na Figura 60.

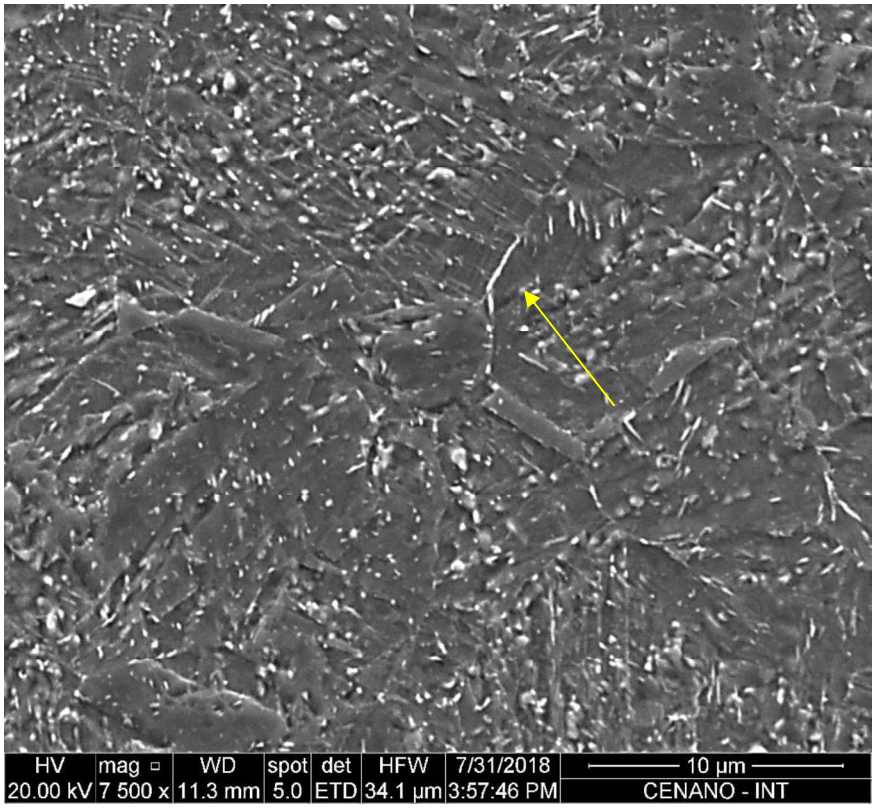


Figura 60 - Microestrutura obtida em MEV, ataque Nital 2%, amosta T820-R400 do Grupo I.

A parte clara observada em maior quantidade pode ser austenita retida ou pelo fato de estar na condição de fragilização ao revenido, carbeto precipitado, o que justifica

a fragilização do material quando revenido nessa temperatura. Observa-se também maior dificuldade em identificar presença de bainita na microestrutura, surgindo a hipótese de segregação de cementita nos contornos de grão e assim, fragilização do material.

O resultado de EBSD para essa amostra, apresentou mapa de orientação bem similar à condição T820 (somente temperado), e o mapa de distribuição de fases apresentou resultado de 99,7% de martensita e 0,3% de austenita, paralelamente, para essa amostra foi calculado 5% de austenita retida através da técnica de polarização magnética (ver item 3.7). Os valores encontrados podem ser relacionados, já que as técnicas são diferentes e se comparado a condição T820, o resultado é esperado.

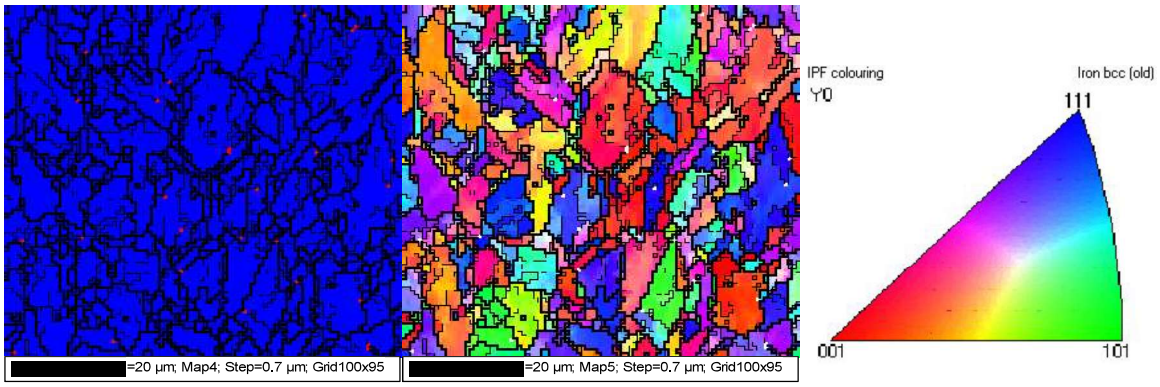


Figura 61 - Microestrutura obtida por técnica de EBSD, em MEV. (a) Mapa de distribuição de fases: Martensita: Azul; Austenita: Vermelho. (b) Mapa de orientação cristalográfica (c) Legenda da orientação cristalográfica. Amostra: T820-R400

Para a condição T820-R600 e ataque Nital 2%, observa-se uma característica bem marcante de precipitação de uma fase branca e alongada entre as ripas de martensita. Aliado ao resultado de 8% de austenita retira/reversa encontrado no Item 3.7, a Figura 62 apresenta a micrografia de uma amostra temperada e revenida à 600°C e com característica marcante de precipitação de uma fase clara que pode ser associada à característica da Austenita Reversa/Retida em matriz de martensita revenida.

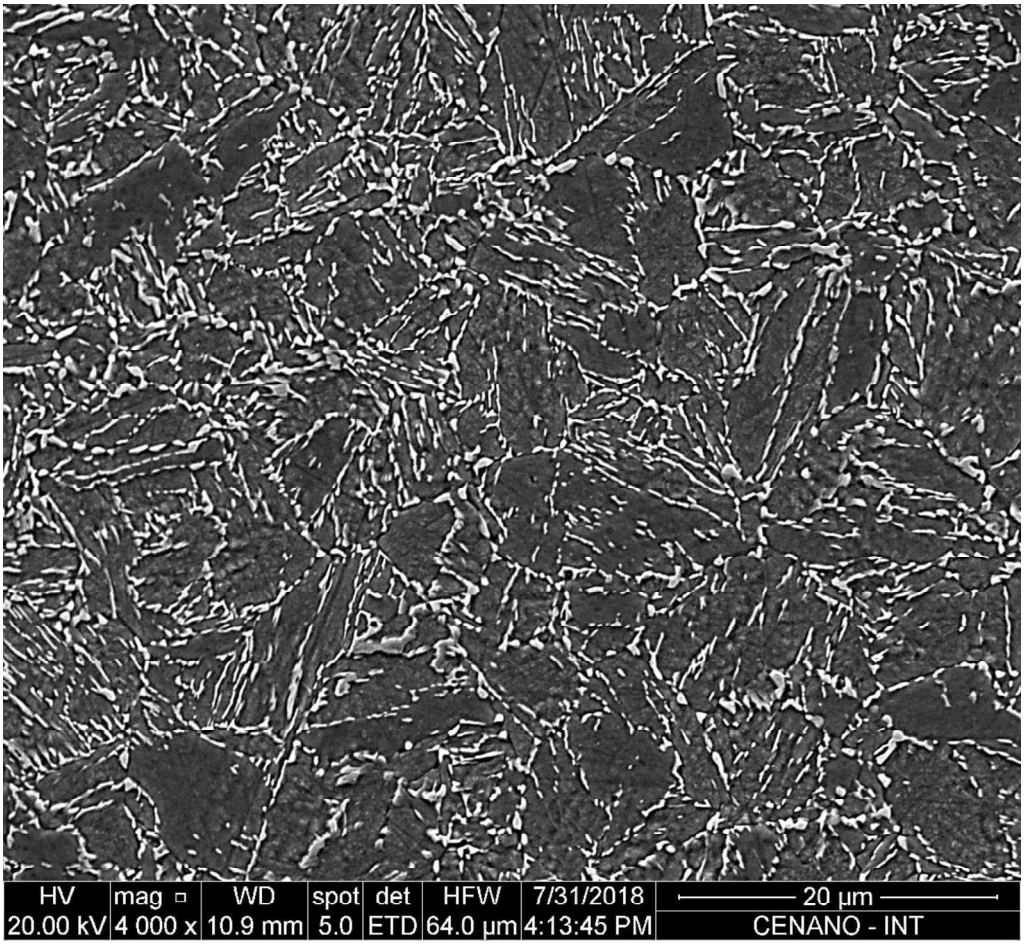


Figura 62 - Microestrutura obtida em MEV, ataque Nital 2%, amosta T820-R600 do Grupo I.

A análise realizada em EBSD revelou maior porcentagem da fase austenita (1,64%), coerente com o resultado encontrado pela técnica de polarização, que obteve 9% de austenita reversa, ou seja, o resultado com maior porcentagem entre os tipos de tratamento térmico realizados (T820, T820-R400 e T820-R600). O mapa da Figura 63 (a) mostra maior concentração da cor vermelha, sendo esta a fase austenita. O mapa Figura 63 (b) apresenta a orientação cristalográfica muito semelhante às encontradas nas condições T820 e T820-R400 (Figura 59 e Figura 61, respectivamente) visto que, a orientação é determinada pela temperatura de têmpera e o que impacta na presença de fases fragilizantes ou que aumentam a tenacidade, é a temperatura de revenido.

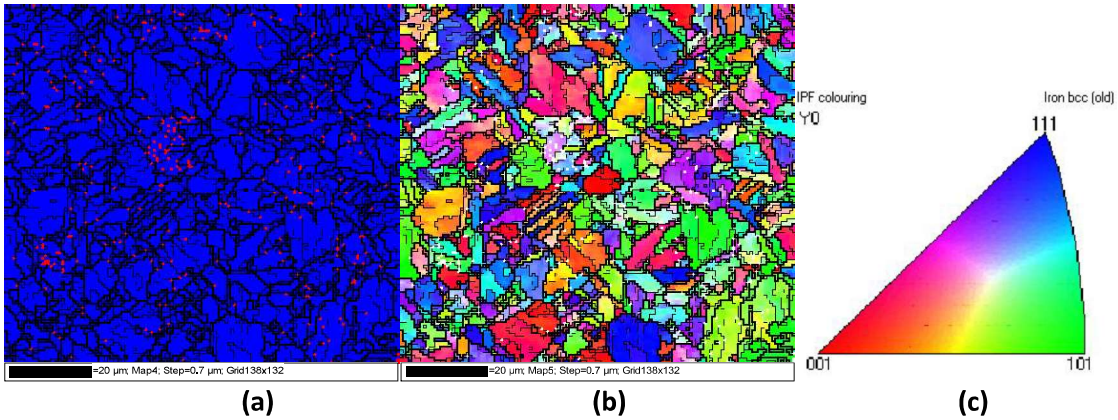


Figura 63 - Microestrutura obtida por técnica de EBSD, em MEV. (a) Mapa de distribuição de fases: Martensita: Azul; Austenita: Vermelho. (b) Mapa de orientação cristalográfica (c) Legenda da orientação cristalográfica. Amostra: T820-R600.

Após ataque com Ácido Pícrico + Cromato de Potássio, as amostras T820, T820R400 e T820R600 foram analisadas em EBSD em FEG (microscópio eletrônico de varredura com fonte de emissão FEG, proporcionando maiores resoluções), para quantificar a porcentagem de cementita presente na amostra. A Figura 64 apresenta os mapas para as 3 condições T820, T820R400 e T820R600 com porcentagem de cementita encontrada de 1,86%, 2,39% e 1,21% respectivamente. Observa-se maior porcentagem de cementita para a condição T820R400, esperado por ser a condição de fragilização ao revenido.

É bom salientar que nessa técnica, o usuário determina as fases antes de realizar a análise, portanto, o detector busca dentro do mapeamento as características mais semelhantes à cristalografia das fases e identifica as mesmas no mapa. Ou seja, pode ocorrer de selecionar uma fase que tenha características próximas e o mapa irá indicar essa fase, mesmo que não seja necessariamente ela, sendo necessário conhecimento prévio das fases. Portanto, o interessante na técnica EBSD é fazer uma análise comparativa e ter conhecimento prévio das fases presentes na amostra.

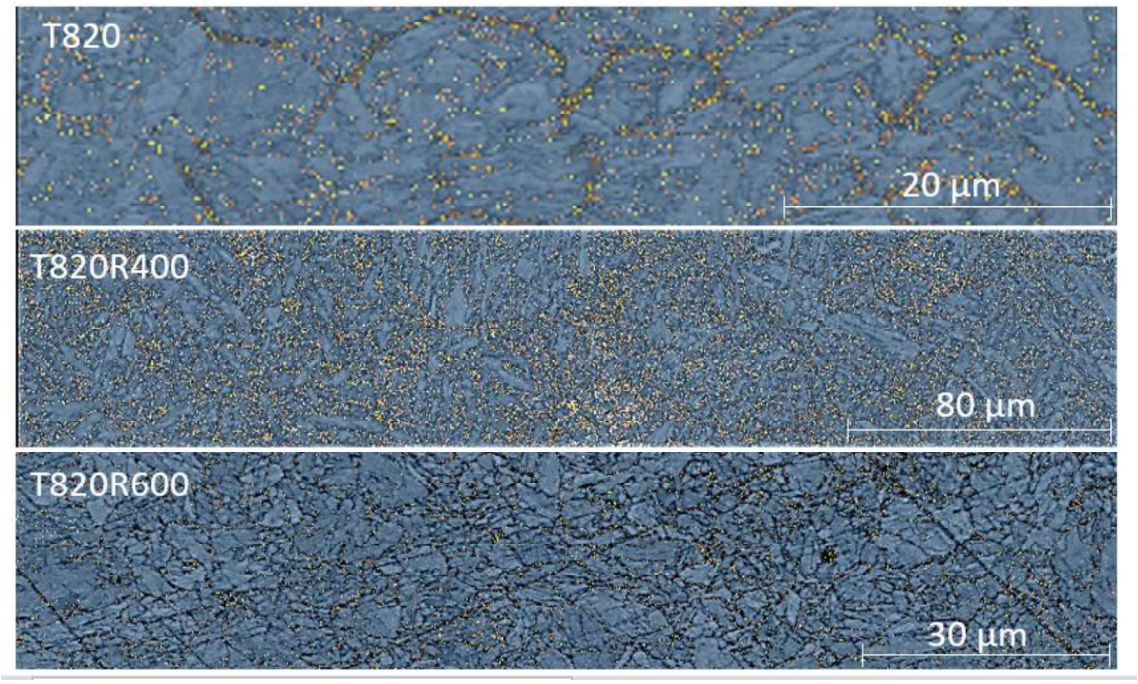


Figura 64 - Microestrutura obtida por técnica de EBSD, em FEG. Mapa de distribuição de fases: Martensita: Azul; Austenita:Laranja; Cementita: Amarelo.

Em busca do resultado de presença de cementita no contorno de grão, foi realizada análise por detector de WDS no FEG, a amostra de condição T1000-R400 foi preparada com os dois ataques, Nital 2% e Ácido Pícrico + Cromato de Potássio. A Figura 65 mostra a região ampliada em 20000x e na segregação clara presente no contorno de grão (seta verde) , foi realizado o WDS, assim como na matriz sem precipitação branca (círculo amarelo) para uma análise comparativa da porcentagem de carbono.

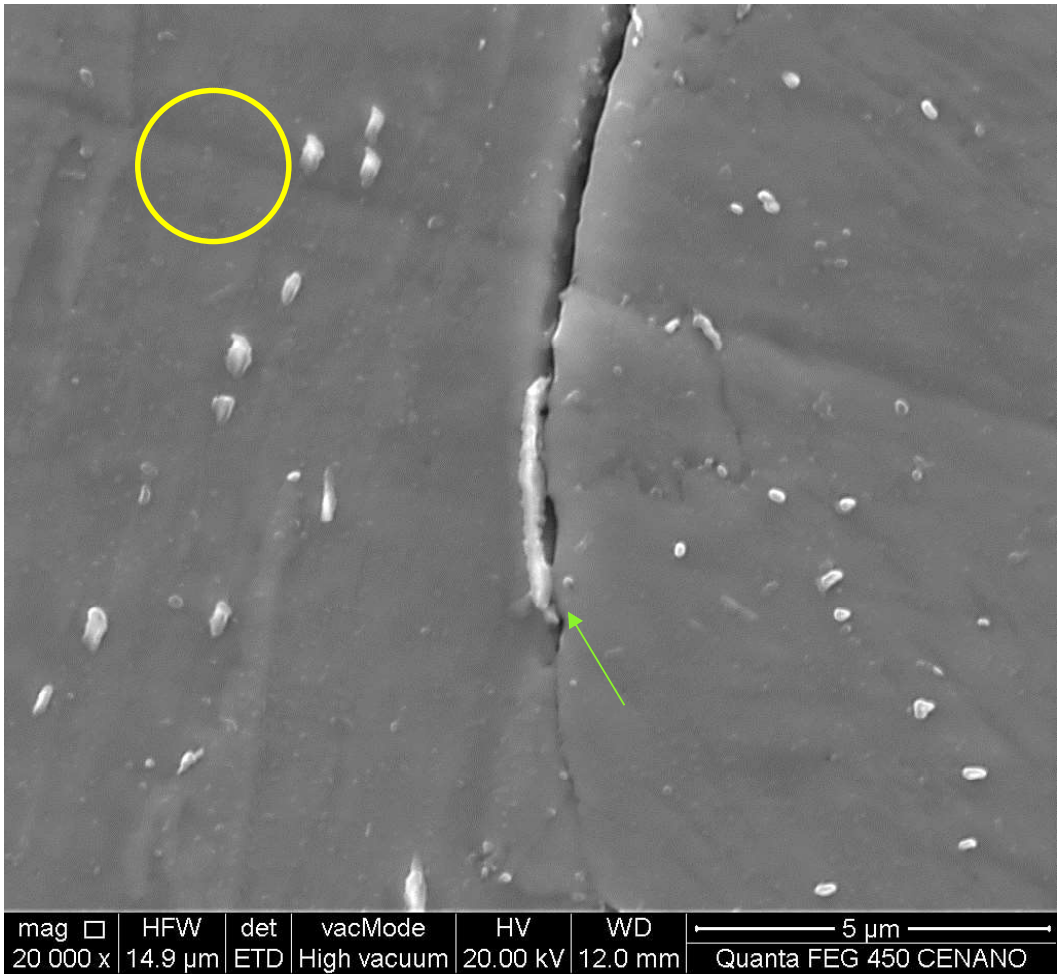
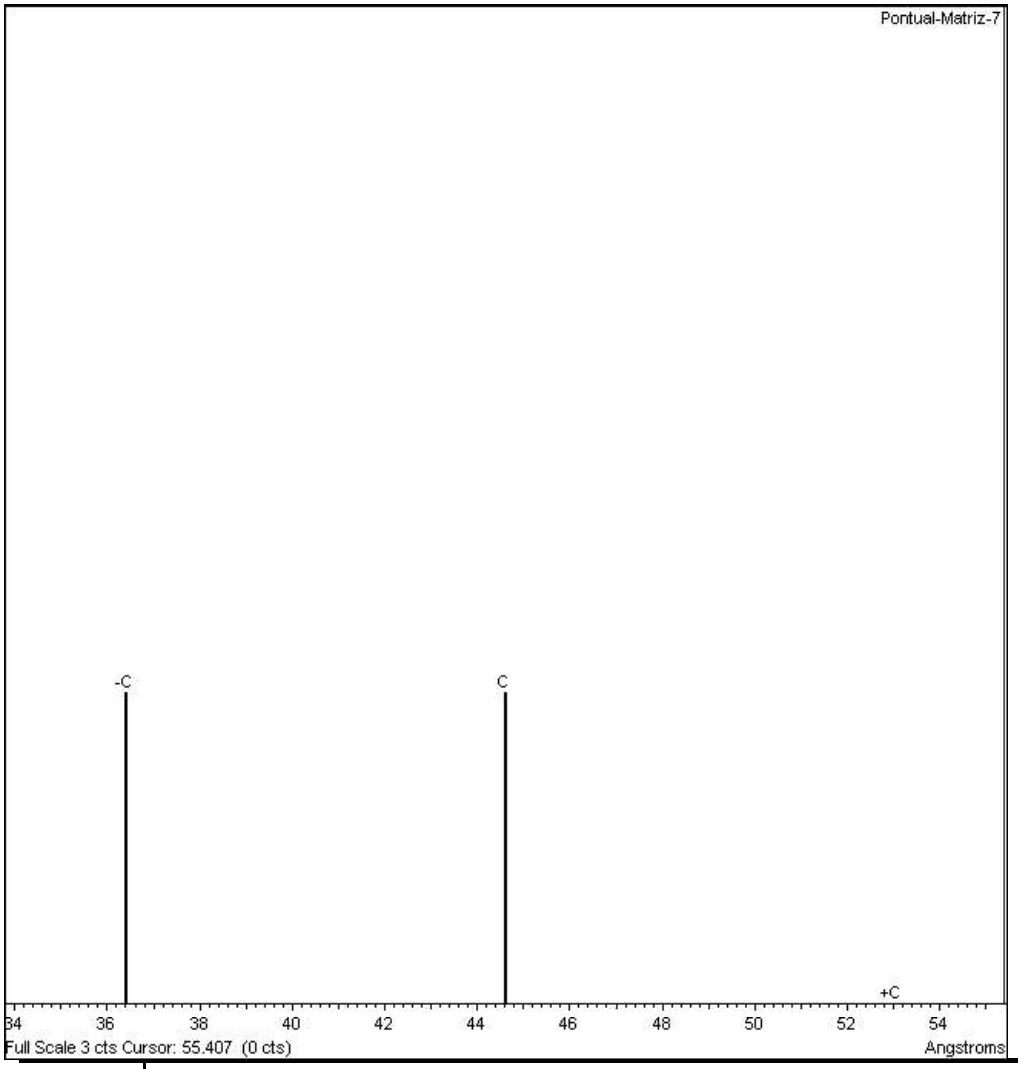


Figura 65 - Microestrutura obtida no microscópio eletrônico de varredura FEG (60000x). Amostra: T1000-R400.

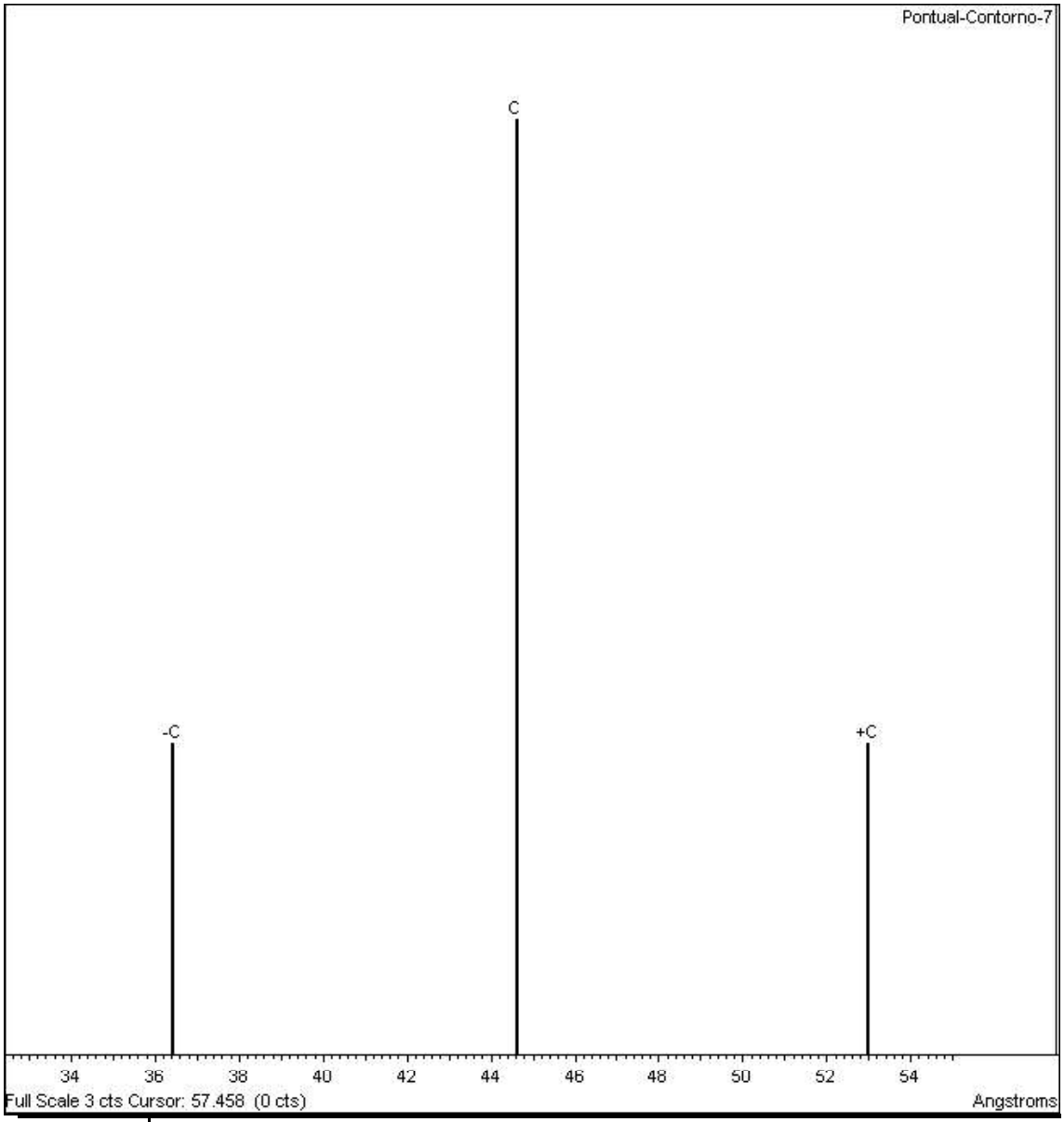
Na matriz, o resultado obtido de carbono é de 0,197% em peso de Carbono e pode ser visto na Figura 66.



Element	k Ratio	Peso%	Peso% Sigma	Intensisade Corrn.	Atômica%
C Ka	0,00035	0,197	0,355	0,1781	0,913
Al Ka	0,00018	0,021	0,006	0,4563	0,042
Si Ka	0,00607	0,236	0,018	0,6188	0,467
S Ka	-0,00017	-0,011	0,008	0,8321	-0,019
Fe Ka	0,90508	90,976	0,358	1,0069	90,479
Ni Ka	0,07390	8,581	0,155	0,8716	8,118
Mn -	<no data>	-	-	-	-
Totals		100,000			

Figura 66 – Resultado da análise de WDS da amostra T1000-R400 na região analisada sem precipitação branca.

Já para a precipitação, observa-se na Figura 67 o pico de carbono muito maior quando comparado à matriz e 4,040% em peso de Carbono.



Element	k Ratio	Peso%	Peso% Sigma	Intensidade Corrn.	Atômica%
C Ka	0,00712	4,030	0,587	0,1826	16,355
Al Ka	0,00016	0,019	0,006	0,4654	0,035
Si Ka	0,00655	0,256	0,020	0,6287	0,445
S Ka	-0,00014	-0,009	0,008	0,8376	-0,014
Fe Ka	0,84164	87,244	0,558	0,9965	76,155
Ni Ka	0,07105	8,460	0,160	0,8674	7,025
Mn -	<no data>	-	-	-	-
Totals		100,000			

Figura 67 – Resultado da análise de WDS da amostra T1000-R400 na precipitação branca.

Observa-se na Figura 68 em imagem obtida por FEG, maiores detalhes da precipitação, e a partir desta, foi feita análise em EDS para obtenção de mapa que

seleciona o carbono a ser representado pela cor azul, e quanto maior a presença de carbono, mais intensa é a cor vista na imagem, que é apresentada na Figura 69. Diante dos resultados de imagem, EBSD, WDS e EDS, é possível identificar a fase como cementita ou carbeto, que precipitados nos contornos de grão justificam a fragilização do material quando revenido a 400°C.

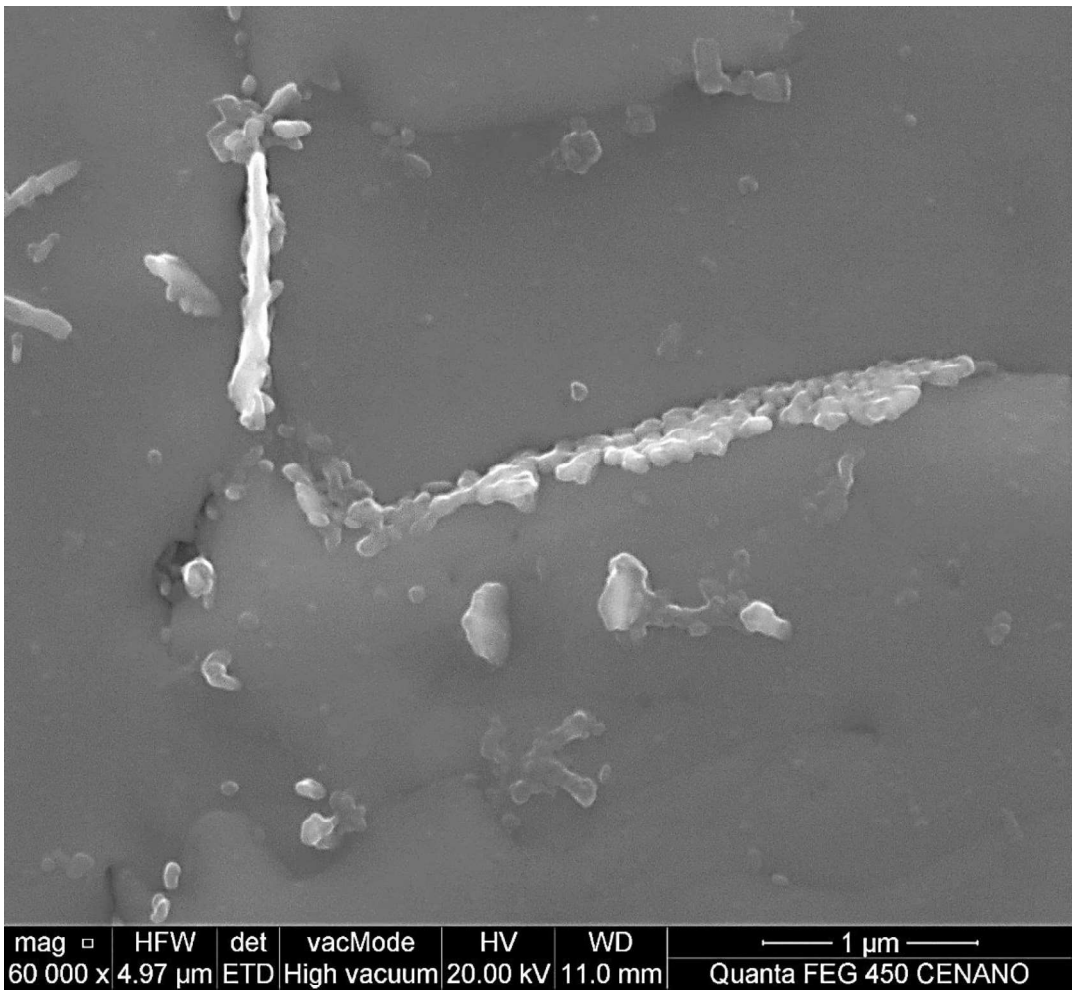


Figura 68 – Imagem obtida por FEG com magnificação de 60.000x na precipitação de cor clara presente no contorno de grão.

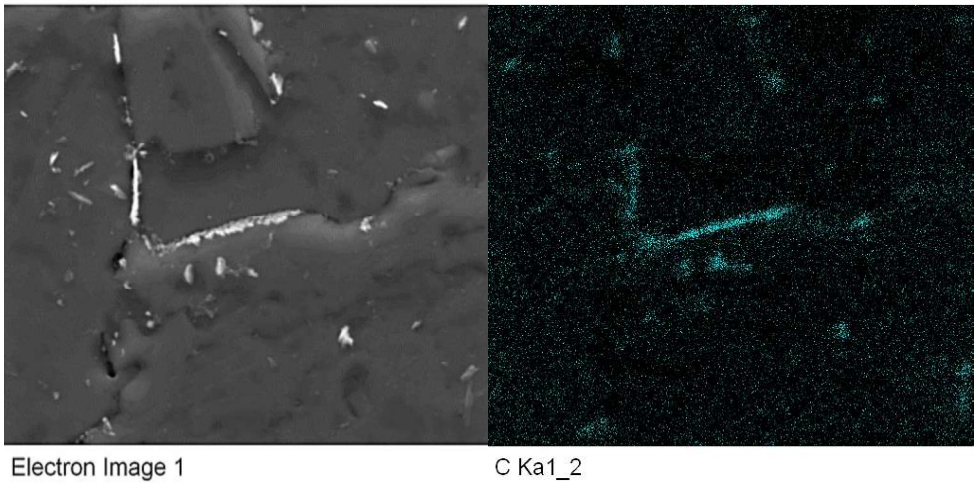


Figura 69 – Mapa de EDS obtido no FEG com coloração azul para o elemento carbono. Amostra: T1000-R400.

Para o Grupo II as amostras foram atacadas com Nital 2% e as microestruturas obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura podem ser observadas na Figura 70. Observa-se precipitação de uma fase branca e alongada entre as ripas de martensita para a condição de duplo revenido (G1350-DT), condição esta que apresenta 18% de austenita (ver item 3.7). Já para a condição de ciclo térmico proveniente do grão fino (G850-STTPS e G860-R600) observa-se uma característica muito semelhante entre as duas condições, sem tratamento térmico e revenido a 600°C após ciclo térmico, e ambas apresentam porcentagem de austenita muito próximas de 9% e 10% respectivamente.

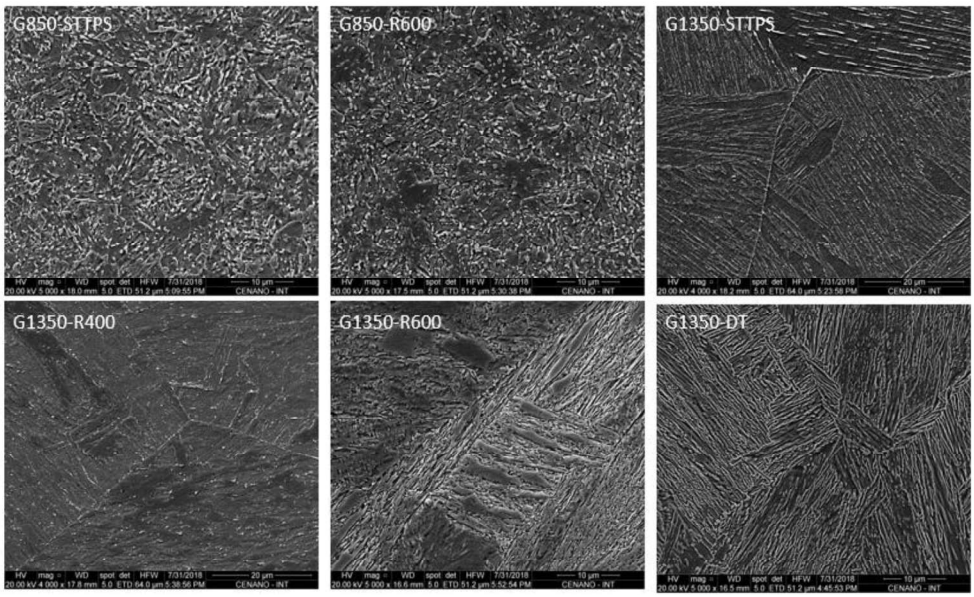


Figura 70 – Microestrutura das amostras do Grupo II após ataque Nital 2% obtidas por microscopia eletrônica de varredura.

4- CONCLUSÃO

1- Para determinar as temperaturas de tratamento térmico a serem realizadas na amostra, o primeiro ensaio realizado foi o de dilatometria. Os resultados encontrados no ensaio foram de aproximadamente 598 °C para AC1, 724 °C para AC3, 376°C para MS e 190°C para Mf.

2- Após os tratamentos térmicos realizados, as amostras foram preparadas para realizar ataque químico com Ácido Pícrico + Cromato de Potássio para determinar o tamanho de grão da Austenita Prévia. Os resultados com maior nitidez do contorno de grão foram para as amostras que tiveram tratamento térmico e têmpera e revenido a 400°C. Para essas amostras o tamanho de grão foi determinado pelo método de interceptos e pelo método de tratamento de imagens e contagem de grãos. As amostras que tiveram ciclo térmico realizado pela máquina Gleeble não apresentaram tanta nitidez no contorno de grão quanto as amostras que tiveram tratamento térmico por forno e imersão em água. As amostras de grão fino com tamanho de 17,31μm apresentaram o maior valor de energia de impacto. O resultado de dureza apresentou melhoria quando relacionado o tamanho de grão fino com tratamento térmico de revenido a 600°C.

3- A simulação do ciclo térmico na máquina Gleeble ocorreu de maneira que o resultado da microestrutura corresponde a região de grãos finos e região de grãos grosseiros da ZTA. Além disso, a microestrutura resultante durante o ciclo de aquecimento e resfriamento passa pela linha do diagrama TTT referente a microestrutura austenita + ferrita + carbetos, podendo apresentar essas fases retidas na microestrutura final. A condição sem tratamento térmico pós soldagem apresentou 12% em volume de austenita retida, ou seja, austenita que ficou retida durante o resfriamento da amostra. As amostras que sofreram revenido a 600°C resfriada em forno e duplo revenido apresentaram valores entre 18 e 20% de austenita retida. Esses valores correspondem a porcentagem de austenita retida no resfriamento e mais uma austenita reversa que se transforma pelo fato da temperatura de revenido ser superior a temperatura AC1. Essas mesmas condições de tratamento térmico após o ciclo, que pode ser associada a tratamento térmico pós soldagem, apresentaram os menores valores de dureza 242 e 228 HV e a amostra que sofreu duplo revenido o maior valor de energia de impacto.

4- Os resultados do ensaio de tração a baixa taxa de deformação tiveram característica bem determinada de fragilização do aço 9% Ni quando ensaiado

em meio de H2S e ductilidade quando ensaiado ao Ar. Os resultados de maior redução de área e razão de deformação plástica foram para as condições de tratamento térmico de duplo revenido e revenido a 600°C. Associado a esse resultado, as amostras que apresentaram maior porcentagem de austenita retida/reversa foram T820R600 e T820DR sendo 10% e 18% respectivamente. A amostra que apresentou 18% de austenita apresentou resultado inferior no ensaio BTD quanto a redução de área e razão de deformação plástica e esse resultado pode ser relacionado com o efeito de boa parte dessa austenita reversa atuar como fonte de absorção de hidrogênico e contribuir para a fragilização do aço 9% Ni. Uma porcentagem de 10% de austenita reversa apresentou melhor resultado quanto à fragilização ao revenido.

5- As amostras que sofreram tratamento térmico e que apresentaram menor dureza e maior energia de impacto foram as que sofreram revenido a 600°C, com tamanho de grão menor. Avaliando e relacionando com a porcentagem de austenita retida / reversa, as amostras que sofreram revenido a 600°C apresentaram alto valor de austenita, entre 9 e 10% para as condições de grão médio e grão fino. Esse resultado pode ser relacionado com a melhoria nas propriedades mecânicas.

6- A temperatura de revenido de 400°C é relacionada à fragilização ao revenido, que em teoria pode apresentar precipitação de carbetos ou de austenita nos contornos de grão. Para analisar esse fenômeno, a amostra que teve têmpera e revenido a 400°C foi atacada com ácido pícrico + cromato de potássio e analisada em microscópio eletrônico de varredura tipo FEG com captura de imagem e através da técnica de WDS foi possível identificar alto valor de carbono em precipitação no contorno de grão, sendo 4,030% em peso de C na precipitação contra 0,197% em peso de C na matriz, o mesmo resultado de presença de carbono foi detectado pela técnica de EDS. A técnica de EBSD apresentou maior porcentagem de cementita para a amostra T820R400 e pouca austenita, assim como o resultado de volume de austenita estimado pela técnica de polarização para a condição de revenido a 400°C não apresentou valores de austenita superiores a condição de revenido a 600°C. Diante desses resultados, é possível considerar que na condição de fragilização ao revenido, foi detectada a fase cementita nos contornos de grão da austenita prévia e entre ripas de martensita.

5- SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1 – Em simulação de máquina Gleeble, usinar corpo de prova para ensaio de tração BTD e realizar ciclo térmico com temperaturas de pico correspondente a Região de grãos grosseiros, Região de grãos finos, Região parcialmente transformada e Região revenida. Para cada amostra após simulação, fazer análise das condições: sem tratamento térmico, revenida a 600°C e duplo revenido para o material 9% Ni.

2 – Realizar ensaio de tração com baixa taxa de deformação em meio H_2S para cada condição de tratamento térmico das amostras simuladas em máquina Gleeble.

3 – Avaliar a porcentagem de austenida retida / reversa para cada condição de tratamento térmico realizado após simulação na Gleeble, antes e depois do ensaio de tração com baixa taxa de deformação em meio H_2S.

6- PARTICIPAÇÃO EM CONGRESSOS E ARTIGOS PUBLICADOS

- Apresentação oral em congresso internacional – MDA 2018 (2nd International Conference on Materials Design and Applications. Tema: “Determination of previous austenite grain size 9% Ni low carbon steel and its effect on impact toughness at -196°C”: Paper aceito, a ser publicado.
- Apresentação com poster em congresso internacional (apresentação realizada pelo orientador Sérgio Souto) – ICEFA VIII (Eighth International Conference on Engineering Failure Analysis). Tema: Temper embrittlement of low carbon 9% Ni low carbon steel. Publicação: Engineering Failure Analysis, Volume 96, February 2019, pages 538-543.
- Imagem selecionada para Mostra de Arte Científica Brasileira, Edição III: https://www.artbiobrasil.org/mac3 - “Natureza Intergranular – Liga de aço contendo 9% de Níquel”

7- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ASHAN, Q.; HASEEB, A.; CHANG, N. S. B. H. A. S. 9% Nickel Steels and Their Welding Behavior. In: _____ **Comprehensive Materials Processing**. [S.l.]: [s.n.], v. 6, 2014. p. 135-149.
2. REPORT, J. T. 9% Ni Steel with High Brittle Crack Arrestability. **Special Issue on Steel Plates**, v. 11, p. 29-31, June 2008.
3. ASTM A333/A333M - 16. **Standard Specification for Seamless and Welded Steel Pipe for Low-Temperature Service and Other Applications with Required Notch Toughness**. [S.l.]. 2016.
4. A353/A353M, A. **Standard Specification for Pressure Vessel Plates, Alloy Steel, Double-Normalized and Tempered 9 % Nickel**. [S.l.]. 2017.
5. A553/A553M, A. **Standard Specification for Pressure Vessel Plates, Alloy Steel, Quenched and Tempered 7, 8, and 9 % Nickel**. [S.l.]. 2017.
6. PENSE, A. W.; STOUT, R. D. **Fracture Toughness and Related Characteristics of the Cryogenic Nickel Steels**. [S.l.]: INCO, 1975.
7. BARBOSA, C. **Metais não ferrosos e suas ligas**. Rio de Janeiro: e-papers, 2014.
8. RODRIGUES, C. R. **AVALIAÇÃO DAS TRANSFORMAÇÕES DE FASE DO AÇO COM 9% DE NÍQUEL E DAS ZONAS TERMICAMENTE AFETADAS SIMULADAS IN SITU COM DIFRAÇÃO DE RAIOS-X SÍNCROTON**. UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE. NITERÓI, p. 307. 2016.
9. WEBSTER, D. In: _____ **ASM Trans. Quart**. [S.l.]: [s.n.], v. 61, 1968.
10. WANG, Y. et al. A new effect of retained austenite on ductility enhancement in high strength bainitic steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 552, p. 288-294, February 2012.
11. DIAS, G. P. **Avaliação da tenacidade à fratura de um aço inoxidável supermartensítico submetido à proteção catódica em água do mar.** Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Escola de Engenharia. Porto Alegre. 2009.
12. STRIFE, J. R.; PASSOJA, D. E. The effect of heat treatment on microstructure and cryogenic fracture properties in 5Ni and 9Ni steel. **Metallurgical Transactions A**, n. 11 (8), p. 1341-1350, 1980.
13. PAGUTA, P. et al. Heat Treatment of Steels Containing 9%Ni. **Metal Science and Heat Treatment** , p. 121-124, 1980.
14. JANG, J.-I. et al. Effects of microstructural change on fracture characteristics in coarsegrained Effects of microstructural change on fracture characteristics in coarsegrained. **Materials Science and Engineering A**, v. 340, n. 2003, p. 68-79, February 2002.
15. SILVA, R. D. A. **Correlação entre parâmetros de curvamento por indução de tubo API X80 e propriedades mecânicas e microestruturais**. PUC-Rio. Rio de Janeiro. 2009.
16. PENSE, A. W.; KOTTCAMP, E. H.; STOUT, R. D. A. Study of Subcritical Embrittlement in Pressure Vessel Steels. **Weld.J**, p. 541s–546s, 1963.
17. SÉRGIO S. M. TAVARES, J. M. P. T. R. B. M. V. M. S. J. F. V. S. Influence of Austenitizing on the Mechanical Properties of Maraging 300 and SAE 4340 Steel - Comparative Study.

Materials Reserach, April 2017.

18. VOORT, G. V. Revealing Prior-Austenite Grain Boundaries. **Vac Aero International INC.**, 2014.
19. BEAUJARD, S. B. A. L. New Reagent for the Micrographical Demonstration of the Austenite Grain of Hardened or Hardened-Tempered Steels. **Reviews in Metals**, p. 830-836, 1955.
20. SAITOH, N. et al. Development of Heavy 9% Nickel Steel Plates with Superior Low-Temperature Toughness for LNG Storage Tanks. **Nippon Steel Technical Report** , 1993.
21. ZHANG, J. M. et al. Effect of Heat Treatment Process on Mechanical Properties and Microstructure of a 9% Ni Steel for Large LNG Storage Tanks. **ASM International**, p. 3867-3871, September 2013.
22. K. Partin; K.O. Findley; C.J. Van Tyne. **Materials Science and Engineering** , n. A 527, p. 5143–5152, April 2010.
23. PARTIN, K.; FRINDLEY, K. O.; TYNE, C. J. V. Microstructural and alloy influence on the low-temperature strengthening behavior of commercial steels used as plates. **Materials Science and Engineering**, p. 5143-5152, 2010.
24. MALISKA, A. M. **Microscopia Eletrônica de Varredura**. [S.l.]: Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC, sem data.
25. CAMPOS, T. O. **CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA ZONA TERMICAMENTE AFETADA DO AÇO BAIXA LIGA 2,25Cr-1Mo REVESTIDO COM ERNiCrMo-3 E AMATEIGADO COM ER80S-D2**. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2015.
26. BY C. THAULOW, A. J. P. A. K. G. The Heat-Affected Zone Toughness of Low-Carbon Microalloyed Steels. **WELDING RESEARCH SUPPLEMENT**, p. 266-279, September 1987.
27. PEREIRA, L. A. **AVALIAÇÃO DA FRAGILIZAÇÃO PELO HIDROGÊNIO DO AÇO 9Ni EM FUNÇÃO DA MICROESTRUTURA RESULTANTE APÓS SIMULAÇÃO DE CICLOS TÉRMICOS**. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2016.
28. RAMÍREZ, M. F. G. **Estudo da transformação durante o resfriamento continuo e da microestrutura do aço microligado X80 utilizado na construção de tubos para transporte de gás natural e petróleo.** Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, p. 58-61. 2008.
29. AJUS, C. et al. Magnetic properties and retained austenite quantification in SAE 4340 steel. **Matéria (Rio J.) vol.14 no.3**, 2009.
30. ASTM E1086-14. **Standard Test Method for Analysis of Austenitic Stainless Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry**. [S.l.]. 2014.
31. JAHRSENGENE, G. **EBSD Microstructure Characterization of 9% Nickel Steel during In Situ Heat Treatment**. Norwegian University of Science and Technology. [S.l.]. 2015.
32. DUANJUN WANG, Y. W. L. L. W. L. X. Z. Phase transformation behavior and microstructure characterization of 9Ni cryogenic steel. **Advanced Materials Research**, v. 472-475, p. 1183-1187, 2012.
33. NACE TM0198-2014. **Slow Strain Rate Test Method for Screening Corrosion-Resistant Alloys (CRAs) for Stress Corrosion Cracking in Sour Oilfield Service**. NACE INTERNATIONAL. [S.l.]. 2014.
34. ASTM G129 - 00. **Standard Practice for Slow Strain Rate Testing to Evaluate the Susceptibility of Metallic Materials to Environmentally Assisted Cracking**. ASTM INTERNATIONAL. [S.l.]. 2013.

35. PASSOS, E. K. D. **EFEITO DA SOLDAGEM COM DUPLA CAMADA NA MICROESTRUTURA E DUREZA DA ZONA TERMICAMENTE AFETADA DO AÇO 9%Ni**. Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2017.
36. A370-17, A. **Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products**. [S.l.]. 2017.
37. LAKE SHORE CRYOTRONICS, I. https://www.lakeshore.com/products/Vibrating-Sample-Magnetometer/Pages/Model-Landing.aspx. **Lake Shore Cryotronics, Inc.** Acesso em: 01 dezembro 2018.
38. SILVA, V. M. D. A. **CARACTERIZAÇÃO POR CORRENTES PARASITAS DE AÇOS INOXIDÁVEIS USTENÍTICOS DEFORMADOS A FRIO**. Rio de Janeiro. 2016.
39. ARAUJO, J. F. D. F. **CONSTRUÇÃO DE UM MAGNETÔMETRO HALL PARA CARACTERIZAÇÃO DE PARTÍCULAS MAGNÉTICAS UTILIZADAS EM ENSAIOS IMUNOLÓGICOS**. Rio de Janeiro. 2009.
40. ALMEIDA, A. B. D. **Detecção da transformação da austenita retida por deformação plástica em aços para gasodutos classe API 5L X80 através de medidas magnéticas**. Universidade de São Paulo. São Paulo. 2014.
41. IMAGE J - CLAHE. **CLAHE (Contrast Limited Adaptive Histogram Equalization)**, 2017. Disponivel em: <https://imagej.nih.gov/ij/plugins/clahe/index.html>. Acesso em: 2018.
42. ASTM E-112-13. **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**. [S.l.]. 2013.
43. CUNHA, A. P. A. **Caracterização mecânica e microestrutural de aços médio carbono microligados ao nióbio e molibdênio**. Campinas. 2013.
44. RUEDEN, C. T.; SCHINDELIN, J. &. H. M. C. E. A. **ImageJ2:** ImageJ for the next generation of scientific image data. BMC Bioinformatics 18:529, doi:10.1186/s12859-017-1934-z.
45. IMAGE J - THRESHOLDING. **ImageJ**, 2016. Disponivel em: <https://imagej.net/Thresholding>.
46. IMAGE J - Classis Watershed. **Classic Watershed**, 2018. Disponivel em: <https://imagej.net/Classic_Watershed>.
47. CORPORATION, O. www.originlab.com. **OriginLab Corporation**. ISSN OriginPro 8 SR0.
48. GODEFROID, L. B.; CÂNDIDO, L. C. **Análise de Falhas**. [S.l.]: Curso ABM, 2014.
49. Y.H.KIM, H. J. K. A. J. W. M. J. The Influence of Precipitated Austeenite on Hydrogen Embrittlement in 5.5Ni Steel. **METALLURGICAL TRANSACTIONS A**, v. 17A, July 1986.
50. WILLIAM D. CALLISTER, J. **Ciência e Engenharia de Materiais Uma Introdução**. 7ª. ed. [S.l.]: LTC - Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2007.
51. NACE TM0198-2016. **Slow Strain Rate Test Method for Screening Corrosion-Resistant Alloys (CRAs) for Stress Corrosion Cracking in Sour Oilfield Service**. NACE INTERNATIONAL. [S.l.]. 2014.
52. XU, W. W. . W. Q. F. . P. T. . S. H. . &. Y. C. F. Effect of Welding Heat Input on Simulated HAZ Microstructure and Toughness of a V-N Microalloyed Steel. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 14, p. 234–239. ISSN doi:10.1016/S1006-706X(08)60085-0.