



## **Dissertação de Mestrado**

### **Caracterização microestrutural e microdureza de um sistema açoC-Mn/revestimento de INCONEL<sup>®</sup> 625 e avaliação de diferentes tratamentos térmicos**

Autor: Edilberto da Silva Souza

Orientadora: Prof<sup>ª</sup>. Maria Celeste Monteiro de Souza Costa, Dra.

Coorientador: Prof. Vicente Braz da Trindade Filho, Dr.

Belo Horizonte  
Agosto de 2016



Edilberto da Silva Souza

**Caracterização microestrutural e microdureza de um sistema açoC-Mn/revestimento de INCONEL<sup>®</sup> 625 e avaliação de diferentes tratamentos térmicos**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do CEFET-MG, como parte integrante dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Ciência e Desenvolvimento de Materiais

Linha de Pesquisa em Seleção, Processamento e Caracterização de Materiais

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Maria Celeste Monteiro de Souza Costa, Dra.

Coorientador: Prof. Vicente Braz da Trindade Filho, Dr.

Belo Horizonte, Agosto de 2016.

S729c Souza, Edilberto da Silva.  
Caracterização microestrutural e microdureza de um sistema aço c-mn/revestimento de Inconel®625 e avaliação de diferentes tratamentos térmicos / Edilberto da Silva Souza. - 2016.  
90 f. : il.; tabs. ; grafs ; fotos. –  
Orientadora: Maria Celeste Monteiro de Souza Costa.  
Co-orientador: Vicente Braz da Trindade Filho.  
Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Belo Horizonte, 2016.

Bibliografia.

1. Tratamento térmico. 2. Microestrutura - Metalografia. 3. Dureza.  
I. Costa, Maria Celeste Monteiro de Souza. II. Trindade Filho, Vicente Braz da. III. Título.

CDD: 620.16



CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS  
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

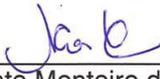
*DISSERTAÇÃO DE MESTRADO*

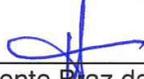
*“Caracterização microestrutural e microdureza de um sistema de aço C-Mn / Revestimento de inconelò 625 e avaliação de diferentes tratamentos térmicos”*

Autor: Edilberto da Silva Souza

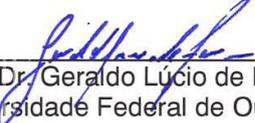
Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria Celeste Monteiro de Souza Costa

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:

  
\_\_\_\_\_  
Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria Celeste Monteiro de Souza Costa (ORIENTADORA)  
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Vicente Braz da Trindade Filho (COORIENTADOR)  
Vallourec Tubos do Brasil

  
\_\_\_\_\_  
Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Elaine Carballo Siqueira Corrêa  
Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET/MG

  
\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Geraldo Lúcio de Faria  
Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP/MG

Belo Horizonte, 18 de Julho de 2016.

## **AGRADECIMENTOS**

À DEUS, por me abençoar e permitir todas as coisas boas em minha vida.

À Dra. Maria Celeste Monteiro de Souza Costa, pela orientação e informações que contribuíram para o engrandecimento deste trabalho.

Ao Dr. Vicente Trindade, pela coorientação, paciência e conhecimento, para o desenvolvimento deste trabalho e pela amizade criada.

À VSB Tubos do Brasil, empresa a qual tenho muito orgulho de trabalhar, pelo apoio e incentivo.

À minha esposa Luciana que me apoia, incentiva e aconselha em todas as minhas decisões.

Aos amigos que ganhei no Laboratório Mecânico da VSB, aos quais destaco a Júnia Ananias de Sant Anna, Álvaro Túlio Pimentel Aarão e Idelmar de Oliveira, que muito contribuíram para o desenvolvimento desta dissertação.

À minha família, por compreender as minhas ausências.

## RESUMO

Os tubos de aço C-Mn são comumente utilizados como revestimento nas tubulações dos poços de petróleo das indústrias de óleo & gás desde quando estas iniciaram suas atividades. São várias as solicitações exigidas nos tubos, mas a principal é a resistência à corrosão severa provocada pelo ácido sulfídrico (H<sub>2</sub>S) ou pelo dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>). A aplicação direta seria a utilização de tubos de aço fabricados com alta liga (Ni, Cr) que têm alto valor agregado e tornariam os custos de aquisição para a produção, inviáveis. A opção para aumentar a resistência à corrosão é a utilização de técnicas de *overlay* para o revestimento metálico dos aços C-Mn usando superligas de níquel e/ou aços inoxidáveis (NAFFAKH; SHAMANIAN; ASHRAFIZADEH, 2008). O revestimento metálico utilizado é a superliga de níquel INCONEL<sup>®</sup> 625, que tem boa resistência à corrosão em ambientes agressivos como H<sub>2</sub>S e CO<sub>2</sub> (CARNEIRO et al., 2003; KITTEL et al., 2010; WANG et al., 2013). A deposição de revestimento através do processo de soldagem constitui um procedimento complexo e gera uma Zona Termicamente Afetada (ZTA) que na maioria dos casos é prejudicial (SILVA et al., 2012). Neste trabalho foi feita a caracterização microestrutural e ensaio de microdureza do sistema aço C-Mn/revestimento de INCONEL<sup>®</sup> 625, antes e após a realização de cinco tratamentos térmicos que simulam possíveis rotas industriais, verificando dentre estes, os mais promissores para aplicações industriais. Os resultados mostraram que o aço usado apresenta boa temperabilidade, mas após a deposição do INCONEL<sup>®</sup> 625 foi observada uma zona mais dura, chamada de ZTA, com formação de bainita no aço e a presença de carbonetos de molibdênio e nióbio entre as dendritas do revestimento. Alguns tratamentos térmicos realizados deterioraram a microestrutura e a dureza do aço ou não foram capazes de eliminar a ZTA. Já alguns tratamentos térmicos, mostraram bom resultado pela conservação das características originais do aço e do revestimento, além de eliminarem a zona dura (ZTA), com tempos factíveis de serem enquadrados à realidade dos processos produtivos.

Palavras-chave: Tratamento térmico; Tubo API 5CT L80; Liga de INCONEL<sup>®</sup>625; Deposição por Overlay (cladding).

## ABSTRACT

The C-Mn steel pipes are commonly used as a coating on the pipes of the oil wells of the oil & gas industries since when they started their activities. Several requests are required in those pipes, but the main one is the severe resistance against corrosion by hydrogen sulfide (H<sub>2</sub>S) or carbon dioxide (CO<sub>2</sub>). A direct application would be to use steel pipes made of high-alloy (Ni, Cr) which have high added value and acquisition costs become, for production, unviable. The option to increase the resistance against corrosion is the use of overlay techniques at the metal coating of the C-Mn steels using nickel superalloys and/or stainless steel (NAFFAKH; SHAMANIAN; ASHRAFIZADEH, 2008). The metallic coating used is an INCONEL<sup>®</sup> 625 nickel superalloy, which has good corrosion resistance in harsh environments such as H<sub>2</sub>S and CO<sub>2</sub> (CARNEIRO et al. 2003; KITTEL et al, 2010; WANG et al, 1013.). The deposition of the coating by the welding process is a complex procedure and generates a thermally affected zone (TAZ) which in most cases is detrimental (SILVA et al., 2012). Microstructural and microhardness characterization of the system C-Mn steel/ INCONEL<sup>®</sup> 625 coating was taken before and after performing five heat treatments simulating possible industrial routes, checking among these, the most promising for industrial applications. The results show that the steel used has good hardenability, but after deposition of Inconel<sup>®</sup> 625 was observed a harder zone, called the TAZ, with bainite formation in the steel and the presence of molybdenum and niobium carbides between the dendrite coating. Some heat treatments performed deteriorated microstructure and hardness of steel or were not able to eliminate the TAZ. However some thermal treatments, showed good results in the preservation of the original features of the steel and the coating, eliminate the hard zone (TAZ), with feasible time being framed to the reality of production processes.

Keywords: Heat treatment; Pipe API 5CT L80; Inconel<sup>®</sup> alloy 625; Deposition Overlay (cladding).

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Principais etapas do processo de laminação de tubos: (a) Preparação de barras; (b) Forno de aquecimento.....	23
Figura 3.2 – Principais etapas do processo de laminação de tubos: (a) Vista lateral do laminador CTP; (b) Vista frontal .....	23
Figura 3.3 – Processo de perfuração da lupa .....	23
Figura 3.4 – Principais etapas do processo de laminação de tubos: (a) Laminador PQF; (b) Desenho esquemático dos rolos e mandril laminando as paredes externa e interna do tubo no PQF. ....	24
Figura 3.5 – Desenho esquemático de um tanque para têmpera em água com jato externo e interno. ....	25
Figura 3.6 – Microestrutura martensítica. Aço ABNT 1045 – Têmpera a 950°C – MEV – 3000x – nital 2%.....	26
Figura 3.7 – Diagrama de transformação por resfriamento contínuo para um aço com 0,40%C, e a superposição de várias curvas de resfriamento .....	27
Figura 3.8 – Microestrutura da bainita (a) e (b) .....	29
Figura 3.9 – Desenho esquemático em corte parcial do corpo de prova a ser resfriado em um equipamento conforme a norma para ensaio Jominy. ....	33
Figura 3.10 – Método de plotar dados de dureza de uma amostra com a extremidade temperada Jominy.....	34
Figura 3.11 – Fases $\gamma$ e $\gamma'$ em uma microestrutura típica de uma liga a base de níquel ( $\gamma$ é a fase clara e $\gamma'$ é a fase escura) .....	38
Figura 3.12 – As setas nas imagens de MET indicam a visualização de carbonetos do tipo MC dentro do grão; (a) REED, 2006 e (b) SANTOS, 2012. ....	40
Figura 3.13 – Evolução ao longo dos anos da microestrutura das superligas de níquel. ....	42
Figura 3.14 – Diagrama Tempo-Temperatura-Transformação de fases em altas temperaturas da liga INCONEL® 625. ....	44
Figura 3.15 – Desenho esquemático do processo de revestimento a laser usando bocal axial de alimentação de pó. ....	46
Figura 3.16 – Processo de revestimento a laser usando bocal axial de alimentação de pó .....	46
Figura 3.17 – Representação esquemática do processo de revestimento a laser ....	47
Figura 4.1 – Fluxograma experimental.....	48
Figura 4.2 – Desenho esquemático da retirada da amostra do tubo e deposição do revestimento .....	50

Figura 4.3 – Desenho com as dimensões do corpo de prova utilizado para o ensaio Jominy.....	52
Figura 4.4 – Início do resfriamento do corpo de prova no equipamento para ensaio Jominy.....	53
Figura 4.5 – Durômetro universal DuraVision 250.....	54
Figura 4.6 – Pontos para medição da microdureza iniciando na superfície externa do revestimento .....	54
Figura 4.7 – Representação esquemática do TT 1. ....	56
Figura 4.8 – Representação esquemática do TT 2. ....	57
Figura 4.9 – Representação esquemática do TT 3. ....	58
Figura 4.10 – Representação esquemática do TT 4. ....	58
Figura 4.11 – Representação esquemática do TT 5. ....	59
Figura 5.1 – Curva Jominy para o aço em estudo.....	61
Figura 5.2 – Microestrutura do aço no estado como temperado. ....	62
Figura 5.3 – Dureza HRC do aço após têmpera em água em linha industrial.....	63
Figura 5.4 – Fotografia da amostra no estado como recebida com deposição de INCONEL® 625 . ....	64
Figura 5.5 – Análise microestrutural da seção transversal usando MEV. ....	64
Figura 5.6 – Perfil de composição química dos principais elementos que compõem o revestimento e o substrato usando EDS.....	65
Figura 5.7 – Zona de diluição do ferro do substrato no revestimento.....	66
Figura 5.8 – Perfil de composição química dos principais elementos da zona de diluição usando EDS.....	67
Figura 5.9 – Análise microestrutural usando MEV mostrando estrutura dendrítica colunar do revestimento.....	67
Figura 5.10 – Mapa da composição química dos principais elementos .....	68
Figura 5.11 – Identificação de pequenos carbonetos na matriz. ....	69
Figura 5.12 – Caracterização feita no EDS das principais microinclusões formadas no revestimento.....	70
Figura 5.13 – Perfil de microdureza no estado como recebido usando o método Vickers com carga de 1kgf.....	71
Figura 5.14 – Análise microestrutural da região do substrato que não foi afetado pelo ciclo térmico da deposição.....	71
Figura 5.15 – Análise do tamanho de grão da austenita prévia na ZTA usando Teepol, as setas indicam o contorno de grão da austenita prévia. ....	72
Figura 5.16 – Análise microestrutural da ZTA usando ataque Nital 2%. ....	74
Figura 5.17 – Comparação do perfil da microdureza da amostra como recebida e da amostra do TT 1.....	75
Figura 5.18 – Microestrutura nas três regiões após TT1.....	76

Figura 5.19 – Comparação do perfil da microdureza da amostra como recebida e da amostra do TT 2.....	78
Figura 5.20 – Comparação do perfil da microdureza da amostra como recebida e da amostra do TT 3.....	79
Figura 5.21 – Microestrutura da ZTA e substrato após TT3.....	79
Figura 5.22 – Comparação do perfil da microdureza da amostra como recebida e da amostra do TT 4.....	81
Figura 5.23 – Comparação do perfil da microdureza da amostra como recebida e da amostra do TT 5.....	82
Figura 5.24 – Comparação do perfil da microdureza de todas as amostras utilizadas: no estado como recebido e os 5 tratamentos térmicos utilizados após deposição do revestimento. ....	83
Figura 5.25 – Comparação do perfil da microdureza das amostras utilizadas: no estado como recebido e os tratamentos térmicos TT2, TT3 e TT4.....	83
Figura 5.26 – Comparação do perfil da microdureza de todas as amostras utilizadas: no estado como recebido e os 5 tratamentos térmicos utilizados após deposição do revestimento. ....	84

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Grau dos tubos de aço e seus processos de fabricação, tratamento térmico e temperatura de revenimento conforme a norma API 5CT e em destaque o grau e tipo do aço utilizado neste trabalho. ....	19
Tabela 3.2 – Requisitos de tração e dureza Rockwell , conforme a norma API 5CT e em destaque o grau e tipo do aço utilizado neste trabalho. ....	20
Tabela 3.3 – Especificação química em fração em massa (%), conforme a norma API 5CT e em destaque o grau e tipo do aço utilizado neste trabalho. ....	21
Tabela 3.4 – Estágios do processo de revenimento.....	32
Tabela 3.5 – Fases encontradas em superligas de níquel .....	37
Tabela 3.6 – Estrutura e composição típica das fases encontradas em ligas de INCONEL® 625 quando expostas a altas temperaturas.....	45
Tabela 4.1 - Especificação química do Grau L80 tipo 1 de acordo com a API 5CT (máximo teor % em peso) .....	49
Tabela 4.2 - Propriedades mecânicas especificadas do aço grau L80 de acordo com a norma API 5CT .....	50
Tabela 4.3 - Especificação química do INCONEL® 625 conforme a norma ASTM B705 - UNS N06625 - (% em peso) .....	51
Tabela 4.4 – Propriedades mecânicas de algumas formas e condições da liga INCONEL® 625 conforme a norma ASTM B705 - UNS N06625 .....	51
Tabela 4.5 - Composições dos reagentes .....	55
Tabela 5.1 - Composição química do aço utilizado (% em peso).....	60
Tabela 5.2 – Valores comparativos entre a norma API 5CT e o resultado real do limite de escoamento, limite de resistência e de dureza. ....	63

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

$\alpha$	= Fase alfa (Ferrita)
$\gamma$	= Fase gama (Matriz austenítica)
$\mu\text{m}$	= Micrometro (micron)
ABNT	= Associação Brasileira de Normas Técnicas
$A_{c1}$	= Temperatura de transformação austenítica final
$A_{c3}$	= Temperatura de transformação austenítica inicial
API	= American Petroleum Institute
ASTM	= American Society for Testing and Materials
EBW	= Electron Beam Welding
EDS	= Energy-Dispersive X-Ray Spectroscopy
HCl	= Ácido clorídrico
HRC	= Hardness Rockwell C (diamond spheroconical)
HV	= Hardness Vickers
ISO	= International Organization for Standardization
LBW	= Laser Beam Welding
MET	= Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	= Microscopia Eletrônica de Varredura
Mn	= Manganês
MO	= Microscopia Ótica
MPa	= Mega Pascal
$^{\circ}\text{C}$	= Grau Celsius
OCTG	= Oil Country Tubular Goods
TT	= Tratamento térmico
TRC	= Transformação em resfriamento contínuo
TTT	= Tempo - Temperatura - Transformação
UNS	= Unified Numbering System
ZTA	= Zona termicamente afetada

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>15</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVO.....</b>	<b>17</b>
2.1	Objetivo Geral.....	17
2.2	Objetivos Específicos.....	17
<b>3</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>18</b>
3.1	Norma API 5CT .....	18
3.2	Processo de fabricação de tubos API 5CT L80 .....	22
3.3	Transformações de fases da Austenita no Resfriamento Contínuo.....	25
3.3.1	Martensita .....	26
3.3.2	Ferrita.....	27
3.3.3	Bainita .....	29
3.3.4	Perlita .....	30
3.4	Tratamentos Térmicos.....	30
3.4.1	Têmpera.....	31
3.4.2	Normalização .....	31
3.4.3	Revenimento .....	31
3.4.4	Temperabilidade.....	32
3.5	Superligas de Níquel.....	34
3.5.1	Elementos de liga na microestrutura e propriedades mecânicas das ligas de níquel .....	36
3.5.2	Liga metálica INCONEL® 625.....	43
3.6	Processo de deposição a laser ( <i>Laser overlay</i> ) .....	45
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>48</b>
4.1	Descrição geral do trabalho realizado.....	48
4.2	Materiais.....	49
4.2.1	Substrato .....	49
4.2.2	Revestimento e procedimento de deposição a laser .....	51
4.3	Ensaio de Temperabilidade Jominy .....	52
4.4	Perfil de microdureza Vickers .....	53
4.5	Análise microestrutural .....	55
4.6	Tratamentos térmicos do conjunto substrato/revestimento .....	56
4.6.1	Tratamento térmico 1.....	56
4.6.2	Tratamento térmico 2.....	57
4.6.3	Tratamento térmico 3.....	57
4.6.4	Tratamentos térmicos 4 e 5 .....	58
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>60</b>

<b>5.1</b>	<b>Caracterização da amostra no estado como recebido .....</b>	<b>60</b>
<b>5.2</b>	<b>Tratamento térmico das amostras.....</b>	<b>75</b>
5.2.1	Tratamento térmico 1.....	75
5.2.2	Tratamento térmico 2.....	77
5.2.3	Tratamento térmico 3.....	78
5.2.4	Tratamento térmico 4.....	80
5.2.5	Tratamento térmico 5.....	81
<b>5.3</b>	<b>Considerações finais .....</b>	<b>82</b>
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>85</b>
<b>7</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>86</b>
	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>87</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Os tubos de aço C-Mn são comumente utilizados como revestimento nas tubulações dos poços de petróleo das indústrias de óleo & gás desde quando estas iniciaram suas atividades. São várias as solicitações exigidas nos tubos durante o processo de extração de petróleo, seja por peso da coluna de tubos montados, altas pressões devido à profundidade de atuação, esforços mecânicos ou principalmente pela corrosão severa provocada pelo ácido sulfídrico ( $H_2S$ ) ou pelo dióxido de carbono ( $CO_2$ ) presentes no processo que tem contato com a água do mar, petróleo ou seus derivados. Falhas neste ambiente são catastróficas e devem ser evitadas.

Garantir que estes componentes e tubos não irão falhar requer materiais com excelência de qualidade no processo produtivo. Porém quando as solicitações de trabalho ultrapassam as propriedades e resistências mecânicas dos tubos, é necessária a utilização de outros materiais mais resistentes contra a corrosão. A solução tecnológica de aplicação direta seria a utilização de tubos de aço fabricados com alta liga (Ni, Cr), porém estes aços têm alto valor agregado para sua fabricação e conseqüentemente tornariam os custos de aquisição para a produção, inviáveis.

Dentro desse contexto, uma viável opção para aumentar a resistência à corrosão é a utilização de técnicas de *overlay (cladding)* para o revestimento metálico dos aços C-Mn usando superligas de níquel e/ou aços inoxidáveis (NAFFAKH; SHAMANIAN; ASHRAFIZADEH, 2008). Várias pesquisas ao redor do mundo buscam uma solução para esta nova demanda, como as pesquisas de ANTOSZCZYSZYN (2014), MIRANDA (2014), LI (2014) e SAGHAFIFAR (2011).

O revestimento metálico utilizado neste trabalho é a superliga de níquel INCONEL<sup>®</sup> 625, que é conhecida como uma liga com boa resistência à corrosão em ambientes agressivos como  $H_2S$  e  $CO_2$  (CARNEIRO et al., 2003; KITTEL et al., 2010; WANG et al., 2013).

A deposição de revestimento por meio do processo de soldagem constitui um procedimento complexo do ponto de vista metalúrgico, no qual ocorre a fusão e a

solidificação de um volume de metal composto por duas diferentes ligas em termos de composição química, estrutura cristalina, microestrutura e propriedades físicas e mecânicas, a qual é denominada de soldagem dissimilar e uma Zona Termicamente Afetada (ZTA) que na maioria dos casos é prejudicial (SILVA et al., 2012).

Neste trabalho, foi feita a caracterização microestrutural e microdureza de um sistema aço C-Mn/revestimento de INCONEL<sup>®</sup> 625, usando técnicas metalográficas e medidas de microdureza, antes e após a realização de cinco tratamentos térmicos que simulam possíveis rotas industriais, verificando dentre estes, quais foram os mais promissores em termos de aplicações industriais, para a eliminação da ZTA, contribuindo para preservar as características originais do substrato (aço C-Mn) e do revestimento.

## **2 OBJETIVO**

### **2.1 Objetivo Geral**

O objetivo geral deste trabalho é a caracterização microestrutural e microdureza do sistema aço C-Mn/revestimento de INCONEL<sup>®</sup> 625, antes e após a realização de cinco tratamentos térmicos que simulam possíveis rotas industriais.

### **2.2 Objetivos Específicos**

1. Caracterizar o aço API 5CT L80 a ser usado como substrato para deposição da liga INCONEL<sup>®</sup> 625 usando o processo Laser overlay.
2. Caracterizar o revestimento e o substrato após deposição usando técnicas metalográficas e ensaios de microdureza.
3. Caracterizar o revestimento e substrato após os diferentes tratamentos térmicos usando técnicas metalográficas e medidas de microdureza.
4. Analisar dentre os cinco tratamentos térmicos realizados, quais são os mais promissores em termos de aplicações industriais.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Norma API 5CT

O instituto API (*American Petroleum Institute*) especifica os tubos de aço para transporte de petróleo e gás, padronizando procedimentos industriais e operacionais de fabricação e manuseio dos tubos. Os tubos que são utilizados para transportar petróleo e gás e revestir poços são especificados pela norma API 5CT / ISO 11960 (*American Petroleum Institute / Specification for Casing and Tubing*) (API 5CT, 2011).

Esta norma especifica que os produtos devem ser fabricados visando o refino de grão, devendo conter em sua composição química elementos de liga, tais como alumínio, nióbio, vanádio e/ou titânio, em quantidades adequadas a propiciar ao aço um tamanho de grão austenítico pequeno (API 5CT, 2011).

Os graus dos tubos de aços (H40, J55 etc.) especificados pela norma API 5CT encontram-se na Tabela 3.1, bem como o processo de fabricação, o tratamento térmico e a temperatura de revenimento para cada grau.

Os graus dos tubos de aço utilizados na condução de petróleo e gás e revestimento de poços são diferenciados por meio dos valores de suas propriedades mecânicas. Um exemplo é o tubo de grau L80 Tipo 1 que apresenta limite de escoamento mínimo de 552MPa, enquanto que um tubo de grau M65 tem um limite de escoamento mínimo de 448MPa. Os requisitos de propriedades mecânicas: limites de escoamento e resistência e dureza dos tubos de aços são mostrados na Tabela 3.2 (API 5CT, 2011).

Na Tabela 3.3 é apresentada a composição química dos variados graus de tubos de aços. Em destaque um tubo de grau L80 Tipo 1 em que o teor médio de carbono é 0,43%C, o que confere uma alta temperabilidade.

**Tabela 3.1 – Grau dos tubos de aço e seus processos de fabricação, tratamento térmico e temperatura de revenimento conforme a norma API 5CT e em destaque o grau e tipo do aço utilizado neste trabalho.**

<b>Grau</b>	<b>Tipo</b>	<b>Processo de fabricação<sup>a</sup></b>	<b>Tratamento Térmico</b>	<b>Temperatura de revenimento °C min.</b>
C110	-	S	Q	649
C90	1	S	Q	621
H40	-	S ou SE	-	-
J55	-	S ou SE	- <sup>b</sup>	-
K55	-	S ou SE	- <sup>b</sup>	-
L80	1	S ou SE	Q	566
L80	9Cr	S	Q <sup>f</sup>	593
L80	13Cr	S	Q <sup>f</sup>	593
M65	-	S ou SE	e	-
N80	1	S ou SE	c	-
N80	Q	S ou SE	Q <sup>d</sup>	-
P110	-	S ou SE <sup>g h</sup>	Q	-
Q125	1	S ou SE <sup>h</sup>	Q	-
R95	-	S ou SE	Q	538
T95	1	S	Q	649

a - S = processo sem costura ; SE = processo com solda elétrica.

b - Normalizado em todo o comprimento e volume, normalizado e revenido ou temperado e revenido propoção do fabricante ou como especificado no contratode compra.

c - Tratamento térmico em todo o comprimento e volume é obrigatório. Por opção dofabricante pode ser normalizado ou normalizado e revenido.

d - Inclui o método de têmpera interrompida seguido por resfriamento controlado.

e - Tratamento térmico em todo o comprimento e volume é obrigatório. Por opçãoo fabricante o produto pode ser normalizado, normalizado e revenido ou temperado e revenido. Quando especificado no contrato de compra, o produto deve ser normalizado, normalizado e revenido ou temperado e revenido.

f - Tipo 9Cr e 13Cr podem ser temperados ao ar.

g - Composição química especial para o P110 (SE) está especificada na norma API5CT.

h - Requisitos especiais para o P110 (SE) e Q125(SE) estão especificados na norma API 5CT.

Q – Temperado e revenido.

**Tabela 3.2 – Requisitos de tração e dureza Rockwell , conforme a norma API 5CT e em destaque o grau e tipo do aço utilizado neste trabalho.**

Grau	Tipo	Limite de escoamento MPa		Limite de resistência Min.	Dureza Máxima <sup>a</sup>
		Min.	Máx.	MPa	HRC
C110	-	758	828	793	30
C90	1	621	724	689	25,4
H40	-	276	552	414	-
J55	-	379	552	517	-
K55	-	379	552	655	-
L80	1	552	655	655	23
L80	9Cr	552	655	655	23
L80	13Cr	552	655	655	23
M65	-	448	586	586	22
N80	1	552	758	689	-
N80	Q	552	758	689	-
P110	-	758	965	862	-
Q125	1	862	1034	931	b
R95	-	655	758	724	-
T95	1	655	758	724	25,4

a - No caso de conflito, a dureza Rockwell C deve ser usada como método e referência

b - Nenhum limite de dureza foi especificados, mas a máxima variação é restrita como um controle de produção de acordo com a norma API 5CT

**Tabela 3.3 – Especificação química em fração em massa (%), conforme a norma API 5CT e em destaque o grau e tipo do aço utilizado neste trabalho.**

Grau	Tipo	C		Mn		Mo		Cr		Ni	Cu	P	S	Si
		Min.	Máx.	Min.	Máx.	Min.	Máx.	Min.	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.
C110	-	-	0,35	-	1,2	0,25	1	0,4	1,5	0,99	-	0,02	0,005	-
C90	1	-	0,35	-	1,2	0,25 <sup>b</sup>	0,85	-	1,5	0,99	-	0,02	0,01	-
H41	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	-
J56	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	-
K56	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	-
L80	1	-	0,43 <sup>a</sup>	-	1,9	-	-	-	-	0,25	0,35	0,03	0,03	0,45
L80	9Cr	-	0,15	0,3	0,6	0,9	1,1	8	10	0,5	0,25	0,02	0,01	1
L80	13Cr	0,15	0,22	0,25	1	-	-	12	14	0,5	0,25	0,02	0,01	1
M65	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	-
N80	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	-
N80	Q	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	-
P110	e	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03 <sup>e</sup>	0,030 <sup>e</sup>	-
Q125	1	-	0,35	-	1,35	-	0,85	-	1,5	0,99	-	0,02	0,01	-
R95	-	-	0,45 <sup>c</sup>	-	1,9	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	0,45
T95	1	-	0,35	-	1,2	0,25 <sup>d</sup>	0,85	0,4	1,5	0,99	-	0,02	0,01	-

a - O teor de carbono para o L80 pode ser aumentado até no máximo 0,50%, se o produto é temperado em óleo.

b - O teor de molibdênio para o grau C90, tipo 1 não tem tolerância mínima, se a espessura da parede é menor que 17,78mm.

c - O teor de carbono para o R95 pode ser aumentado até no máximo 0,55%, se o produto é temperado em óleo.

d - O teor de molibdênio para o T95, tipo 1 pode ser diminuído até no mínimo 0,15, se a espessura da parede for menor que 17,78mm.

e - Para SE grau P110, o teor de fósforo deve ser no máximo 0,020% e o teor de enxofre no máximo 0,010%.

NL = sem limite. Elementos mostrados devem ser relatados na análise do produto.

### 3.2 Processo de fabricação de tubos API 5CT L80

Os tubos API 5CT grau L80 são produzidos para atenderem a dois tipos de processo, como revestimento (*casing*) de outros tubos e como tubos de produção na perfuração e exploração de poços de petróleo ou gás (*tubing*). São fabricados pelo processo de laminação a quente (sem costura) ou soldados (com costura), com ou sem tratamento térmico, utilizam a norma API Spec 5CT/ISO 11960, 2011 ou a mais atual.

O tubo em estudo foi laminado a quente, portanto sem costura e com tratamento térmico de têmpera e revenimento.

As barras redondas obtidas da aciaria são serradas com um comprimento específico (Figura 3.1a) e depois são carregadas no forno de reaquecimento do tipo soleira rotativa, com aquecimento do bloco até 1200°C (Figura 3.1b), iniciando o processo de laminação a quente. A conformação a quente da barra em tubo sem costura inicia-se em um laminador perfurador tipo “cônico” (*CTP–Cone Type Piercer*); a barra redonda é suportada externamente por dois cilindros de laminação e um mandril é inserido no interior da barra para produzir as formas e dimensões desejadas da lupa, nome dado à primeira perfuração do tubo (Figura 3.2a e 3.2b) e (Figura 3.3).

Em seguida, a lupa entra em um segundo laminador (*PQF – Premium Quality Finishing*) que faz um passe intermediário nas paredes externa e interna da lupa que passa agora, a ser chamada de tubo (Figura 3.4). O processo é executado por três cilindros de laminação equidistantes e um mandril no interior. Após o PQF, o tubo pode passar, ou não, por um processo de reaquecimento em um forno de reaquecimento para, em seguida, chegar ao terceiro laminador, o laminador calibrador (*SM – Sizing Mill*), onde é realizado o acabamento final do tubo. Em seguida o tubo é resfriado ao ar livre e submetidos às operações de desempenho, inspeção não destrutiva (visual, partículas magnéticas, medição do diâmetro externo por laser e medição da parede por ultrassom). Uma serra corta o tubo no comprimento final.

**Figura 3.1– Principais etapas do processo de laminação de tubos: (a) Preparação de barras;(b) Forno de aquecimento.**



(a)

(b)

Fonte: ABB – Projeto VSB, 2012

**Figura 3.2– Principais etapas do processo de laminação de tubos: (a) Vista lateral do laminador CTP; (b) Vista frontal .**

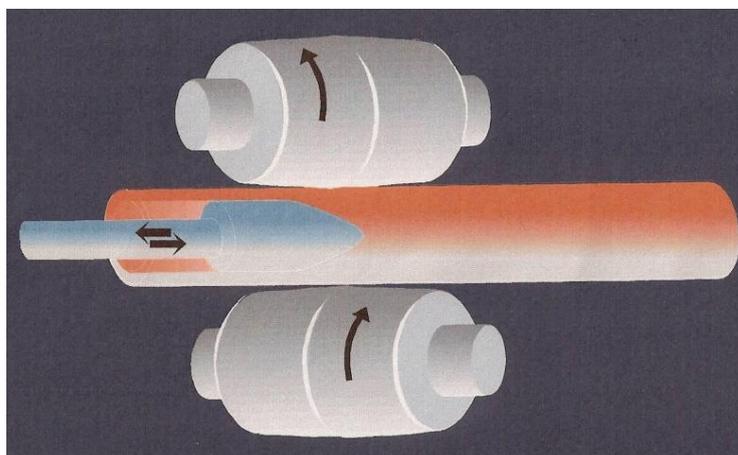


(a)

(b)

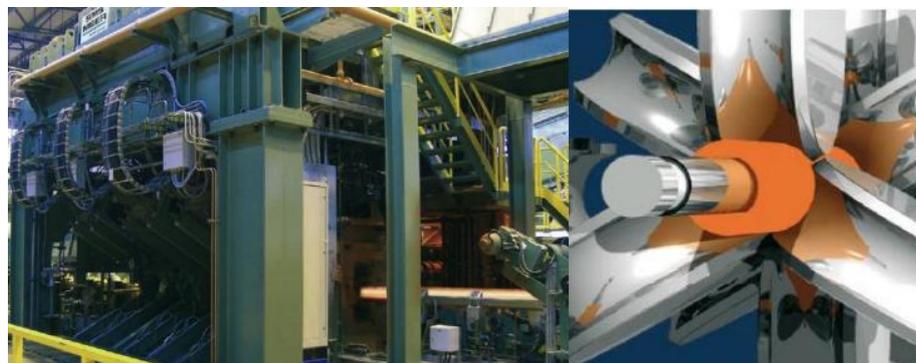
Fonte: ABB – Projeto VSB, 2012

**Figura 3.3 –Processo de perfuração da lupa .**



Fonte: VSB, 2016

**Figura 3.4– Principais etapas do processo de laminação de tubos: (a) Laminador PQF; (b) Desenho esquemático dos rolos e mandril laminando as paredes externa e interna do tubo no PQF.**



(a)

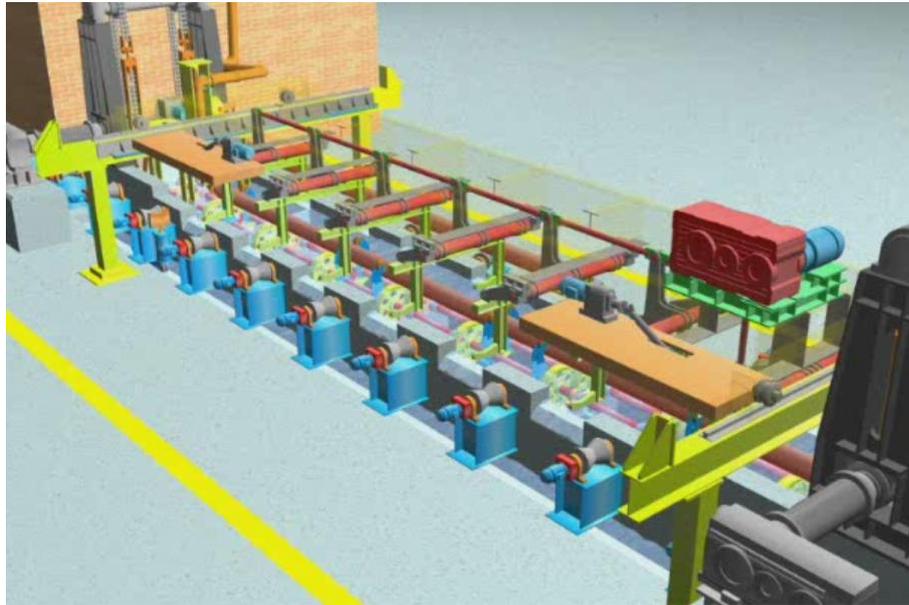
(b)

Fonte: ABB – Projeto VSB, 2012

As demais áreas da laminação são compostas por uma área de acabamento no final do processo de laminação (*Inline Finishing*), uma área para tratamentos térmicos de têmpera e revenimento nos tubos (*QT – Quench Tempering*) e uma área destinada ao acabamento de produtos OCTG, onde são realizados o desempenho do tubo, o teste hidrostático para verificar defeitos, a marcação do tubo, o rosqueamento das pontas do tubo, a montagem de luvas de acoplamento entre os tubos e a formação de feixes.

Na área de tratamento térmico são realizados nos tubos a têmpera e o revenimento, que são os principais tratamentos térmicos aplicáveis a tubos da API 5CT. O processo consiste da passagem do tubo por um forno de austenitização onde é aquecido a 900°C por 20 minutos e em seguida sofre um resfriamento rápido em um tanque de água com jatos interno para garantir uniformidade do processo nas paredes internas e externas do tubo, conforme Figura 3.5. Posteriormente segue para o forno de revenimento onde é aquecido a 620°C por 20 minutos e é resfriado ao ar livre.

**Figura 3.5 – Desenho esquemático de um tanque para têmpera em água com jato externo e interno.**



Fonte: VSB, 2016

### **3.3 Transformações de fases da Austenita no Resfriamento Contínuo**

A austenita pode transformar-se em fases estáveis e metaestáveis durante o resfriamento. Para prever estas mudanças microestruturais utiliza-se geralmente um diagrama de transformação por resfriamento contínuo (TRC), que é um diagrama de fases onde a variável tempo foi introduzida (MANOHAR et al., 1996; THOMPSON et al., 1996).

Após o resfriamento de uma fase austenítica, a microestrutura que se origina depende da composição química e de parâmetros de tratamento térmico (taxa de resfriamento, temperatura de austenitização entre outros) utilizados. As microestruturas são formadas por ferrita, perlita, martensita e bainita ou misturas formadas entre estes quatro constituintes (THOMPSON et al., 1990).

A previsão da microestrutura formada a partir da austenita a diferentes taxas de resfriamento é feita pelos diagramas de transformação de fases no resfriamento contínuo (TRC). Estes diagramas são determinados por técnicas, como a dilatometria, ensaios de compressão a quente e torção com análise térmica

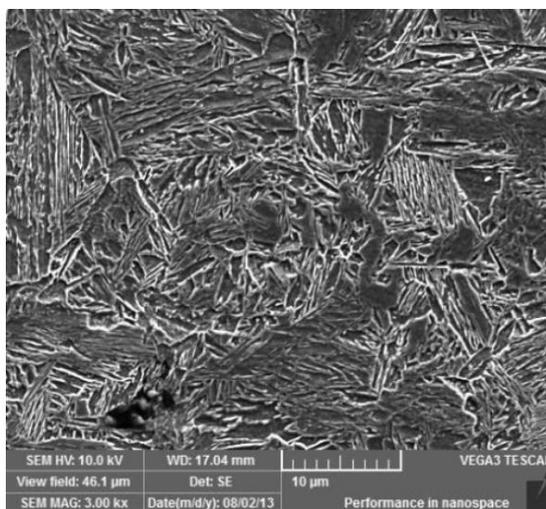
diferencial, análise metalográfica e medições de dureza Vickers (MANOHAR et al., 1996; THOMPSON et al., 1996).

### 3.3.1 Martensita

A martensita, Figura 3.6, é uma fase que se forma a partir da austenita, através de um resfriamento forçado aplicado aos aços carbono, conforme diagrama de transformação em resfriamento contínuo (TRC) da Figura 3.7. A transformação é feita por um resfriamento forçado onde não há tempo suficiente para que os átomos de carbono da fase austenita se difundam para formar os microconstituintes cementita e ferrita (processo não difusional), ficando aprisionados nos sítios octaédricos de uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), formando a estrutura martensítica. A martensita formada muda de estrutura assumindo a forma tetragonal de corpo centrado (TCC), devido à solubilidade dos átomos de carbono na estrutura CCC ser muito baixa. A composição química da austenita é a mesma quando surge a microestrutura martensítica devido ao processo não difusional (KRAUSS, 2005).

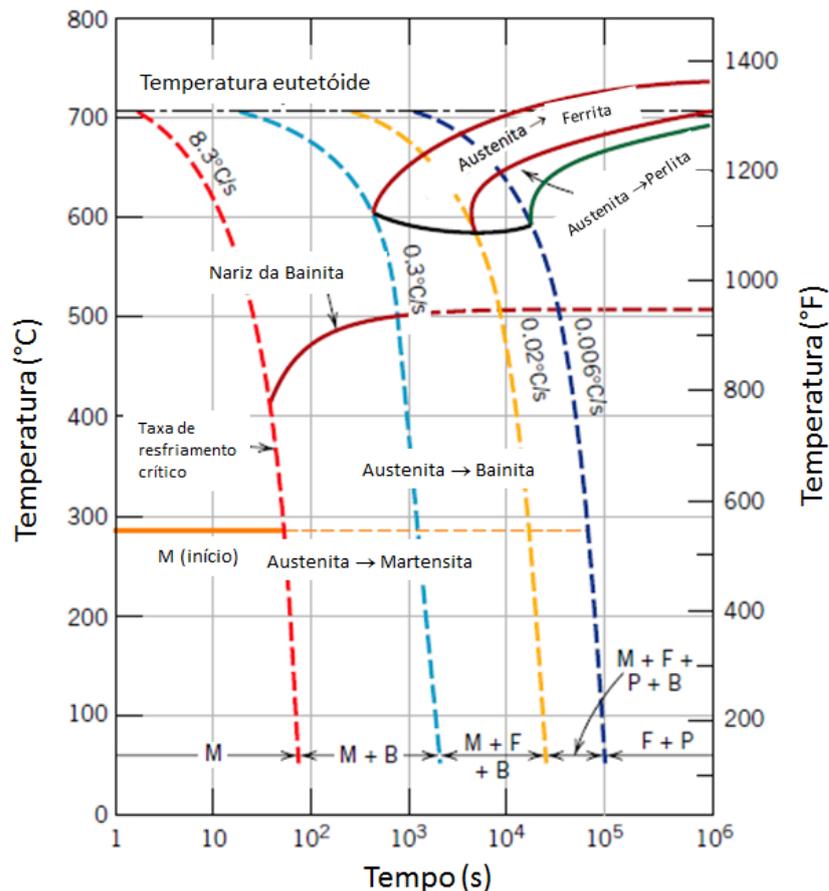
A martensita se forma pelo mecanismo de cisalhamento, onde de forma cooperativa e quase simultânea, muitos átomos se movem, criando um mecanismo muito diferente do movimento átomo por átomo, através de interfaces nas transformações difusionais (KRAUSS, 2005).

**Figura 3.6 – Microestrutura martensítica. Aço ABNT 1045 – Têmpera a 950°C – MEV – 3000x – nital 2%**



A morfologia da martensita para os aços carbonos se apresenta em duas formas principais. A primeira conhecida como placas de martensita, que são formadas em aços que contém alto teor de carbono (maior que 1,0% em peso de C) e podem ser visualizadas no microscópio óptico. A segunda conhecida como ripas de martensita, que são estruturas aciculares muito alinhadas de forma paralela, que se formam em aços de baixo e médio teor de carbono, originadas nos contornos de grão austenítico e são visualizadas por microscopia eletrônica (KRAUSS, 2005).

**Figura 3.7 – Diagrama de transformação por resfriamento contínuo para um aço com 0,40%C, e a superposição de várias curvas de resfriamento**



Fonte: CALLISTER, 2007 (traduzida)

### 3.3.2 Ferrita

A formação da ferrita ( $\alpha$ -Fe) ocorre por meio do resfriamento da austenita nos aços. Conforme as taxas de resfriamento juntamente com o teor de carbono e teor de elementos de liga, várias morfologias de ferrita podem formar durante um

resfriamento contínuo. A ferrita é caracterizada pela baixa solubilidade de carbono, com valor máximo de 0,02% em peso a 727°C. São reconhecidos cinco tipos diferentes (KRAUSS, 2005; THOMPSON et al., 1990):

- Ferrita acicular ou ferrita bainítica: formada a partir da austenita de aços de baixo e ultrabaixo carbono, transforma-se em cristais de ferrita muito finos e alongados. A formação de ferrita acicular é intermediária à formação perlítica (difusional) e à formação martensítica (adifusional). Difere-se da ferrita acicular formada em metais de solda de aços de baixo carbono, que é nucleada intragranularmente em sítios como inclusões, precipitados e outras irregularidades do grão austenítico. Consiste de ripas de ferrita finas e alongadas com elevada razão de forma, não paralelas entre si (THOMPSON et al., 1990);

- Ferrita poligonal ou equiaxial: formada em temperaturas mais altas e a taxas de resfriamento mais baixas, cresce como grãos equiaxiais e é nucleada como alotriomorfa de contorno de grão. É caracterizada pela baixa densidade de discordâncias e ausência de subestrutura de discordâncias, sendo facilmente identificada no microscópio óptico (THOMPSON et al., 1990);

- Ferrita quase poligonal ou massiva: formada por grãos grosseiros com contornos irregulares, que se formam a taxas de resfriamento mais elevadas que a ferrita poligonal, possui subestrutura de discordâncias e alta densidade de discordâncias (THOMPSON et al., 1990);

- Ferrita granular ou bainita granular: se formam a taxas de resfriamento um pouco menores que a ferrita poligonal. A microestrutura é formada de partículas dispersas de austenita retida ou microconstituente martensita/austenita retida (MA), com morfologia granular ou equiaxial, na matriz ferrítica de grãos finos com alta densidade de discordâncias (THOMPSON et al., 1990).

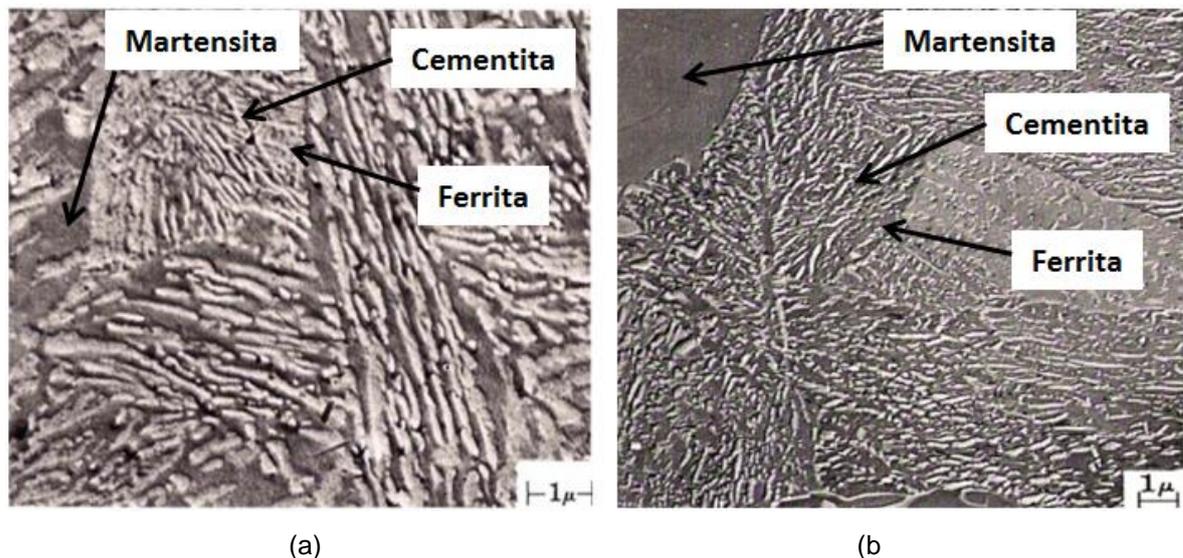
- Ferrita de Widmanstätten: Forma-se em taxas de resfriamento maiores e temperaturas menores que a ferrita poligonal, sendo os cristais grosseiros e alongados, sem evidências de subestrutura dentro dos grãos. Contém baixa densidade de discordâncias (THOMPSON et al., 1990).

### 3.3.3 Bainita

A definição exata da bainita no contexto dos mecanismos de transformação, que são baseados nos aspectos microestruturais, cinéticos e de relevo de superfície gera, ainda, muitas discussões sobre a sua correta identificação. A sua identificação microestrutural é mais complexa quando a bainita se forma como parte de uma microestrutura mista, contendo martensita, perlita, ferrita poligonal ou austenita retida, conforme a Figura 3.8a e 3.8b. Para testar os vários modelos de transformação bainítica estas definições são importantes, mas tem pouco efeito prático na identificação dos produtos da transformação, para correlacionar a microestrutura com as propriedades mecânicas (EDMONDS et al., 1990).

Para o processamento e a fabricação de aços bainíticos comerciais e de novos aços bainíticos é essencial o conhecimento e a classificação da morfologia da bainita. Muitas classificações morfológicas e microestruturais da bainita têm sido propostas, mas não há um consenso sobre o melhor sistema (THOMPSON et al., 1990).

Figura 3.8 – Microestrutura da bainita (a) e (b)



Fonte: HABRAKEN, ECONOMOPOULOS, 1967

O sistema de classificação mais abrangente, que inclui muitas das variações morfológicas encontradas nos aços bainíticos resfriados continuamente e os diversos tipos de bainita formados por transformação isotérmica é o proposto por Bramfitt e

Speerem 1990. O componente básico de todos os tipos de bainita é a morfologia acicular da ferrita (ferrita acicular), que inclui ambas as morfologias da ferrita, na forma de ripas e de placas. O termo bainita serve para as seguintes características morfológicas (BRAMFITT; SPEER, 1990):

- Bainita B1: associação da ferrita acicular com precipitação dentro das ripas (ou placas) de carbonetos (cementita ou carboneto épsilon), semelhante à bainita inferior clássica;
- Bainita B2: associação da ferrita acicular com partículas ou filmes entre as ripas (ou placas) de cementita e/ou austenita, semelhante à bainita superior clássica;
- Bainita B3: associação da ferrita acicular com um constituinte que consiste de “ilhas discretas” formadas de austenita e/ou martensita ou perlita.

#### 3.3.4 Perlita

A perlita é formada de lamelas alternadas de ferrita e cementita, sendo que as colônias de lamelas com suas diferentes orientações e espaçamentos a caracterizam microestruturalmente. As colônias de perlita ocorrem através de nucleação lateral das lamelas de ferrita e cementita. Sobre estas aparecem ramificações de um cristal de cementita que originará novas lamelas. A perlita é o resultado da transformação eutetóide da austenita nos aços, descrita pelo diagrama de equilíbrio Fe-Fe<sub>3</sub>C (KRAUSS, 2005).

### 3.4 Tratamentos Térmicos

Os tratamentos térmicos são definidos como operações de aquecimento e resfriamento de uma liga metálica em seu estado sólido e que visam modificações da sua microestrutura para alterar suas propriedades físicas e mecânicas (KRAUSS, 2005).

Os tratamentos térmicos têm muitos objetivos: aumentar ou diminuir a dureza e/ou a resistência mecânica, remover tensões internas, melhorar a ductilidade e tenacidade, a resistência ao desgaste, a resistência à corrosão, a resistência ao calor, melhorar a usinabilidade e as propriedades elétricas e magnéticas (KRAUSS, 2005)

Alguns tratamentos térmicos são descritos resumidamente abaixo.

#### 3.4.1 Têmpera

Síntese deste tratamento térmico:aquecer o aço até a temperatura de austenitização, mantendo-onesta temperatura por um período de tempo predeterminado e resfriando-o a uma taxa de resfriamento, mais rápida, em que consiga formar a microestrutura martensítica (COLPAERT, 2008).

#### 3.4.2 Normalização

Tratamento térmico realizado por meio da austenitização e resfriamento ao ar.Produz uma fina e uniforme microestrutura de ferrita/perlita nos aços. A alta temperatura aplicada durante a normalização garante que mais carbonetos estarão dissolvidos. O resfriamento ao ar mais rápido produz finos grãos de ferrita e perlita, sendo esta com espaçamento interlamelar menor que o produzido pelo recozimento (KRAUSS, 2005).

#### 3.4.3 Revenimento

Tratamento térmico aplicado após a têmpera nos aços. O objetivo é aumentar a tenacidade e conseqüentemente a diminuição da resistência mecânica, deixando o material menos frágil. O aço temperado é aquecido até uma temperatura abaixo da eutetóide ( $Ac_1$ ), sendo mantido a esta temperatura por certo intervalo de tempo, e finalmente é resfriado ao ar até a temperatura ambiente. O processo de revenimento tem cinco estágios, conforme Tabela(REED-HILL, 1982; KRAUSS, 2005):

Tabela 3.4 – Estágios do processo de revenimento

Estágio	Processo de revenimento
1	Temperatura entre 100 e 250°C: Abaixamento do teor de carbono em uma matriz de martensita para cerca de 0,25% e a formação de um carboneto de transição, carboneto épsilon.
2	Temperatura entre 200 e 300°C: Transformação da austenita retida em ferrita e cementita.
3	Temperatura entre 250 e 350°C: ocorre a substituição do carboneto de transição e a martensita de baixo carbono por ferrita e cementita.
4	Temperaturas entre 350 e 500°C: Coalescimento das partículas de cementita.
5	Temperaturas entre 500 e 650°C: Formação dos carbonetos complexos e compostos intermediários.

Fonte: HABRAKEN, ECONOMOPOULOS, 1967

#### 3.4.4 Temperabilidade

Definição de temperabilidade: propriedade que determina a profundidade e distribuição da dureza induzida pela têmpera. Para os aços C-MN pode representar a capacidade em transformar parcialmente ou completamente a austenita em uma dada porcentagem de martensita. Alguns fatores afetam a temperabilidade, como o tamanho do grão austenítico, os elementos de liga e o teor de carbono (KRAUSS, 2005).

O tamanho de grão influencia na temperabilidade, pois quando os grãos austeníticos são mais finos, maior será a área superficial por unidade de volume, o que demanda em mais sítios potenciais para formação da ferrita e/ou perlita. A temperabilidade aumenta com o aumento do tamanho de grão austenítico (KRAUSS, 2005).

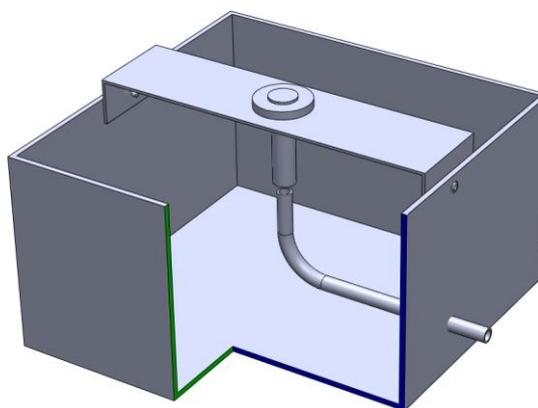
Alguns elementos de liga são adicionados ao aço para aumentar a sua temperabilidade. Estes elementos diminuem a velocidade de nucleação e crescimento da ferrita e/ou perlita, o que aumenta a porcentagem de martensita no

aço. O cobalto é exceção, pois diminui a temperabilidade dos aços. Sabe-se que a temperabilidade aumenta conforme se aumenta do teor de carbono (REED-HILL, 1982).

O boro se destaca, pois pequenas quantidades (na ordem de dezenas de partes por milhão, ppm), aumenta consideravelmente a temperabilidade em aços carbonos baixa liga. A temperabilidade associada ao boro é baseada na suposição de que os átomos de soluto de boro facilmente segregam no contorno de grão austenítico prévio antes da transformação ferrítica, podendo estar presente em duas formas. A primeira como boro livre e a segunda como precipitado de carboneto de boro ( $\text{Fe}_{23}(\text{BC})_6$ ). O boro livre aumenta a temperabilidade dos aços pelo retardo da nucleação da ferrita, que está associado com a capacidade do boro segregar no contorno de grão austenítico. A quantidade ideal de boro, para que se maximize a temperabilidade nos aços é entre 10 a 30ppm, em quantidade maior o efeito da temperabilidade é anulado (UENO; INOUE, 1973).

O ensaio Jominy é o método mais comum para avaliar a temperabilidade. Consiste em resfriar uma das extremidades da amostra, por um jato de água, gerando diferentes taxas de resfriamento ao longo da amostra, conforme esquema da Figura 3.9.

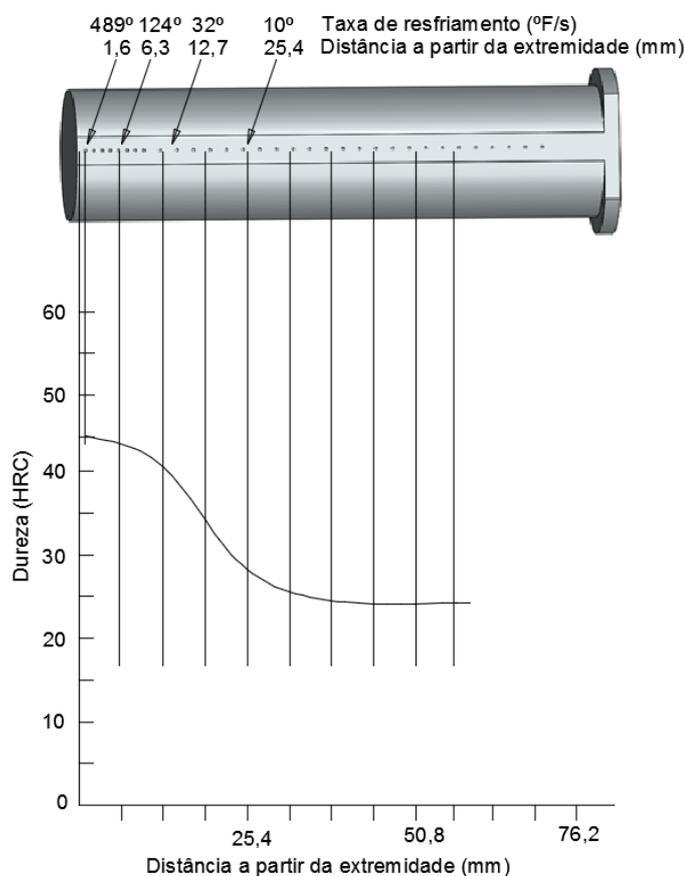
**Figura 3.9 – Desenho esquemático em corte parcial do corpo de prova a ser resfriado em um equipamento conforme a norma para ensaio Jominy.**



Fonte: Próprio autor.

Após o término da têmpera, retificam-se duas superfícies planas e paralelas em lados opostos da amostra e faz-se a medição da dureza em intervalos normatizados a partir da face que recebeu o jato de água. Pode-se então avaliar a temperabilidade do aço por meio dos valores de dureza em função da distância da extremidade temperada como exibido na figura 3.10 (KRAUSS, 2005).

**Figura 3.10 – Método de plotar dados de dureza de uma amostra com a extremidade temperada Jominy.**



Fonte: KRAUSS, 2005 (adaptada)

### 3.5 Superligas de Níquel

Devido às necessidades de resistência à corrosão, por causa das condições agressivas de operação das turbinas de aviões, em 1930 nos Estados Unidos foram desenvolvidas as primeiras superligas de níquel. Outras aplicações para esta superliga, geralmente em utilizações para alta temperatura, são em motores de

foguetes, plataformas de petróleo, submarinos, entre outros (BARBOSA, 2014). Além do níquel, está relacionada a presença do cromo, contribuindo para a resistência à corrosão e de outros elementos de ligas que conferem, em altas temperaturas, uma boa resistência mecânica (BROOKS, 1982).

As superligas apresentam uma ou mais propriedades muito superiores que os aços em geral (aço carbono, aços inoxidáveis, etc). As ligas mais comuns são as de níquel, embora existam outras, como as que são à base de cobalto. (FARINA, 2011). As características mais relevantes são alta resistência em ambientes corrosivos, ao desgaste e em elevadas temperaturas ou mesmo a combinação de todos estes fatores (DEEVI et al., 1997).

As superligas de níquel têm estrutura cristalina essencialmente CFC (cúbica de face centrada) com matriz austenítica ( $\gamma$ ). Isso garante boas características, como capacidade de manter a resistência a tração, à ruptura e boas propriedades de fluência em temperaturas mais altas, em comparação às superligas que têm matriz CCC (cúbica de corpo centrado). A alta solubilidade de muitos elementos de liga na matriz austenítica é de grande importância, juntamente com a capacidade de controle da precipitação de fases intermetálicas, como  $\gamma'$ , conferindo alta resistência mecânica. Este endurecimento pode ser aumentado pela formação de carbonetos, e também pela dissolução de alguns elementos na matriz (endurecimento por solução sólida) (BARBOSA, 2014).

O níquel puro possui ponto de fusão  $1455^{\circ}\text{C}$  e estrutura cristalina CFC. A densidade da maioria das superligas de níquel fica entre  $7,79$  e  $9,32\text{g/cm}^3$ , devido ao níquel puro possuir densidade de  $8,9\text{g/cm}^3$ . Como exemplo, pode ser mencionado o Inconel<sup>®</sup> 100, que contém cerca de 60 % de níquel tem densidade igual a  $7,79\text{g/cm}^3$ , devido aos elevados teores de alumínio e de titânio. Já as superligas com altos teores de tungstênio e tântalo podem ter densidades da ordem de  $9,07\text{g/cm}^3$ . A densidade é uma propriedade importante, pois a redução da densidade do componente da turbina de um jato leva a um aumento das tensões centrífugas, reduzindo a vida útil do componente. (BARBOSA, 2014).

Não apenas a resistência mecânica é necessária às superligas, propriedades como fadiga mecânica de alto e de baixo ciclo e a fadiga térmica caracterizam a alta ductilidade destas superligas. As ligas de níquel também são de difícil usinagem, mas são facilmente soldáveis, têm boa condutividade térmica, elétrica e propriedades magnéticas tornando-a uma liga metálica muito valiosa (BARBOSA, 2014; MUNEKATA, 2011).

### 3.5.1 Elementos de liga na microestrutura e propriedades mecânicas das ligas de níquel

As propriedades das superligas de níquel em altas temperaturas, assim como a resistência mecânica e a resistência a corrosão, são adquiridas com a adição de elementos de liga no níquel, melhorando as propriedades que seriam obtidas apenas com a matriz austenítica (CFC) ricas em níquel na fase gama ( $\gamma$ ) (MUNEKATA, 2011). A Tabela 3.5 mostra algumas fases formadas nas superligas de níquel, conforme o elemento de liga presente.

#### a) Elementos formadores das fases $\gamma'$ e $\gamma''$

A formação de solução sólida rica em níquel é propícia quando elementos de liga que possuem raio atômico semelhantes ao seu, como ferro, cromo, molibdênio e tungstênio são utilizados, o que facilita o processo de endurecimento por solução sólida (DING, 1997).

O ferro é adicionado para melhorar a resistência mecânica a altas temperaturas, pois tem a função de aumentar a solubilidade do carbono no níquel e também para reduzir custos. (D'OLIVEIRA et al., 2001). O tungstênio promove o aumento da resistência à atmosfera ácida não oxidante, aumento da resistência à corrosão e a resistência a elevadas temperaturas. Devido a ser mais raro, o tungstênio não é utilizado em grandes quantidades (DING, 1997; D'OLIVEIRA et al., 2001).

Tabela 3.5 – Fases encontradas em superligas de níquel

Fase	Estrutura	Fórmula	Comentários
$\gamma'$	CFC	$Ni_3(Al,Ti)$	Fase deletéria e metaestável formada em altas temperaturas. Precipita em geral na forma de agulhas de Widmanstätten
$\eta$	Hexagonal	$Ni_3Ti$	Principal fase endurecedora das ligas de Ni que contenham Nb. A precipitação em geral ocorre na forma de discos coerentes com a matriz $\gamma$
$\gamma''$	Tetragonal	$Ni_3Nb$	Principal fase endurecedora das ligas de Ni que contenham Nb. A precipitação em geral ocorre na forma de discos coerentes com a matriz $\gamma$
$\delta$	Ortorrômbica	$Ni_3Nb$	Fase frágil e deletéria as propriedades. Precipita em alta temperatura na forma de agulhas (baixa temperatura –superenvelhecimento) ou filmes nos contornos de grãos (Altas temperaturas – solubilização)
$\mu$	Romboédrica	$(Fe,Co)_7(Mo,W)_6$	Presente nas ligas de altos teores de Mo e W. Precipita na forma de agulhas de Widmanstätten em altas temperaturas
Laves	Hexagonal	$(Nb, Mo, Ti, Si)(Ni, Cr, Fe)_2$	Fase deletéria. Precipita-se na forma de glóbulos alongados após a exposição em altas temperaturas
$\sigma$	Tetragonal	FeCr, FeCrMo, CrFeMoNi, CrCo e CrNiMo	Fase deletéria. Precipita-se na forma de glóbulos em geral alongados em ligas que permaneceram por longos períodos em temperaturas entre 540°C e 980°C
M(C,N)	FCC	M(C,N) onde M = Ti, Nb, Hf, Zr ...	Carbonetos primários ou secundários. Dependentes do teor de C e de N das ligas e dos elementos formadores. Elevam as resistências ao desgaste e mecânica
$M_{23}C_6$	FCC	$(Cr,Fe,Mo,W)_{23}C_6$	Carbonetos precipitados durante o envelhecimento das ligas para aumento da resistência mecânica. Em geral precipitação em glóbulos e placas nos contornos de grão
$M_6C$	FCC	$Fe_3Mo_3C$	Carboneto secundário
$M_3B_2$	Tetragonal	$Mo_2FeB_2, Nb_3B_2$	Boreto presente em ligas com elevado teor de B.

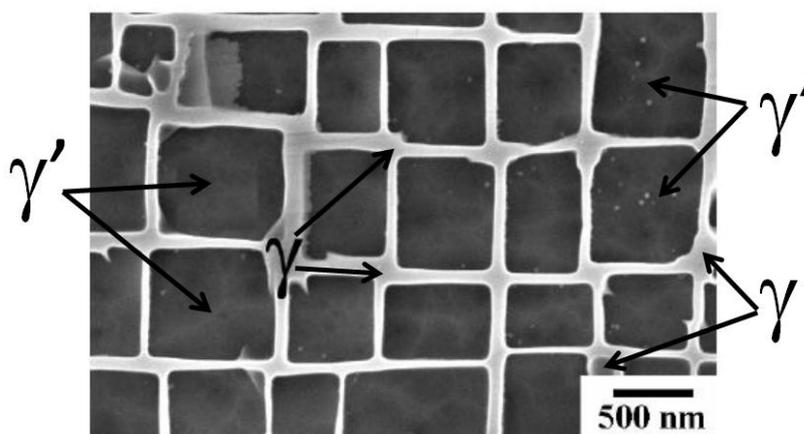
Fonte: FARINA, 2011 (adaptada).

O alumínio e titânio ao se combinarem com o níquel formam a fase  $\gamma'$ , responsável pelo endurecimento das superligas, que são resistentes, mesmo em altas temperaturas. Por ser CFC, como a matriz  $\gamma$ , induz o aparecimento de pequenas

distorções no reticulado, sendo os precipitados coerentes com esta matriz  $\gamma$ . As distorções são associadas a tensões elásticas, as quais dificultam o movimento das discordâncias. Os precipitados de  $\gamma'$  são geralmente muito finos e de formato geralmente cúbico, mas podem ter outras morfologias conforme os ciclos termomecânicos a que forem submetidos (BARBOSA, 2014).

A fase  $\gamma'$ , não sofre amaciamento em elevadas temperaturas, e em alguns casos até endurece a liga. E a fonte de resistência mecânica em altas temperaturas das superligas de níquel. A fase  $\gamma'$  apresenta ductilidade muito inferior a matriz  $\gamma$ (FARINA, 2011). Fases  $\gamma$  e  $\gamma'$ , observada em MEV, na microestrutura típica de uma superliga de níquel, são mostradas na Figura 3.11.

**Figura 3.11 – Fases  $\gamma$  e  $\gamma'$  em uma microestrutura típica de uma liga a base de níquel ( $\gamma$  é a fase clara e  $\gamma'$  é a fase escura)**



Fonte: FARINA, 2011 (adaptada).

A fase  $\gamma''$ , corresponde ao intermetálico  $\text{Ni}_3\text{Nb}$ , e surge nas superligas de níquel quando os teores dos elementos ferro e nióbio são mais elevados. Sua estrutura é cristalina tetragonal de corpo centrado (TCC) e seu efeito endurecedor é maior do que o apresentado pela fase  $\gamma'$  (BARBOSA, 2014).

#### b) Formação de carbonetos: Carbono

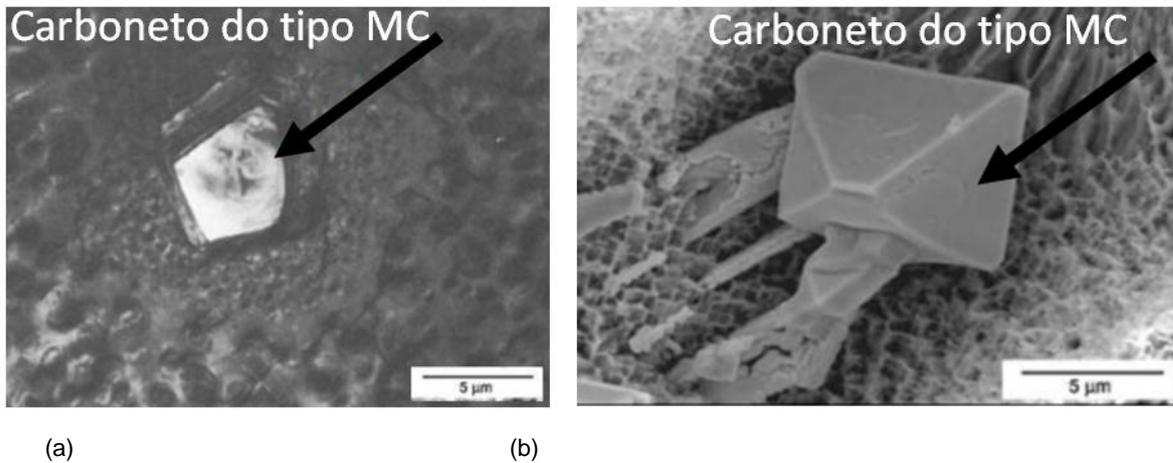
A principal contribuição do carbono presente nas superligas de níquel é o endurecimento da mesma. Os carbonetos são fases onde a estequiometria

apresenta a combinação de átomos de carbono (C) com átomos de algum metal (M) de grande afinidade pelo carbono como, por exemplo, o cromo, o molibdênio, o nióbio, entre outros, ou seja, se apresentam na forma de partículas do tipo MC,  $M_{23}C_6$ ,  $M_7C_3$  e  $M_6C$ . Cada carboneto apresenta uma morfologia característica. O MC apresenta morfologia cúbica aleatória, por exemplo, o  $M_{23}C_6$  tende a se formar nos contornos de grão na forma de partículas volumosas, descontínuas e irregulares, e também aparecer como plaquetas ou com formatos geométricos regulares. Os do tipo  $Cr_7C_3$  também se formam intergranularmente como partículas volumosas. O  $M_6C$  pode ser encontrado na forma de blocos volumosos ou, mais raramente, como estruturas aciculares de Widmanstätten. Os carbonetos são partículas que restringem o movimento de contornos de grãos em altas temperaturas, evitando ou minimizando o amolecimento causado pelo crescimento de grão e, pelo mesmo motivo, aumentam a resistência à fluência da liga (BARBOSA, 2014).

A formação dos carbonetos do tipo MC é logo após a solidificação. Surgem distribuídos isoladamente entre as dendritas. Apresentam estrutura cristalina do tipo cúbica de face centrada (CFC), densa, compacta. Quando são expostos a temperaturas elevadas, acima de  $815^\circ\text{C}$ , irão se decompor e formarão carbonetos mais estáveis, como os carbonetos  $M_{23}C_6$  ou  $M_6C$  (MUNEKATA, 2011).

Os carbonetos do tipo  $Cr_7C_3$ , não são, em geral, muito estáveis em superligas mais complexas e tendem a se transformar em carbonetos  $M_{23}C_6$  durante o envelhecimento. Estes carbonetos do tipo  $M_{23}C_6$  são encontrados em grande quantidade nas superligas com elevados teores de cromo. Estes carbonetos são formados durante tratamentos térmicos ou em serviço, em faixas de temperaturas que variam entre  $760^\circ\text{C}$  a  $980^\circ\text{C}$ , a partir da degeneração dos carbonetos MC. Estão localizados nos contornos de grão e promovem uma diminuição da resistência à ruptura através da inibição dos deslizamentos nos contornos de grão, causando ruptura prematura das superligas de níquel. Já os carbonetos  $M_6C$  são semelhantes aos  $M_{23}C_6$ , e são formados quando os teores de elementos refratários são altos (BARBOSA, 2014). A Figura 3.12 apresenta dois tipos de carbonetos citados anteriormente.

Figura 3.12 – As setas nas imagens de MET indicam a visualização de carbonetos do tipo MC dentro do grão; (a) REED, 2006 e (b) SANTOS, 2012.



Fonte: REED, 2006; SANTOS, 2012 (adaptada).

### c) Fases delta, sigma, mu e Laves

As fases indesejáveis surgem nas ligas em que a composição química não tenha sido cuidadosamente controlada, o que pode levar a um comprometimento das propriedades mecânicas do material, principalmente durante os tratamentos térmicos e até mesmo em operações em serviço. Estas fases são nocivas à liga e possuem morfologia de plaquetas finas que se nucleiam preferencialmente nas partículas de carbonetos presentes nos contornos de grãos. As fases típicas desta nucleação são; a fase  $\delta$  (delta) e as fases denominadas TCP (Topologically Close-Packed Phases ou fases topologicamente compactas), sigma ( $\sigma$ ), mu ( $\mu$ ) e Laves. (BARBOSA, 2014).

Estas fases comprometem de forma significativa as propriedades das superligas. Sua morfologia em forma de plaquetas constitui um ponto preferencial de nucleação e propagação de trincas ou prejudicam a resistência mecânica em altas temperaturas, pois causam o amolecimento da superliga de níquel (BARBOSA, 2014).

A fase  $\sigma$  frequentemente é formada a partir de carbonetos  $M_{23}C_6$ . A perda de átomos pelo carboneto  $M_{23}C_6$  favorece a formação da fase  $\sigma$  devido às suas topologias serem semelhantes. A nucleação da fase  $\sigma$  pode ser formada a partir de partículas

de carbonetos, porém, em geral, crescem a partir da matriz  $\gamma$ . A mesma interação pode ser feita para a fase  $\mu$  e o carboneto  $M_6C$  (MUNEKATA, 2011).

As fases TCP, quase sempre tem a forma de plaquetas, as quais se mostram como agulhas no plano bidimensional de imagens microestruturais. Nucleiam-se próximas aos contornos de grãos onde nestas regiões a concentração de elementos como Cr e Mo é maior, o que favorece a formação destas fases. Devido ao efeito da morfologia destas fases, as propriedades mecânicas das superligas de níquel, de modo geral, tem uma significativa piora. As mais relevantes são a redução da resistência à ruptura em temperaturas elevadas e a perda de ductilidade (BARBOSA, 2014).

#### d) Cromo

O cromo, quando adicionado às ligas, faz com que a resistência à oxidação-corrosão se eleve consideravelmente, pois há a formação de uma camada passiva de óxido de cromo ( $Cr_2O_3$ ), que impede o avanço da corrosão, devido à aderência e estabilidade desta camada. O cromo desempenha uma importante função, elevando a resistência à oxidação das superligas de níquel, porém, possui efeito endurecedor efetivo através do endurecimento por solução sólida, além de propiciar a formação de carbonetos de cromo. Esta camada passiva de óxido de cromo ( $Cr_2O_3$ ) aumenta a resistência à oxidação em ambientes com ácido nítrico ( $HNO_3$ ), ácido crômico ( $H_2CrO_4$ ) e vapores sulfurosos a alta temperatura. (BARBOSA, 2014).

#### e) Molibdênio

O molibdênio promove, da mesma forma que o tungstênio, o aumento da resistência à atmosfera ácida não oxidante, à corrosão e a resistência a elevadas temperaturas (DING, 1997; D'OLIVEIRA et al., 2001).

A combinação do molibdênio com carbonetos do tipo MC logo após a solidificação transforma-os em elementos mais refratários. Surgem distribuídos isoladamente entre as dendritas. A estrutura é cristalina do tipo CFC, densa, compacta e que confere alta resistência mecânica, sendo considerado um dos

compostos mais estáveis encontrados na natureza. Em presença de temperaturas elevadas, acima de 815°C, se decompõem e formam carbonetos mais estáveis, como os carbonetos  $M_{23}C_6$  ou  $M_6C$  (MUNEKATA, 2011).

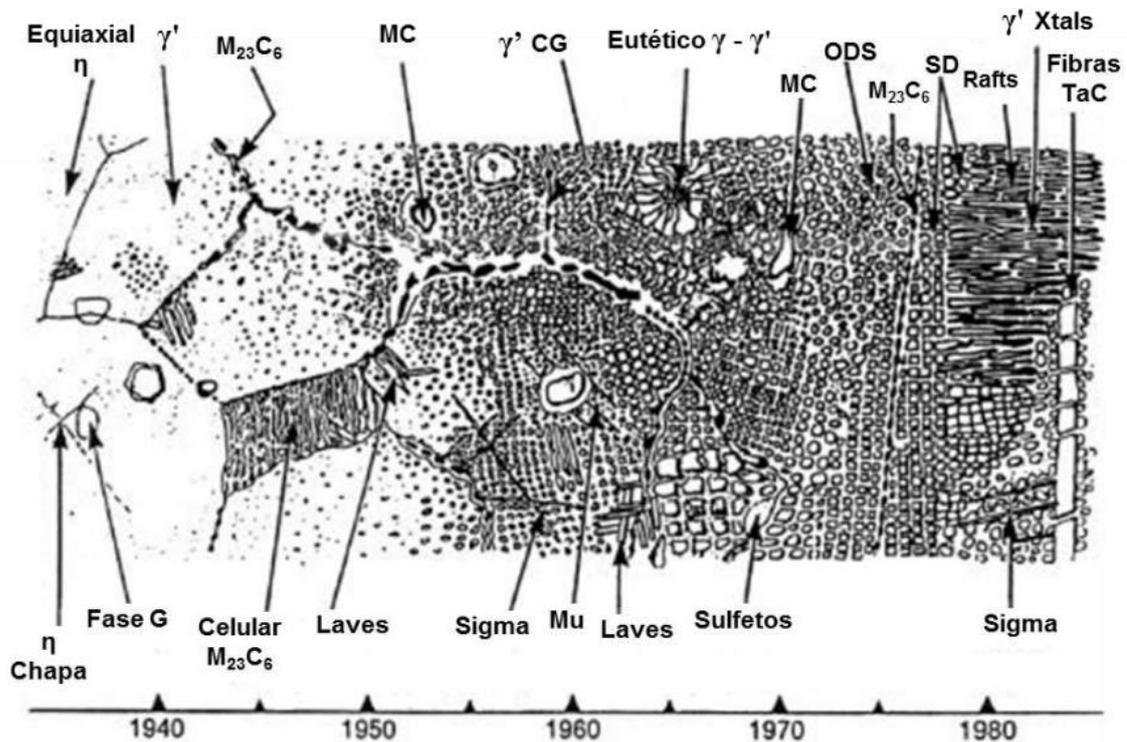
#### f) Nióbio

O nióbio promove uma resistência mecânica excepcional e tenacidade, atuando juntamente com o molibdênio para endurecer a matriz níquel-cromo da liga. Melhora a resistência à fadiga e resistência à corrosão de íons cloreto.

Quando em teores mais elevados o nióbio e o ferro formar a fase  $\gamma''$ , corresponde ao intermetálico  $Ni_3Nb$ . Sua estrutura é cristalina TCC e seu efeito endurecedor é maior do que o apresentado pela fase  $\gamma'$  (BARBOSA, 2014).

Uma representação esquemática da morfologia da microestrutura das superligas de níquel ao longo dos anos é mostrada na Figura 3.13.

**Figura 3.13 – Evolução ao longo dos anos da microestrutura das superligas de níquel.**



Fonte: ALMEIDA, 2016 – (adaptada de PINTO, 2001 apud SMITH, 1993).

### 3.5.2 Liga metálica INCONEL<sup>®</sup> 625

A liga INCONEL<sup>®</sup> 625 é uma marca registrada da SpecialMetals Corporation e suas subsidiárias. Seu código segundo a UNS - UnifiedNumbering System (Sistema de Numeração Unificado) é UNS N06625, conforme norma W.Nr. 2.4856.

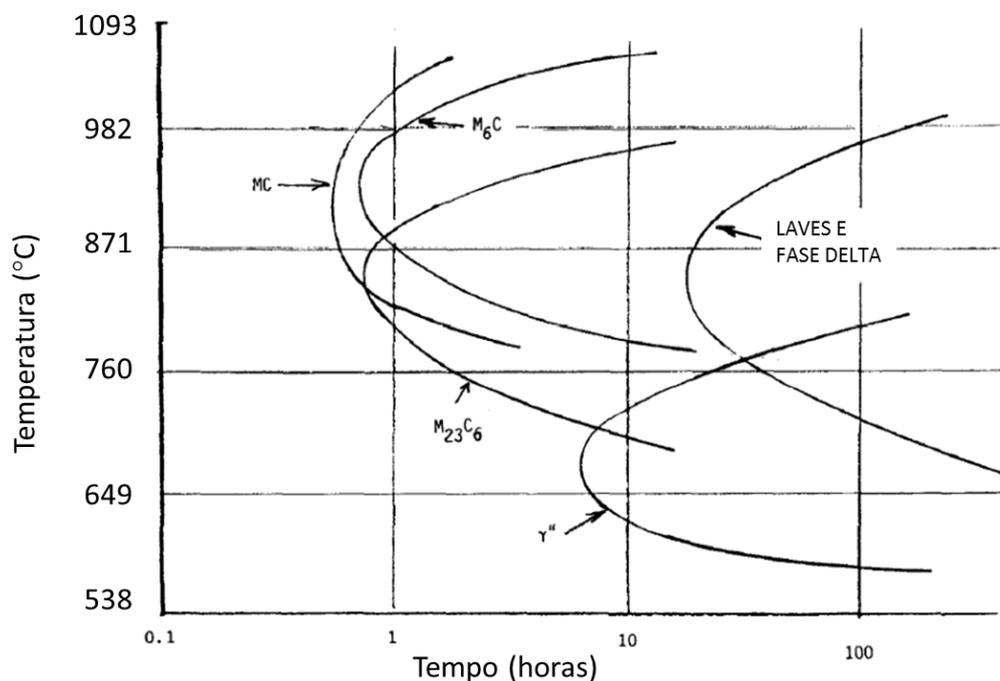
Suas aplicações incluem a indústria aeroespacial, reversores de turbinas, equipamentos para utilização marítima subaquática (sub-sea), equipamentos de processo químico e petroquímico e equipamentos para prospecção e refino de petróleo (FLOREEN; FUCHS; YANG, 1994).

A sua resistência mecânica excepcional e tenacidade é devida à adição de nióbio, que atua com o molibdênio para endurecer a matriz níquel-cromo da liga. Possui excelente resistência à fadiga e resistência à corrosão de íons cloreto. Tem excelente soldabilidade. Esta liga resiste a uma grande variedade de ambientes severamente corrosivos e é especialmente resistente à corrosão por pite e em fresta (FLOREEN; FUCHS; YANG, 1994; SILVA et al., 2012).

Conforme o diagrama TTT indicado na Figura 3.14, um número de diferentes carbonetos e compostos intermetálicos podem precipitar na liga do INCONEL<sup>®</sup> 625 após exposição térmica, por vezes na ordem dos 0,1 até 100 horas. Outras alterações podem ocorrer com exposições mais prolongadas (FLOREEN; FUCHS; YANG, 1994).

A Tabela 3.6 mostra as estruturas cristalinas e composições típicas em valores percentuais atômicos destas fases. Existem duas morfologias diferentes de NbC: a forma em blocos que se forma durante a solidificação e a forma dendrítica relatada em soldagens e também visto como um filme de contorno de grão fino após tratamento térmico de material forjado (FLOREEN; FUCHS; YANG, 1994).

**Figura 3.14 – Diagrama Tempo-Temperatura-Transformação de fases em altas temperaturas da liga INCONEL® 625.**



Fonte: FLOREEN et al, 1994 – (adaptada e traduzida)

Três carbonetos diferentes podem precipitar nos contornos de grão, sendo estes dependentes da temperatura. Em temperaturas mais elevadas, cerca de 871°C a 1038°C, os carbonetos possíveis de serem formados são NbC, de grãos finos na região de contorno e  $M_6C$ , em que M é principalmente Ni, Cr, e Mo. Na faixa de 704°C a 871°C, os carbonetos nos limites dos grãos são principalmente  $M_{23}C_6$ , em que M é quase inteiramente Cr. Depois das temperaturas intermediárias de tratamentos térmicos, todos os três carbonetos pode geralmente ser encontrados. Com exposições de tempos mais longos, a partir de 24 horas e no intervalo entre 704°C a 982°C, começam a precipitar tanto a fase Delta quanto a Laves (FLOREEN; FUCHS; YANG, 1994).

**Tabela 3.6 – Estrutura e composição típica das fases encontradas em ligas de INCONEL® 625 quando expostas a altas temperaturas**

Fase	Estrutura	Composição
MC	Cúbica	(Ti,Cr,Fe,Ni,Nb,)C
M <sub>6</sub> C	Cúbica	(Cr,Fe,Ni, Nb,Mo,Si) <sub>6</sub> C
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	Cúbica	(Cr,Fe,Ni,Mo) <sub>23</sub> C <sub>6</sub>
γ''	Tetragonal	Ni <sub>3</sub> (Nb,Ti,Al)
δ	Ortogonal	Ni <sub>3</sub> (Nb)
Laves	Hexagonal	(Cr,Fe,Ni) <sub>2</sub> (Si,Ti,Nb,Mo)
(Cr,Nb) <sub>2</sub> N	Tetragonal	(Cr,Ni,Nb,Mo) <sub>2</sub> N

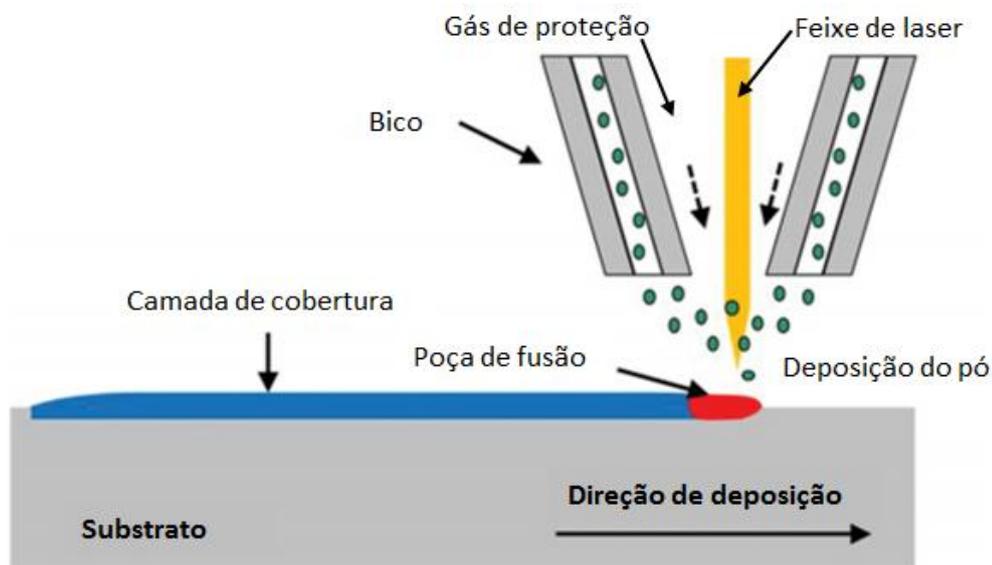
Fonte: FLOREENet al, 2016 – (adaptada e traduzida)

### 3.6 Processo de deposição a laser (*Laser overlay*)

O revestimento a laser é baseado em lasers de díodo de alta potência que fundem a superfície do substrato e o material de revestimento, que pode ser em fio, tira ou em pó. Conhecido por fornecer um revestimento de alta qualidade devido à diluição extremamente baixa, baixa porosidade e boa uniformidade da superfície (Y. S. LEE et al, 2014).

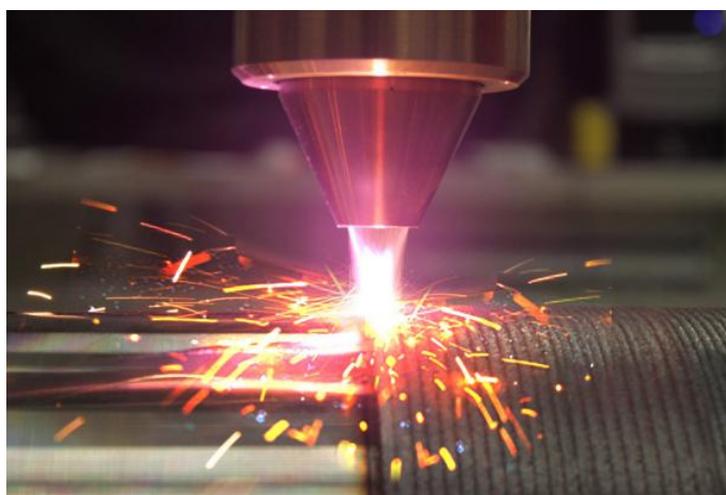
É um processo de alta energia, gerando baixo aporte térmico e resfriamento rápido e conseqüentemente contribuindo para uma pequena zona termicamente afetada (ZTA). Na maioria dos casos, elimina distorções na peça, reduz a necessidade de pós-processamento e a perda de elementos de liga ou endurecedores. A figura 3.15 mostra um desenho esquemático do processo de deposição a laser (Y. S. LEE et al, 2014) e a Figura 3.16, uma deposição real.

**Figura 3.15 – Desenho esquemático do processo de revestimento a laser usando bocal axial de alimentação de pó.**



Fonte: Y. S. LEE, 2014 (traduzida).

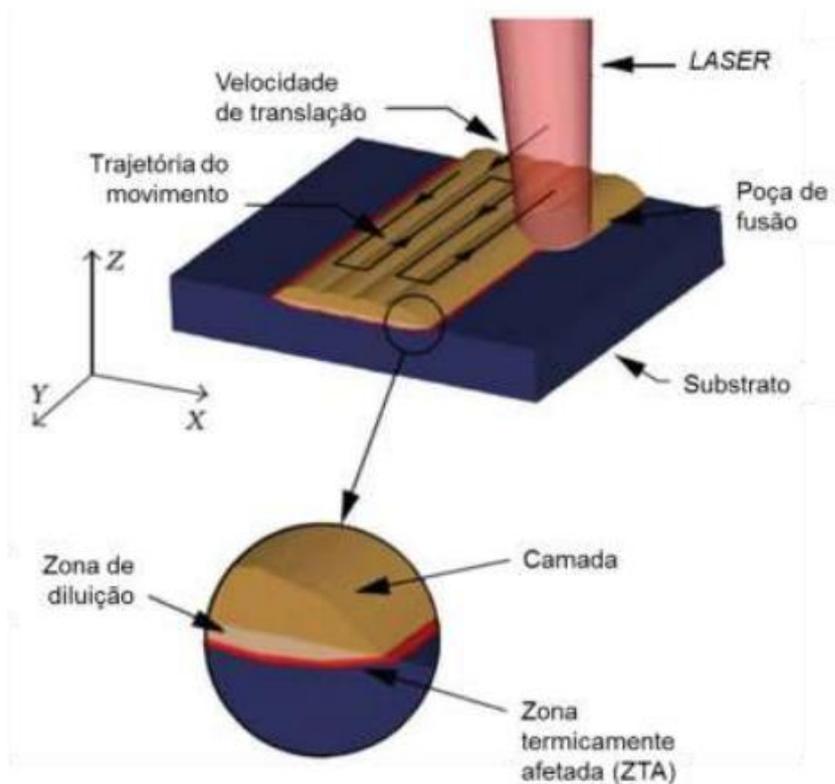
**Figura 3.16–Processo de revestimento a laser usando bocal axial de alimentação de pó**



Fonte: LOUKAS WELDINGS, 2016.

O processo de revestimento a laser é explicado esquematicamente na Figura 3.17, onde feixe é focado e movido sobre a superfície do substrato gerando um banho de fusão onde o fluxo de metal em pó é depositado. O pó é fundido e novamente se solidifica criando assim uma camada depositada, caracterizada por elevada densidade e por boa ligação ao substrato. Em destaque na figura 3.17 uma estreita zona de diluição e uma pequena ZTA (ALGELASTRO et al., 2013).

Figura 3.17 – Representação esquemática do processo de revestimento a laser



Fonte: ALGELASTRO et al., 2013 (adaptado).

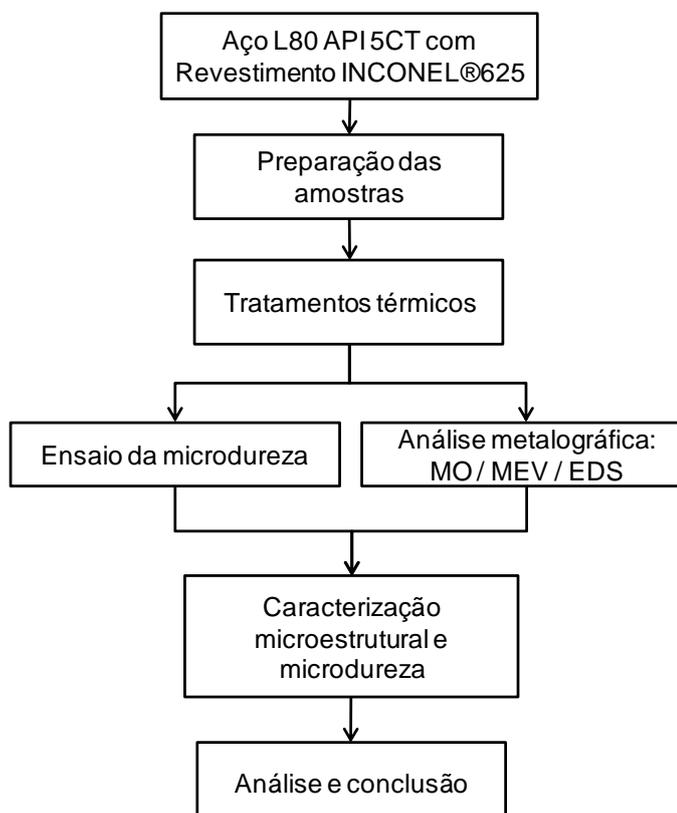
## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Descrição geral do trabalho realizado

Este trabalho de pesquisa foi desenvolvido de forma experimental, com a deposição de um revestimento da liga INCONEL®625 sobre um substrato (aço API 5CT grau L80) pelo processo de soldagem a laser overlay, tendo como consumíveis o pó da liga INCONEL®625 e argônio como gás de proteção.

No desenvolvimento experimental deste trabalho, conforme Figura 4.1, tem a sequência das etapas do estudo: a preparação dos corpos de prova, que consiste em serrar, retificar, lixar e polir as amostras, a medição da microdureza por um equipamento específico para esta medição e as caracterizações microestruturais do revestimento e do substrato antes e após a realização dos tratamentos térmicos, usando as técnicas de microscopia óptica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia por dispersão de energia (EDS).

Figura 4.1 – Fluxograma experimental



Fonte: Próprio autor.

Os ensaios de microdureza, microscopia óptica e MEV/EDS, foram realizados em seis amostras, sendo uma delas no estado como recebido, ou seja, estado como depositado e nas demais foram realizados diferentes tratamentos térmicos com o objetivo de verificar o comportamento do revestimento/substrato em condições próximas às possíveis operações industriais.

## 4.2 Materiais

### 4.2.1 Substrato

O material utilizado como substrato foi retirado de um tubo de aço sem costura de 244,1mm de diâmetro externo e 13,84mm de espessura de parede, fabricado de acordo com a norma API 5CT grau L80 tipo 1. A composição química especificada está mostrada na Tabela 4.1, onde a porcentagem de carbono e manganês conferem a este aço uma alta temperabilidade e o favorecimento de formação de martensita revenida, quando aplicada a têmpera e o revenimento, que é necessária para atendimento à norma API 5CT L80. As propriedades mecânicas especificadas estão na Tabela 4.2. O tubo de aço sem costura, usado como substrato, foi laminado a quente e subsequentemente passou pelo processo de tratamento térmico de têmpera em tanque de água com lança interna e revenimento. A temperatura de austenitização foi de 900°C por 20 minutos e a temperatura de revenimento foi de 620°C por 20 minutos.

**Tabela 4.1 - Especificação química do Grau L80 tipo 1 de acordo com a API 5CT (máximo teor % em peso)**

<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Mo</b>	<b>Ti</b>	<b>Cu</b>	<b>B</b>	<b>Al</b>	<b>Fe</b>
0,43	1,90	0,45	---	0,25	---	---	0,35	---	---	Balanço

Fonte: API 5CT, 2009.

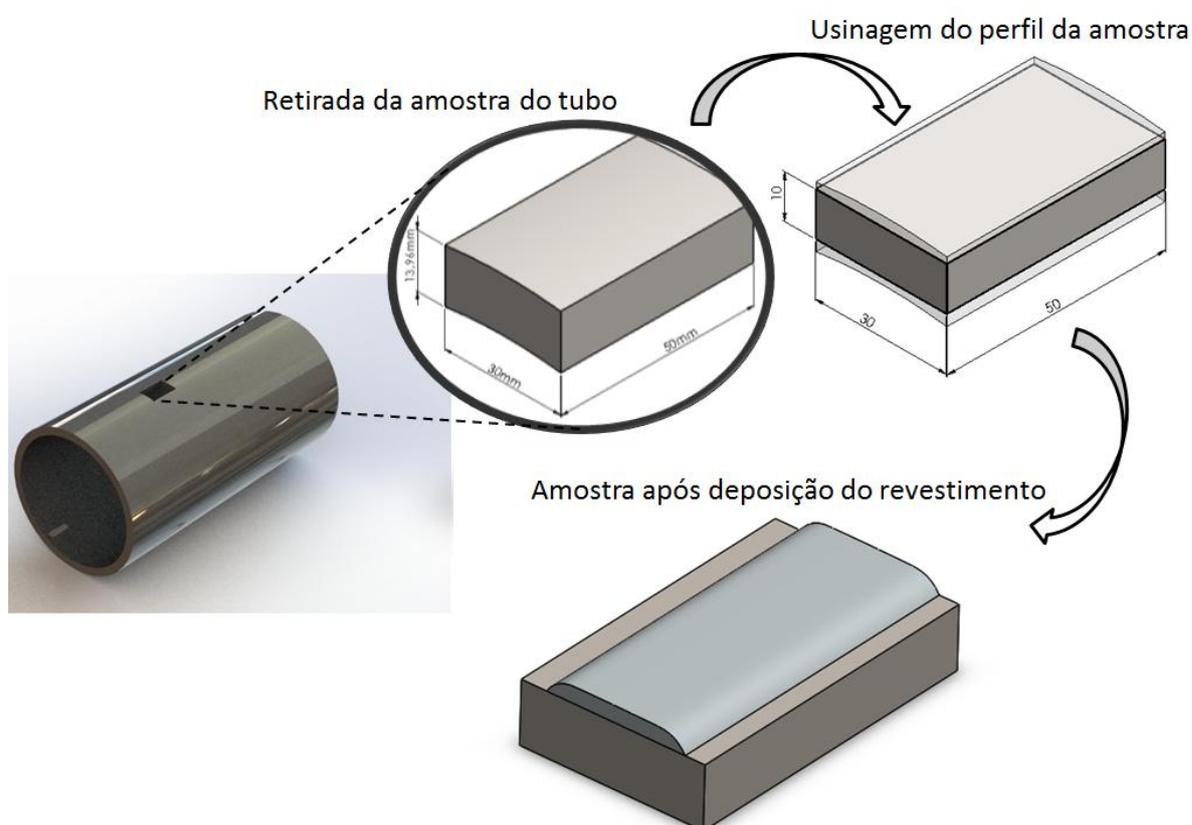
**Tabela 4.2 -Propriedades mecânicas especificadas do aço grau L80 de acordo com a norma API 5CT**

Propriedade mecânica	Valor mínimo	Valor máximo
Limite de Escoamento	552MPa	655MPa
Limite de Resistência	655MPa	-
Dureza	-	23 HRC

Fonte: API 5CT, 2011.

A geometria das amostras do substrato usado para a deposição foi uma chapa de 30mm x 50mm com espessura de 10mm, como mostrado esquematicamente na Figura 4.2.

**Figura 4.2 – Desenho esquemático da retirada da amostra do tubo e deposição do revestimento**



Fonte: Próprio autor.

#### 4.2.2 Revestimento e procedimento de deposição a laser

O material utilizado para o revestimento foi a INCONEL<sup>®</sup>625 depositada sob a forma de um pó metálico, pelo processo de soldagem a laser overlay com proteção gasosa feita com argônio. A composição química (% em peso), especificada na Tabela 4.3, e as propriedades mecânicas, na Tabela 4.4 foram fornecidas pela empresa Ogramac, executante da soldagem e fornecedora do pó metálico e estão conforme a norma ASTM B705 (UNS N06625).

O procedimento de revestimento foi executado na própria empresa, Ogramac, que utilizou os seguintes parâmetros; 10kW de potência; alimentação de 100% e lente 1/36, com velocidade de 240mm/min; consumo de 0,16kg da liga INCONEL<sup>®</sup> 625.

**Tabela 4.3 -Especificação química do INCONEL<sup>®</sup> 625 conforme a norma ASTM B705 - UNS N06625 - (% em peso)**

Elemento Químico	Ni	Cr	Mo	Nb	Al	Ti	Fe	Mn	Si	Co	C
% em peso	58,0	22,0	9,0	3,6	0,4	0,4	2,5	0,5	0,5	1,0	0,1

Fonte: Ogramac (adaptada da ASM HANDBOOK, 2004).

**Tabela 4.4 – Propriedades mecânicas de algumas formas e condições da liga INCONEL<sup>®</sup> 625 conforme a norma ASTM B705 - UNS N06625**

FORMA E CONDIÇÃO HASTE, BARRA, PLACA	RESISTÊNCIA A TRAÇÃO		LIMITE DE ESCOAMENTO		DUREZA (VICKERS)
	Ksi	MPa	Ksi	MPa	
Laminado	120-160	827-1103	60-110	414-758	183-253
Recozido	120-150	827-1034	60-95	414-655	152-231
Solubilizada	105-130	724-896	42-60	290-414	122-204

Fonte: Ogramac (adaptada da SPECIAL METALS (2016)).

### 4.3 Ensaio de Temperabilidade Jominy

O ensaio de Temperabilidade Jominy foi realizado de acordo com a NBR 6339: 1989 - Aço - Determinação da Temperabilidade Jominy. A temperatura de austenitização foi de 900°C por 20 minutos, com a atmosfera do forno de austenitização preenchida com Argônio para evitar formação excessiva de óxido de ferro, que pode vir a influenciar na transferência de calor durante o resfriamento em água. Ao término do tempo de permanência no forno a amostra, usinada com dimensões do corpo de prova reduzido, foi colocada no equipamento de ensaio Jominy e imediatamente iniciou-se o processo de resfriamento com a abertura da válvula de água.

A maneira como a amostra é retirada do tubo, a usinagem nas dimensões conforme recomenda a norma NBR 6339 e o estado final após o ensaio de dureza HRC estão esquematizados na Figura 4.3 e a Figura 4.4 registra o início do resfriamento do corpo de prova no equipamento para ensaio da temperabilidade Jominy.

Figura 4.3 – Desenho com as dimensões do corpo de prova utilizado para o ensaio Jominy.

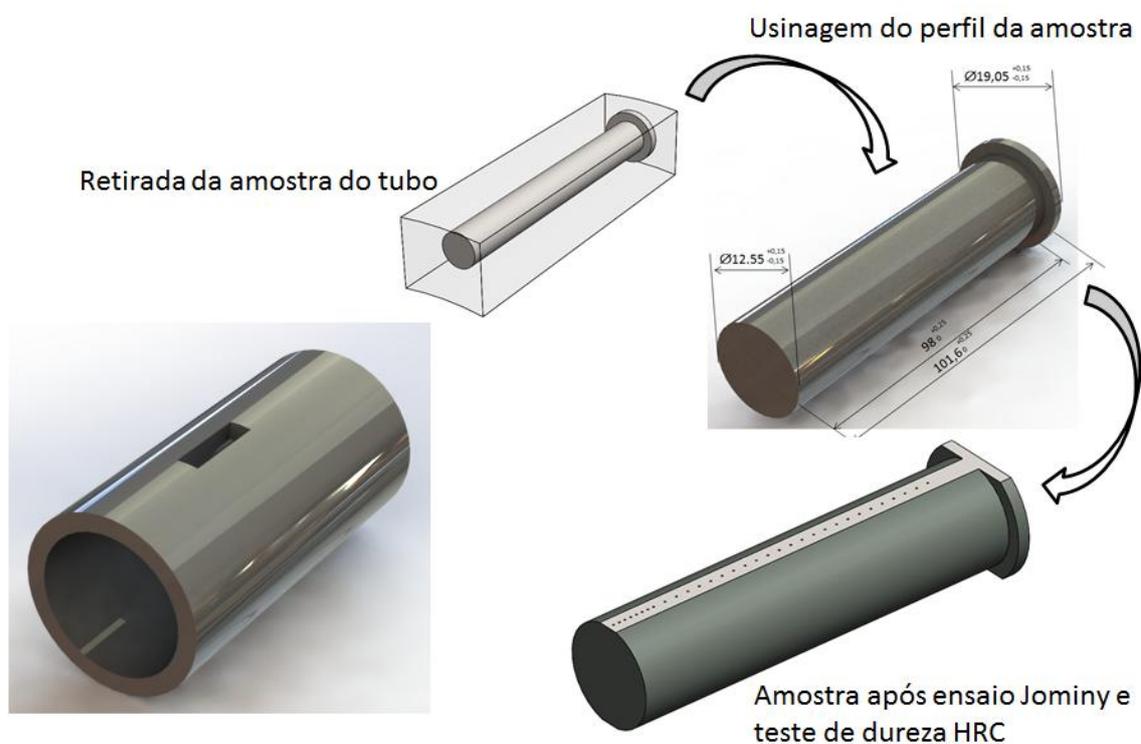
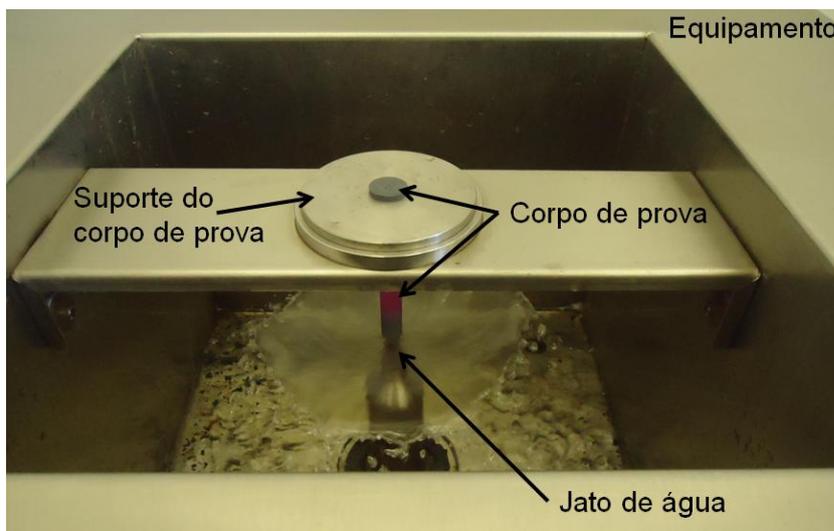


Figura 4.4 – Início do resfriamento do corpo de prova no equipamento para ensaio Jominy.



Fonte: LABORATÓRIO MECÂNICO DA VSB, 2016.

#### 4.4 Perfil de microdureza Vickers

Para o ensaio de microdureza foi utilizado um microdurômetro universal Dura Vision 250 da Encotest, conforme Figura 4.5. As amostras foram retificadas em uma retífica plana da marca Mello (granulometria do rebolo utilizado foi 46K), foram posteriormente lixadas em uma lixadeira elétrica da marca *Allied* com lixas de granulometrias distintas (#180, #320, #600 e #1500) e polimento na politriz Entex, primeiro com feltro e pasta de diamante de  $1\mu\text{m}$  e em seguida, um outro feltro e pasta de diamante de  $0,5\mu\text{m}$ .

O perfil de dureza foi traçado com a realização de 25 medições espaçadas de  $0,3\text{mm}$  a partir da borda externa do revestimento e perpendicular em relação à camada de deposição do revestimento na amostra, conforme desenho esquemático na Figura 4.6.

A escala de dureza escolhida foi a Vickers, determinada pela razão entre a carga (kgf) e a área superficial da impressão ( $\text{mm}^2$ ). Para a visualização e cálculo da microdureza registrada na impressão, foi utilizado um software específico da Encotest. As leituras foram realizadas com o auxílio de uma lente de  $40\times/0,65$  e a carga utilizada foi de  $1\text{Kgf}$ , sendo expressa em HV1. O ensaio de microdureza foi

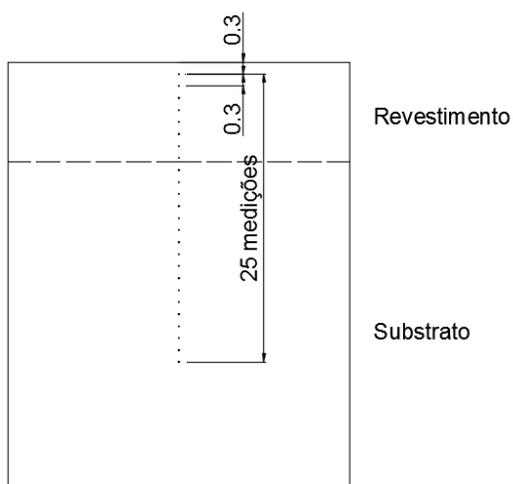
realizado para avaliar a dureza do revestimento e do substrato incluindo sua ZTA (zona termicamente afetada).

**Figura 4.5– Durômetrouniversal DuraVision 250**



Fonte: LABORATÓRIO MECÂNICO - VSB, 2016.

**Figura 4.6 – Pontos para medição da microdureza iniciando na superfície externa do revestimento**



Fonte: Próprio autor.

#### 4.5 Análise microestrutural

As análises microestruturais foram realizadas após os ensaios de microdureza de todas as amostras, sendo necessário então, somente um novo polimento em duas etapas, o primeiro com o auxílio de pasta de diamante de 1 $\mu$ m e 0,5 $\mu$ m.

Foram realizados os ataques:

- Ataque Nital a 2%: para revelar a microestrutura do substrato e ZTA.
- Ataque Teepol: para revelar o contorno de grão da austenita prévia do substrato e da ZTA.
- Triácido: para revelar a microestrutura do revestimento.

A Tabela 4.5 mostra as composições dos reativos empregados.

**Tabela 4.5 - Composições dos reagentes**

Denominação	Composição
Nital 2%	2ml de ácido nítrico, 98ml de álcool etílico
Teepol	50ml de éter, 80ml de água destilada, 2 gotas de HCl, 3g de ácido pícrico, 25ml de detergente neutro.
Triácido	Ácido hipoclorídrico, ácido nítrico e ácido acético, na proporção de 1:1:1

Fonte: COLPAERT, 2004; TESTMAT, 2016

Após cada etapa de ataque químico as amostras foram limpas em água e álcool e depois secadas a quente.

As análises microestruturais foram realizadas com um Microscópio óptico (MO) da marca LEICA, modelo DM400 M, um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da marca FEI, modelo Inspect S50e por Espectrometria por Dispersão de Energia (EDS) acoplada no MEV, da marca Bruker, modelo Detector 410 EDS, sendo utilizadas diferentes ampliações, como por exemplo, 300x, 500x, 600x, 800x, 1200x, 2000x e 6000x.

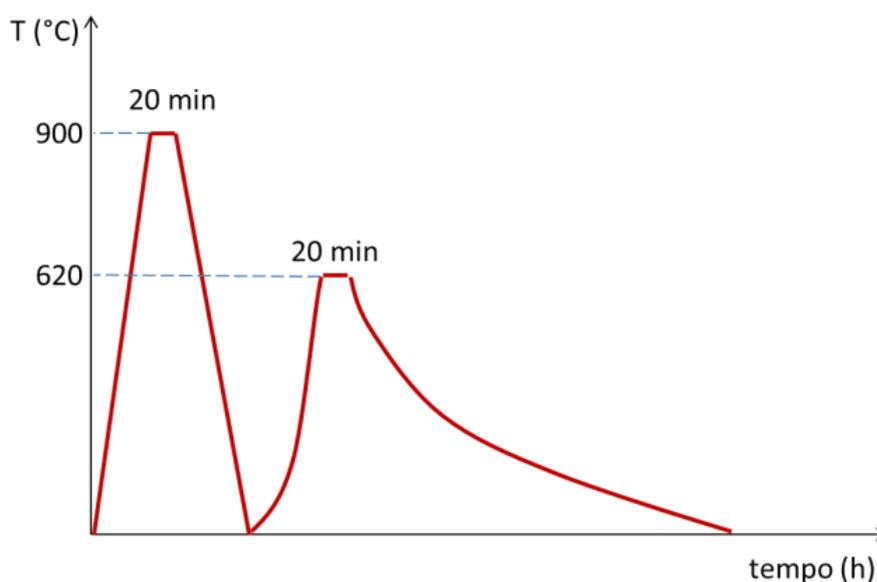
## 4.6 Tratamentos térmicos do conjunto substrato/revestimento

Os tratamentos térmicos foram realizados em um forno elétrico no laboratório mecânico da empresa Vallourec & Sumitomo Tubos do Brasil (VSB). Foi injetado gás argônio durante os tratamentos térmicos para que as amostras não sofressem significativa oxidação. As amostras foram introduzidas no forno após o forno atingir a temperatura desejada. A escolha dos tratamentos térmicos foi baseada em práticas industriais aplicadas no aço API 5CT L80 tipo 1, foi baseada também em simulações de paradas de produção e por último dois tratamentos típicos de revenimento com extrapolação do tempo para verificar o comportamento microestrutural e a dureza nestas condições.

### 4.6.1 Tratamento térmico 1

O tratamento térmico convencional para o substrato, durante o seu processo de fabricação é têmpera a partir de uma austenitização a 900°C por 20 minutos com resfriamento em água e revenimento a 620°C por 20 minutos. Em uma das amostras foi reproduzido este mesmo procedimento, como mostra a Figura 4.7 e este foi denominado tratamento térmico 1 (TT1).

Figura 4.7– Representação esquemática do TT1.

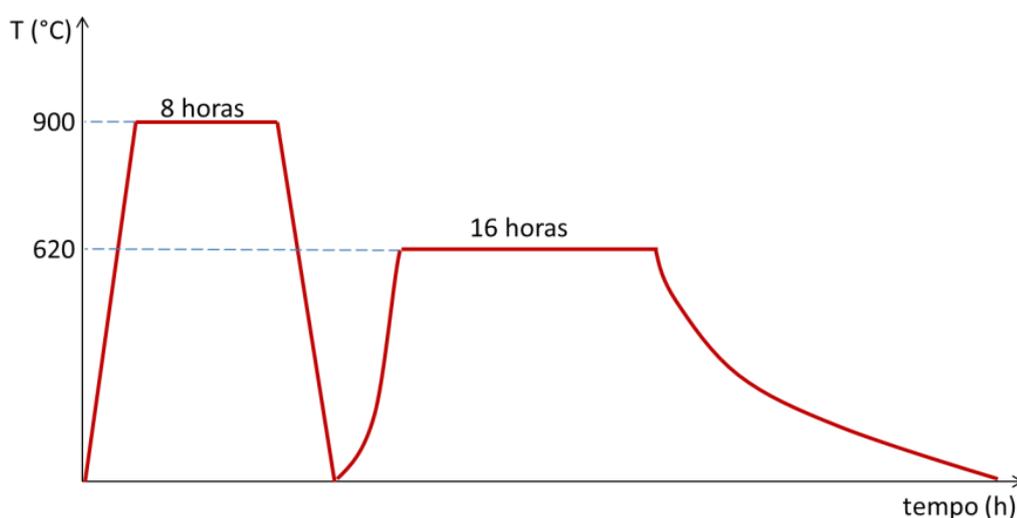


#### 4.6.2 Tratamento térmico 2

Na prática industrial podem ocorrer interferências nas linhas de produção que podem causar longos tempos de paradas dos tubos nos fornos. No intuito de verificar diferentes condições de interferências na linha industrial, foram realizados outros tratamentos térmicos.

No tratamento térmico 2(TT2) a rota de tratamento térmico simula uma parada longa no forno de austenitização e uma parada ainda mais longa para o revenimento. A Figura 4.8 mostra esquematicamente esta rota do tratamento térmico.

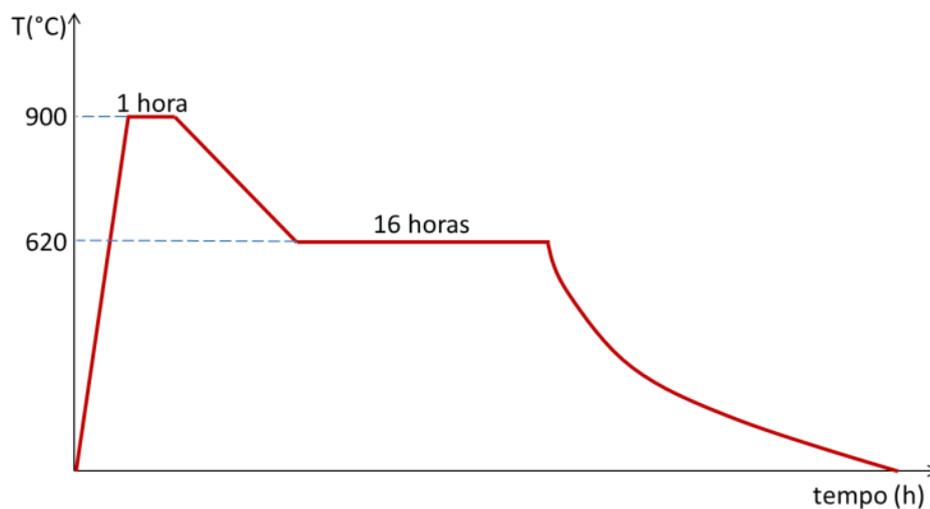
**Figura 4.8 – Representação esquemática do TT2.**



Fonte: Próprio autor.

#### 4.6.3 Tratamento térmico 3

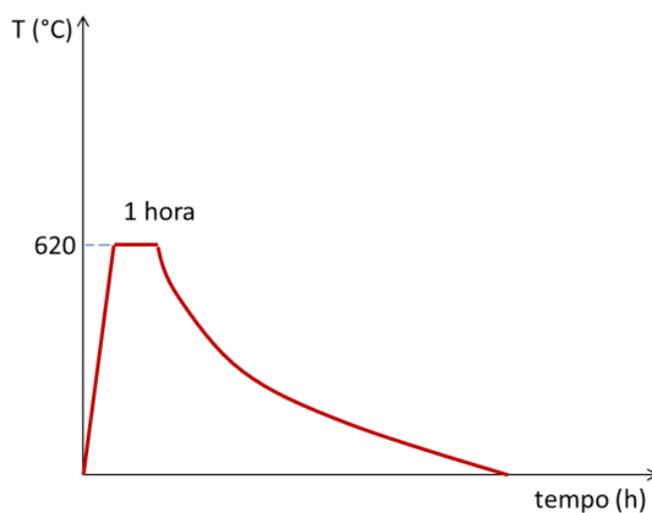
A rota do tratamento térmico 3(TT3) simula uma pequena parada no forno de austenitização combinado com resfriamento lento dentro do forno e em seguida um revenimento longo. A Figura 4.9 mostra esquematicamente esta rota de tratamento térmico.

**Figura 4.9 – Representação esquemática do TT3.**

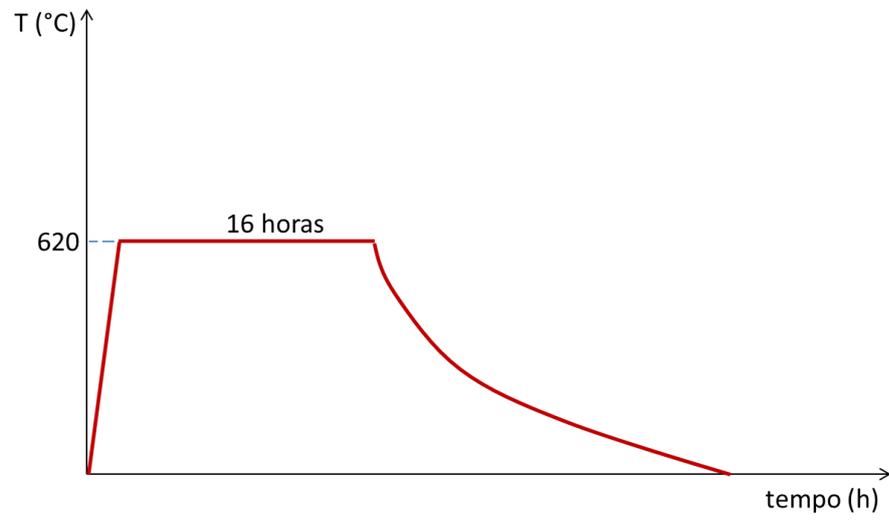
Fonte: Próprio autor

#### 4.6.4 Tratamentos térmicos 4 e 5

Os tratamentos térmicos 4 e 5 são duas rotas de tratamentos que têm como objetivo, simular o efeito de se fazer apenas o revenimento no material, considerando uma possível utilização deste tratamento no conjunto substrato/revestimento em escala industrial para reduzir os custos se levado em conta a austenitização e posterior revenimento. Para cada amostra uma diferente duração, conforme Figuras 4.10 e 4.11, que mostram estas rotas de tratamentos.

**Figura 4.10 – Representação esquemática do TT4.**

Fonte: Próprio autor

**Figura 4.11 – Representação esquemática do TT5.**

Fonte: Próprio autor

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este trabalho envolve o desenvolvimento experimental para caracterizar e estudar o efeito de tratamentos térmicos no revestimento a laser overlay de INCONEL<sup>®</sup> 625 depositado no aço API 5CT L80. Foram analisados os efeitos de diferentes tratamentos térmicos para verificar as modificações das propriedades mecânicas (microdureza) no revestimento e no substrato. Para esta análise o estudo da metalografia e da dureza antes e depois dos tratamentos térmicos fornecerão dados importantes para a discussão deste trabalho e para futura aplicação industrial.

### 5.1 Caracterização da amostra no estado como recebido

A composição química do aço utilizado está mostrada na Tabela 5.1. Observa-se a presença de titânio e boro em sua composição química, que são conhecidos como elementos que aumentam consideravelmente a temperabilidade do aço.

**Tabela 5.1- Composição química do aço utilizado (% em peso).**

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Ti	Cu	B	Al	Fe
0,26	1,3	0,15	0,30	0,02	0,03	0,04	0,06	0,0015	0,03	Balanço

Fonte: LABORATÓRIO MECÂNICO - VSB, 2016

A porcentagem de 0,26% carbono embora mais baixa, não afeta as propriedades mecânicas do material devido à adição de outros elementos como o manganês, o boro e o titânio.

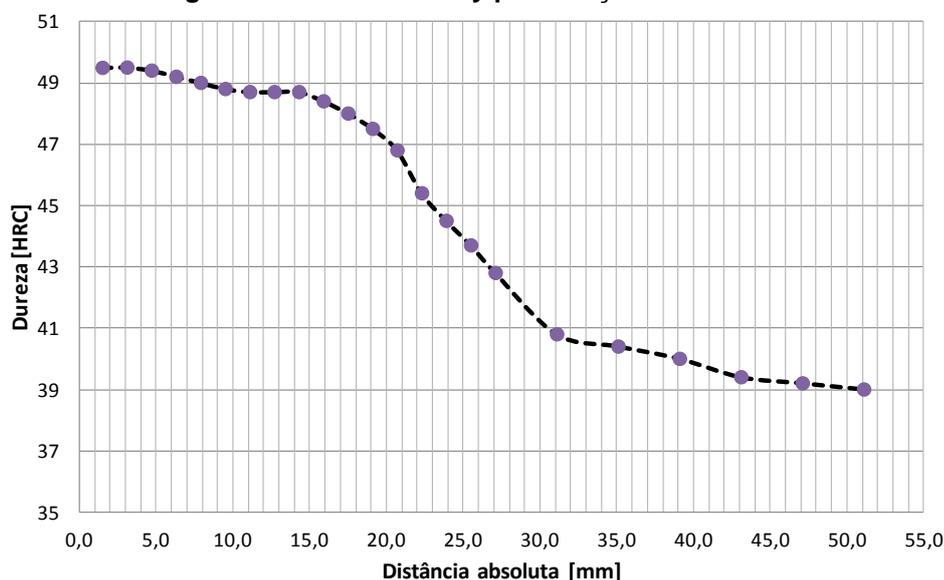
O manganês a 1,3%, aumenta a temperabilidade, produz tamanho de grão mais fino e melhora a resistência à tração sem redução considerável da ductilidade (HERRING, 2010).

A temperabilidade do boro (0,0015%) está relacionada a dois fatores, o primeiro, de ocasionar a sua segregação nos contornos de grão austeníticos e a precipitação em de pequenos carbonetos e o segundo está relacionado aos parâmetros de

temperatura e tempo de austenitização que garantem a solubilização do boro e dos carbonetos de boro presentes no aço (SILVA, 2009). O boro é um dos elementos mais eficazes para aumentar a temperabilidade, uma vez que poucos ppm (% em peso) de boro resultam em grandes efeitos na temperabilidade (MAITREPIERRE et al., 1978), sendo que o titânio (0,04%) favorece o endurecimento por precipitação (TANG, 2007).

O ensaio de temperabilidade Jominy realizado para determinar a temperabilidade deste aço foi realizado utilizando corpos de prova retirados dos tubos laminados após sua têmpera industrial (aquecidos a 900°C durante austenitização). Na Figura 5.1 é mostrada a curva Jominy obtida para o aço utilizado neste estudo, comprovando sua boa temperabilidade, para esta aplicação pois, pelo ensaio a camada endurecida chega a 20mm e a parede do tubo tem 13,84mm, o que garante 100% de martensita requerida pela norma API 5CT, restando ainda para o processo o revenimento que será discutido à frente.

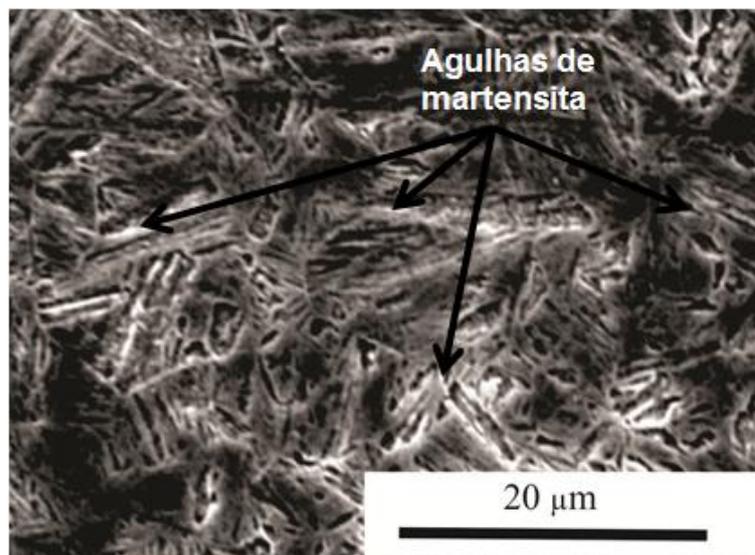
Figura 5.1– Curva Jominy para o aço em estudo.



Fonte: LABORATÓRIO MECÂNICO - VSB, 2016

Após têmpera em linha industrial, na qual é utilizada água, a microestrutura é martensita como mostra a Figura 5.2.

Figura 5.2– Microestrutura do aço no estado como temperado.



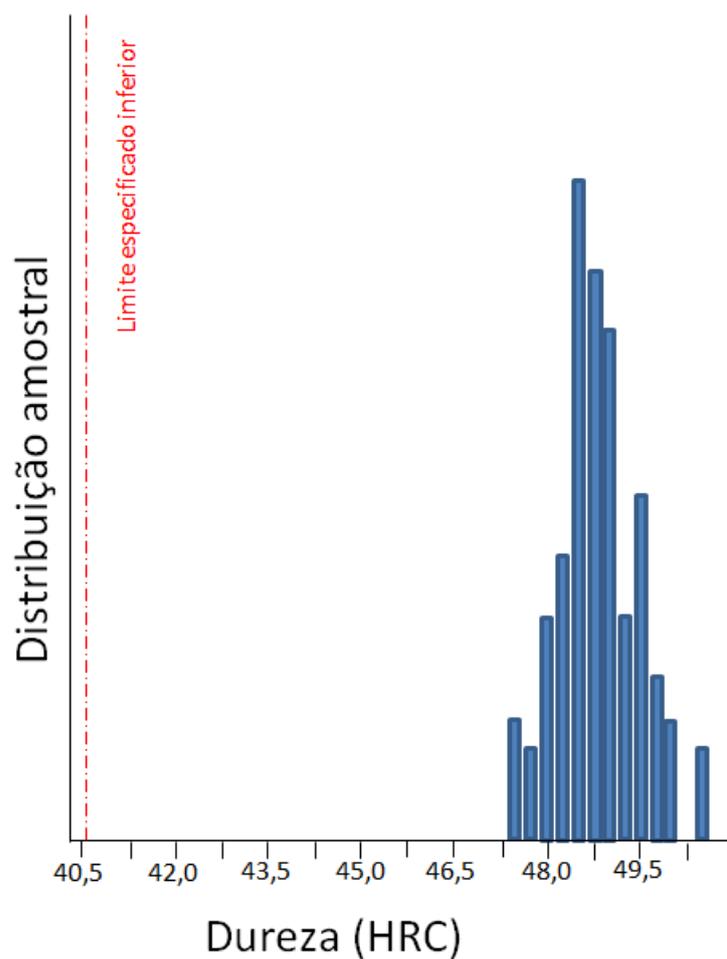
Fonte: LABORATÓRIO MECÂNICO - VSB, 2016

A dureza após têmpera confirma a boa temperabilidade deste aço temperado em linha industrial, exibindo dureza Rockell C (HRC) muito superior a 40,5 HRC que é a dureza mínima especificada pela norma API5CT, como mostra a Figura 5.3, onde são registradas várias medições de dureza em vários tubos retirados do processo industrial e a comparação com o limite especificado inferior pela norma API 5CT para o aço de grau L80 tipo 1.

Após o revenimento industrial a 620°C por 20 minutos, o limite de escoamento medido em 3 corpos de prova foi em média 624MPa, o limite de resistência foi de 720MPa, o alongamento médio foi de 28% e a dureza média foi de 230 HV1. A Tabela 5.2 mostra o comparativo entre os valores especificados pela Tabela 4.2, norma API 5CT e o resultado real do limite de escoamento, limite de resistência e de dureza.

A deposição do revestimento de INCONEL® 625 sobre o aço foi conforme Figura 5.4 onde se verifica a boa aparência e uniformidade da deposição, assim como ausência de irregularidades, camada constante de deposição do revestimento tanto na largura quanto na altura, sendo que as extremidades fazem uma curva suave para o acabamento.

Figura 5.3– Dureza HRC do aço após têmpera em água em linha industrial.



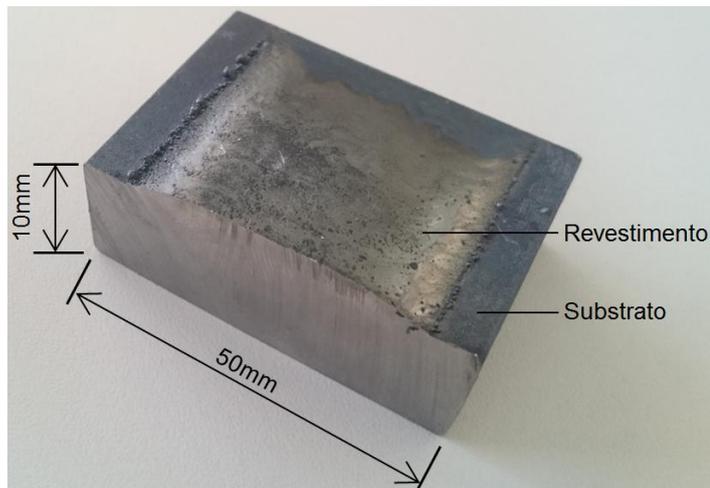
Fonte: LABORATÓRIO MECÂNICO - VSB, 2016

**Tabela 5.2 – Valores comparativos entre a norma API 5CT e o resultado real do limite de escoamento, limite de resistência e de dureza.**

Propriedade mecânica	Valor mínimo API 5CT	Valor máximo API 5CT	Valor real Encontrado
Limite de Escoamento	552MPa	655MPa	624MPa
Limite de Resistência	655MPa	-	720MPa
Dureza	-	23HRC	26HRC

Fonte: API 5CT, 2011; LABORATÓRIO MECÂNICO - VSB, 2016 (compiladapeloautor)

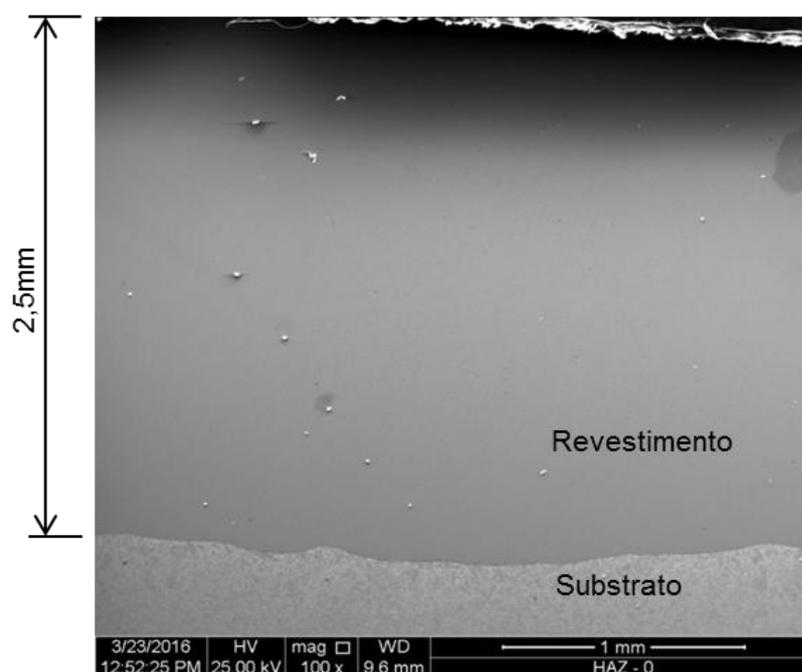
**Figura 5.4 – Fotografia da amostra no estado como recebida com deposição de INCONEL® 625**



Fonte: Próprio autor

Análise da seção transversal é mostrada na Figura 5.5 com a utilização em MEV, em que a espessura média depositada de INCONEL® 625 foi de 2,5mm. Quanto às características físicas do revestimento e sua deposição, nota-se a ausência de porosidade, bem como uma boa aderência sobre o substrato, não apresentando falta de fusão na interface revestimento/aço, como mostrado na Figura 5.5.

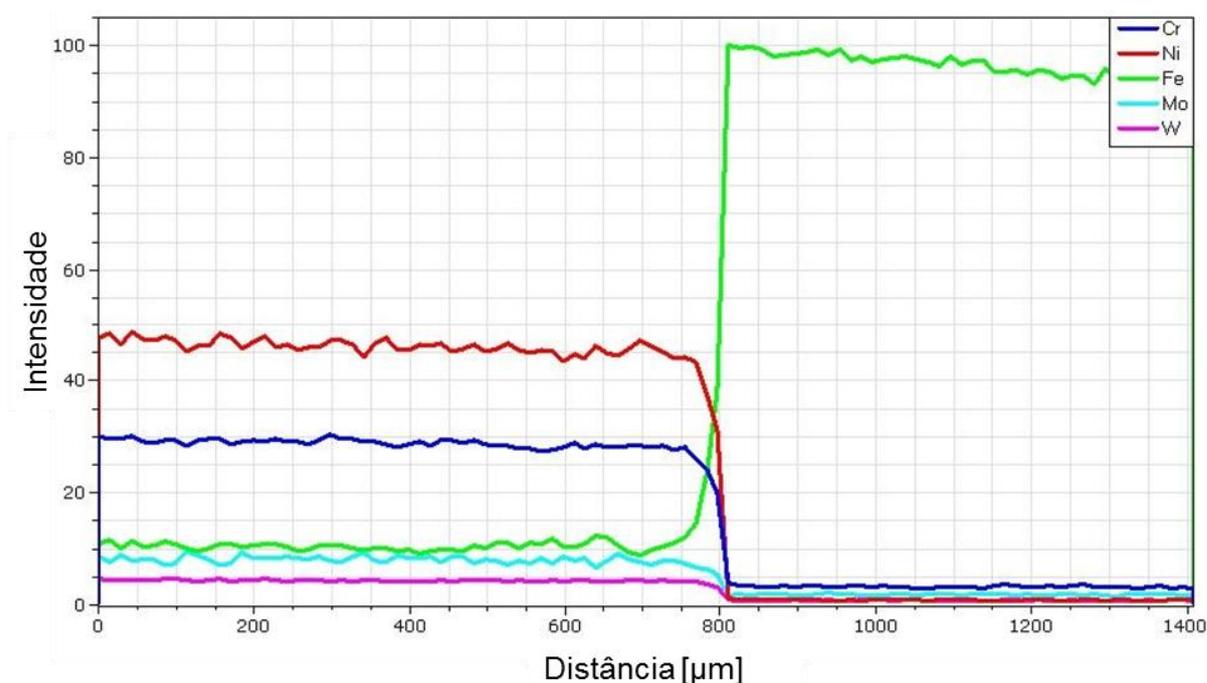
**Figura 5.5 – Análise microestrutural da seção transversal usando MEV.**



Fonte: Próprio autor

Conforme registrado no EDS, a Figura 5.6 mostra o perfil de composição química dos principais elementos químicos que compõem o revestimento e o substrato, destaca-se a presença do níquel, cromo e ferro. Pode-se observar claramente a transição do revestimento para o substrato por meio dos perfis do cromo e níquel que abruptamente decrescem quando chegam na região do substrato, sendo que da mesma maneira o ferro presente no aço reduz consideravelmente a porcentagem ao atingir o revestimento.

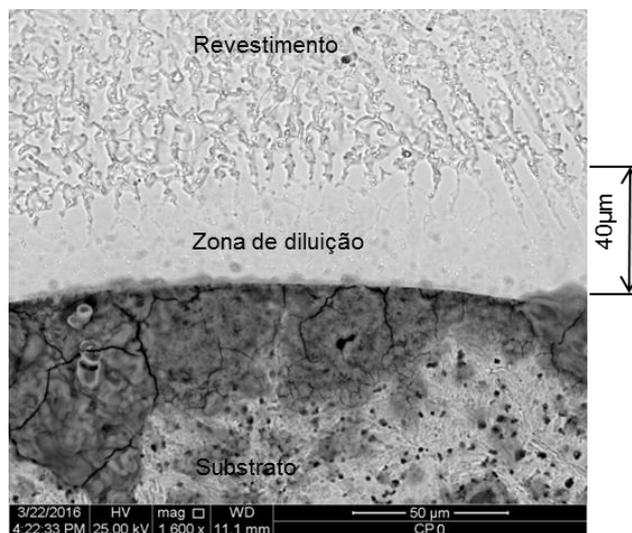
**Figura 5.6 – Perfil de composição química dos principais elementos que compõem o revestimento e o substrato usando EDS.**



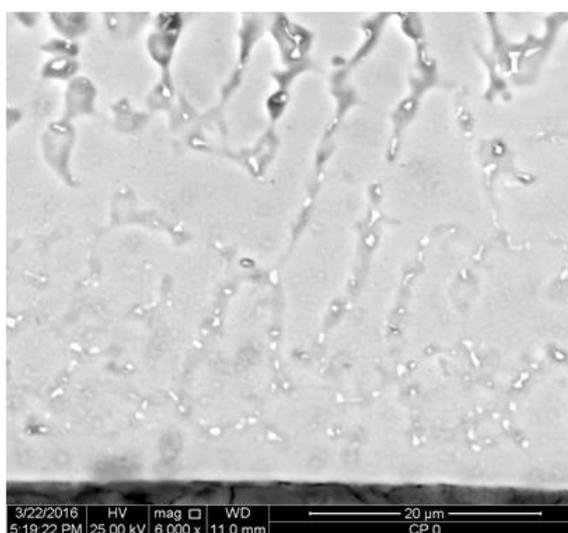
Fonte: Próprio autor

A Figura 5.7 mostra uma zona de diluição na interface revestimento/substrato, onde o ferro diluiu-se durante a deposição. A espessura média da zona de diluição é de 40µm, conforme Figura 5.7. O ferro presente no substrato ao ser fundido com a poça de fusão da deposição é diluído e forma esta estreita faixa de estrutura rica em níquel, cromo e ferro conforme região de transição da Figura 5.6 e comprovado pela Figura 5.8 que mostra uma ampliação maior desta região.

**Figura 5.7 – Zona de diluição do ferro do substrato no revestimento.**



(a)MEV com aumento de 1600X



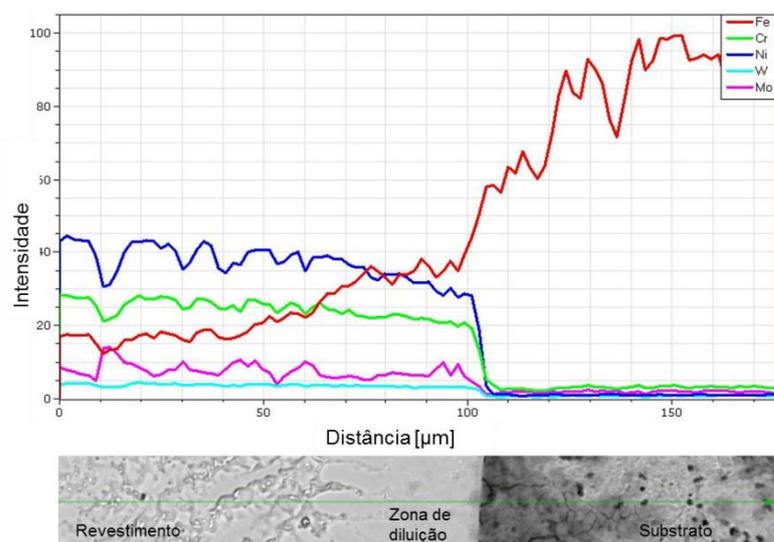
(b)MEV com aumento de 6000X

Fonte: Próprio autor

Como mostra a Figura 5.8, a concentração do ferro na zona de diluição é significativamente superior à sua concentração no revestimento. Contrariamente, a concentração do níquel e de cromo decresce em relação ao revestimento.

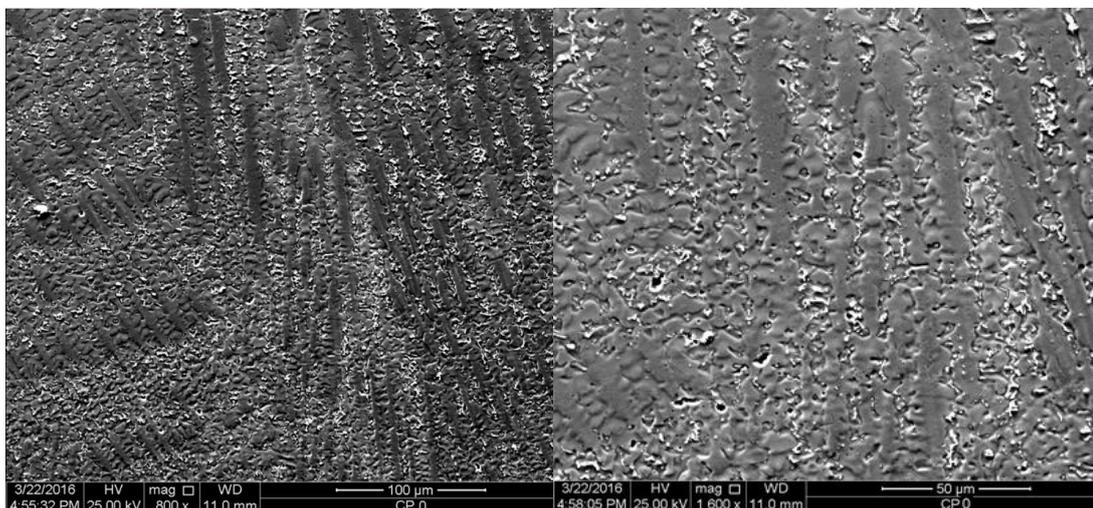
As análises microestruturais do revestimento mostra a clássica formação de dendritas alinhadas no sentido de extração de calor (BROOKS, 1982), como é mostrado na Figura 5.9.

**Figura 5.8 – Perfil de composição química dos principais elementos da zona de diluição usando EDS.**



Fonte: Próprio autor

**Figura 5.9 – Análise microestrutural usando MEV mostrando estrutura dendrítica colunar do revestimento.**



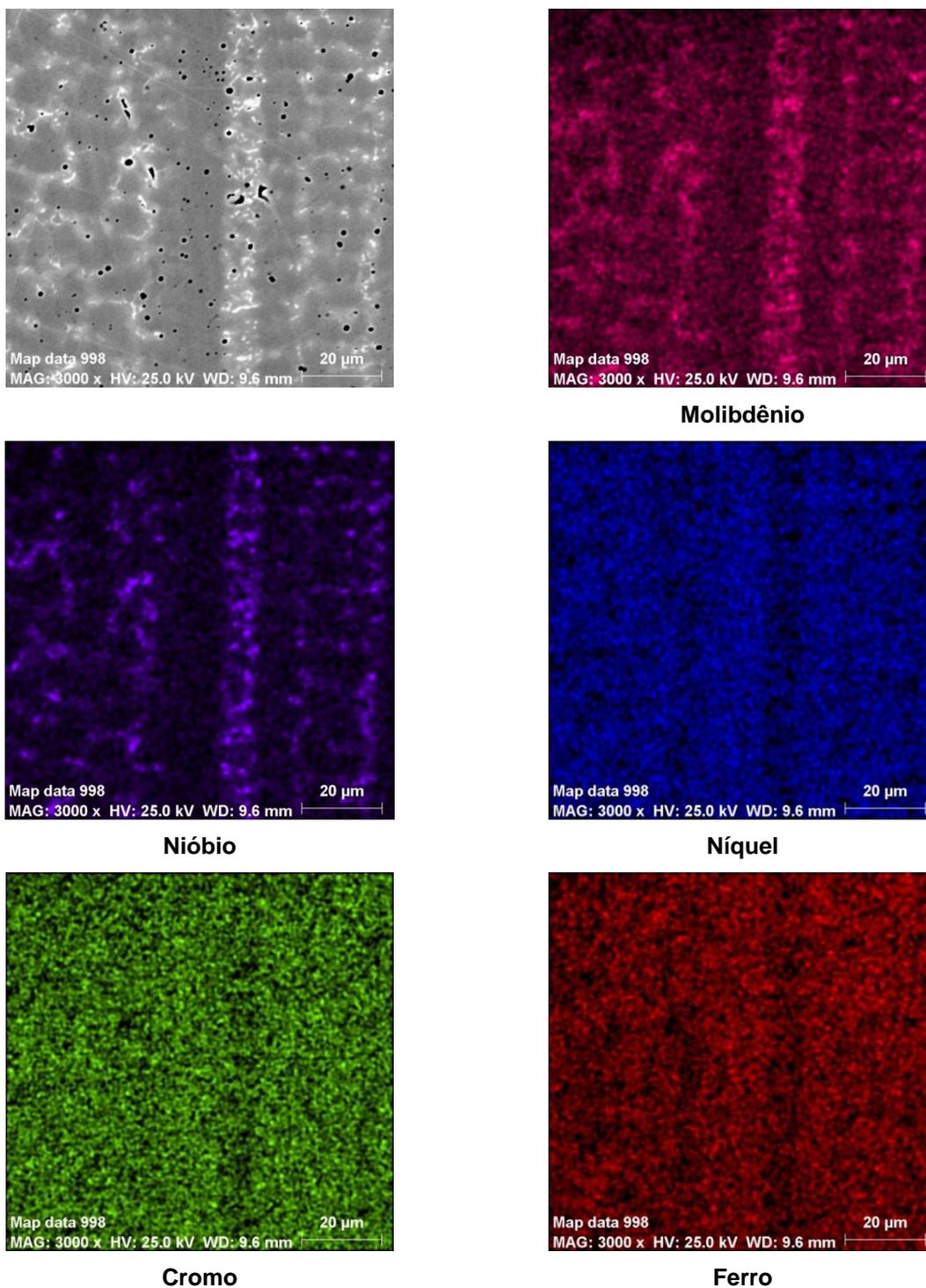
(a) aumento de 800X (b) aumento de 1600X

Fonte: Próprio autor

Na Figura 5.10 observam-se fases claras entre as dendritas, que foram identificadas como carbonetos de molibdênio e nióbio. A Figura 5.10 mostra o mapa de

composição química dos elementos molibdênio e nióbio, utilizando o EDS. Observações similares foram observadas por Almeida (2016) e Liet al. (2014).

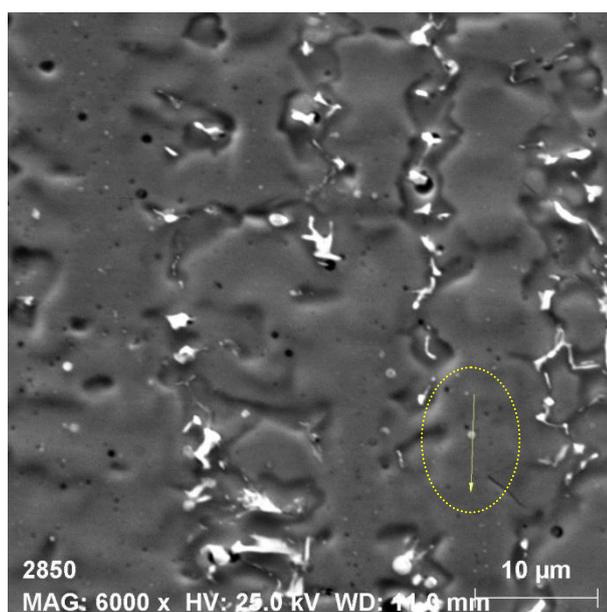
**Figura 5.10– Mapa da composição químicas dos principais elementos**



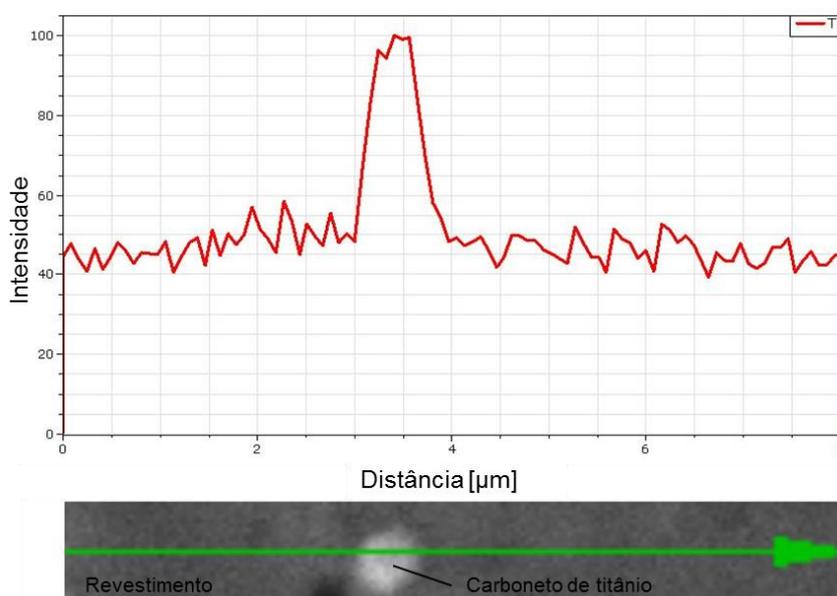
Fonte: Próprio autor

Na matriz do revestimento foram observados carbonetos pequenos cuja natureza foi identificada como sendo carbonetos de titânio, como mostra a Figura 5.11. A formação destes carbonetos impede que os átomos de cromo fiquem susceptíveis à precipitação em carbonetos de cromo, que poderiam causar um empobrecimento de cromo na região em torno deste carboneto de cromo (QUEIROZ, 2013).

**Figura 5.11– Identificação de pequenos carbonetos na matriz.**



(a) Microestrutura MEV com aumento de 6000X

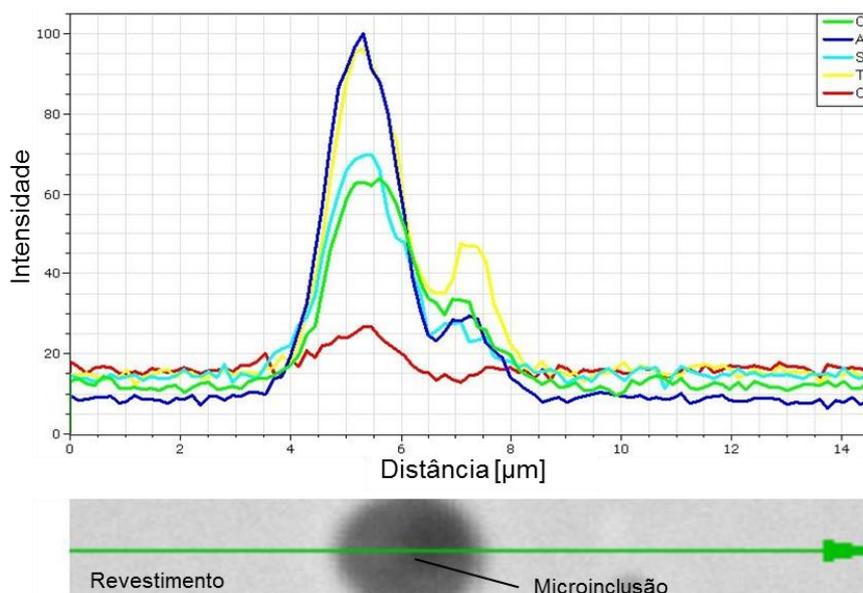


(b) Perfil da composição química do Ti

Fonte: Próprio autor

Foi observada também a presença de microinclusões, com diâmetro médio de 2 μm, no revestimento. A Figura 5.12 mostra o perfil de composição química destas microinclusões. Essas inclusões são óxidos complexos contendo Alumínio, Silício, Titânio e Cálcio.

**Figura 5.12– Caracterização feita no EDS das principais microinclusões formadas no revestimento.**

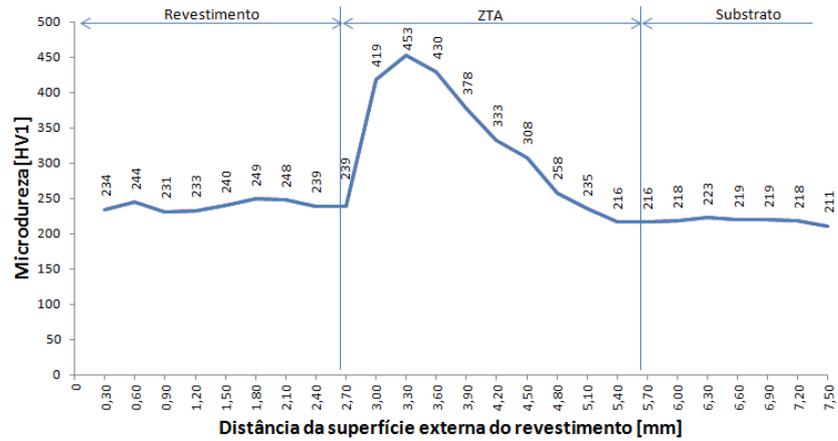


Fonte: Próprio autor

Pelo perfil da microdureza mostrado na Figura 5.13, pode-se observar três regiões com diferentes valores de microdureza; a região do revestimento que tem uma microdureza média de 240HV1, uma zona termicamente afetada (ZTA) com microdureza máxima de 453HV1 e a região do substrato não afetado termicamente pelo calor, com 220 HV1.

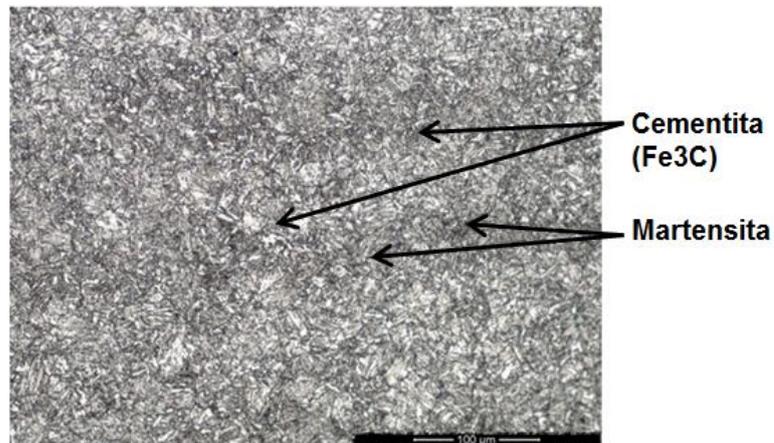
A microestrutura do substrato sem influência do aporte térmico, ou seja, região com temperatura inferior a 620°C, que foi a temperatura de revenimento do aço antes da deposição, é formada por martensita revenida como mostra a Figura 5.14. Na Figura 5.14a é apresentada a micrografia usando microscopia óptica, onde os pequenos pontos escuros são carbonetos (cementita = Fe<sub>3</sub>C) que precipitaram durante o revenimento. A Figura 5.14b mostra a martensita revenida usando MEV, onde os pequenos pontos claros são os carbonetos (cementita = Fe<sub>3</sub>C).

**Figura 5.13 – Perfil de microdureza no estado como recebido usando o método Vickers com carga de 1kgf.**

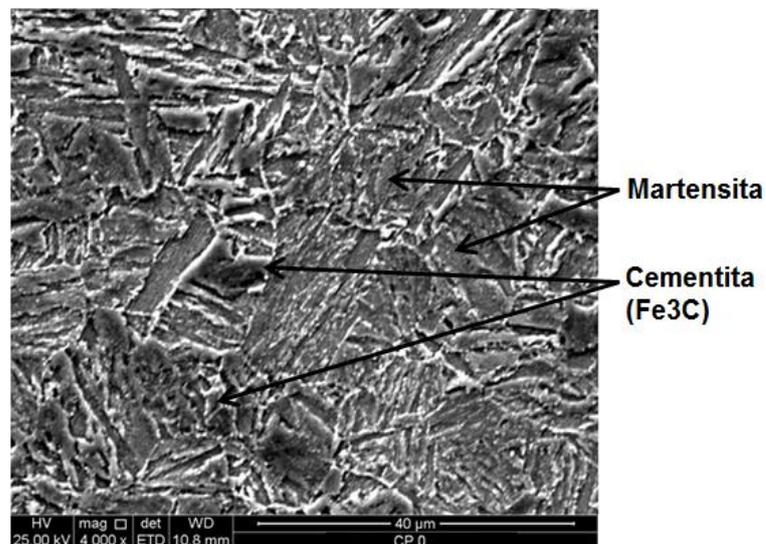


Fonte: Próprio autor

**Figura 5.14 – Análise microestrutural da região do substrato que não foi afetado pelo ciclo térmico da deposição.**



(a) Microscopia ótica

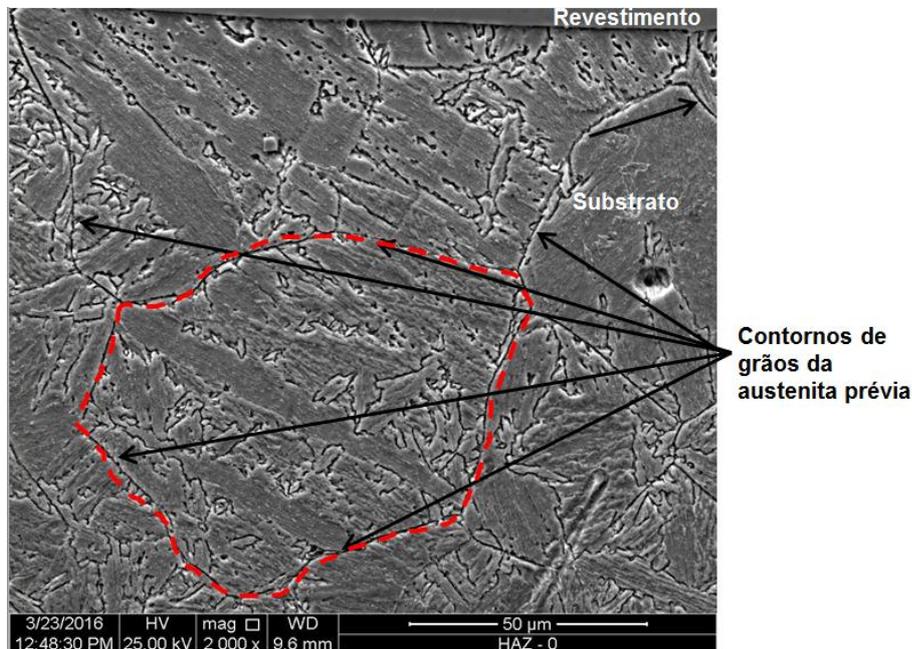


(b) MEV

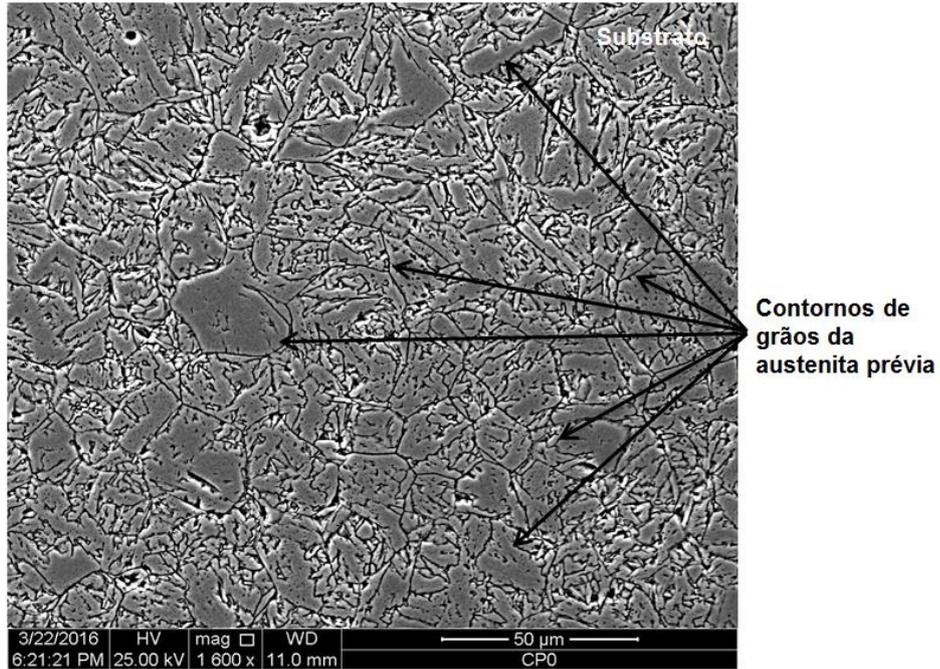
Fonte: Próprio autor

Na região denominada ZTA, a microestrutura original (martensita revenida) foi destruída devido ao ciclo térmico causado pela deposição a laser overlay do revestimento. Em parte desta região, próxima ao revestimento, a temperatura foi superior à temperatura de austenitização deste aço 825°C, o que causou a austenitização e o crescimento de grão da austenita, antes do resfriamento. A Figura 5.15 mostra, pela utilização de medição direta, que o tamanho de grão médio da austenita prévia próximo ao revestimento, a aproximadamente 0,5mm da interface, foi de 47 $\mu$ m e a uma distância de aproximadamente 1mm da interface, o tamanho de grão médio da austenita prévia foi de 32 $\mu$ m. Isto é devido ao fato de que ao se afastar da interface revestimento/substrato a temperatura diminui causando menor crescimento de grão da austenita prévia. Em geral, pode-se observar um gradiente do tamanho de grão da austenita prévia, o qual está relacionado com o gradiente de temperatura, de acordo com LI (2014). O tamanho de grão médio da austenita prévia na região do substrato que não foi afetado pelo calor foi de 14 $\mu$ m.

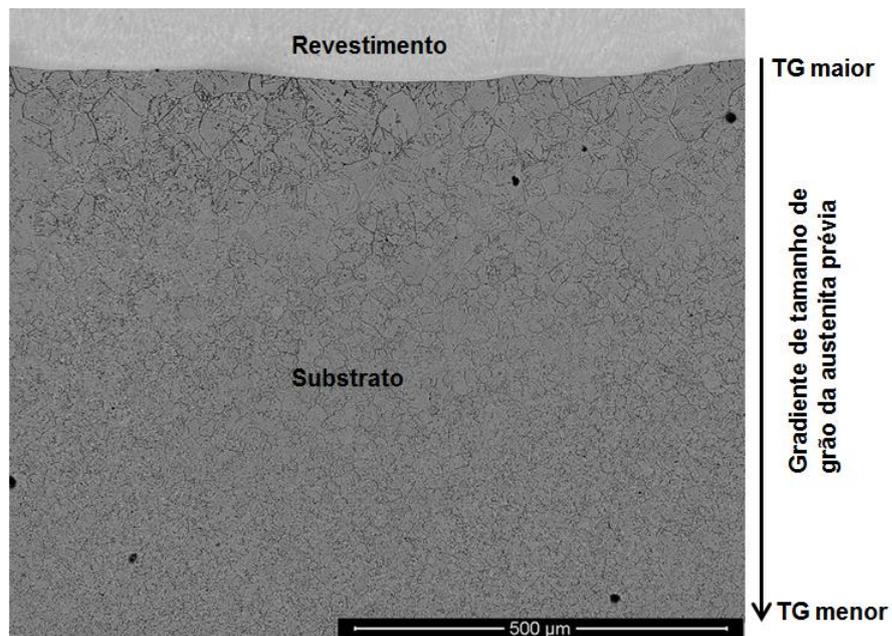
**Figura 5.15 – Análise do tamanho de grão da austenita prévia na ZTA usando Teepol, as setas indicam o contorno de grão da austenita prévia.**



(a) Próximo ao revestimento



(b) A 1 mm da interface revestimento/substrato

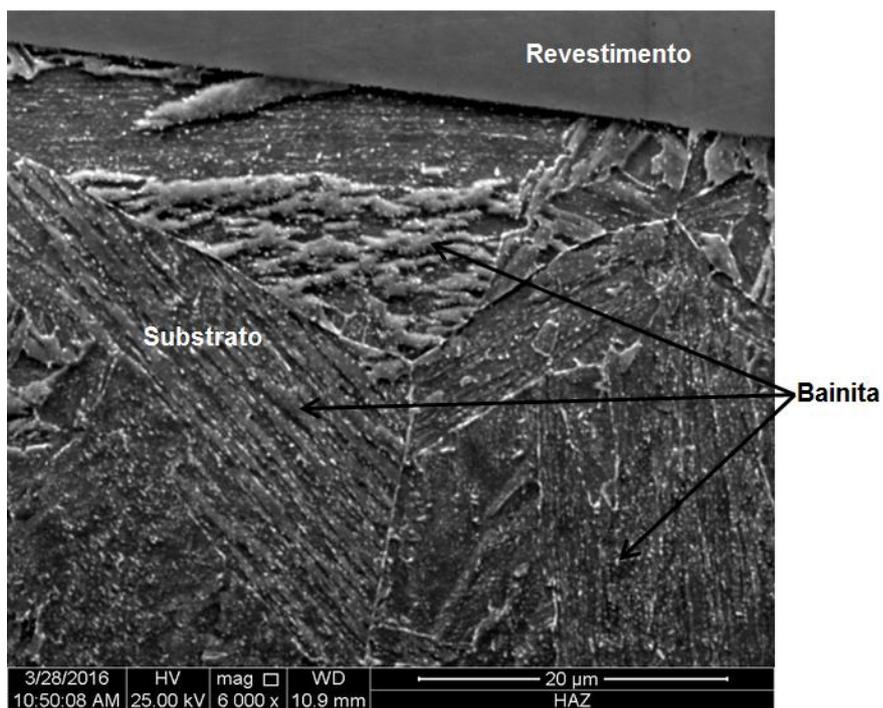


(c) Gradiente de tamanho de grão da austenita prévia

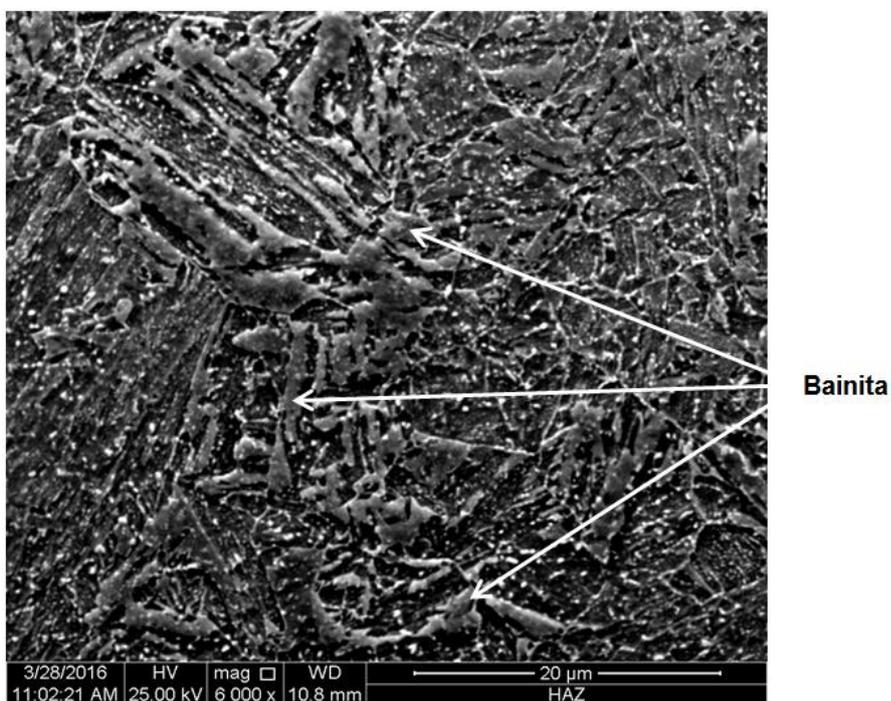
Fonte: Próprio autor

Análise microestrutural com ataque nital 2% mostra que a microestrutura formada na região da ZTA é constituída de bainita, como mostra a Figura 5.16. Isto significa que o resfriamento não foi rápido o suficiente para formar martensita e nem foi lento o bastante para formação de ferrita+perlita.

Figura 5.16 – Análise microestrutural da ZTA usando ataque Nital 2%.



(a) Próximo ao revestimento



(b) A 1 mm da interface revestimento/substrato

Fonte: Próprio autor

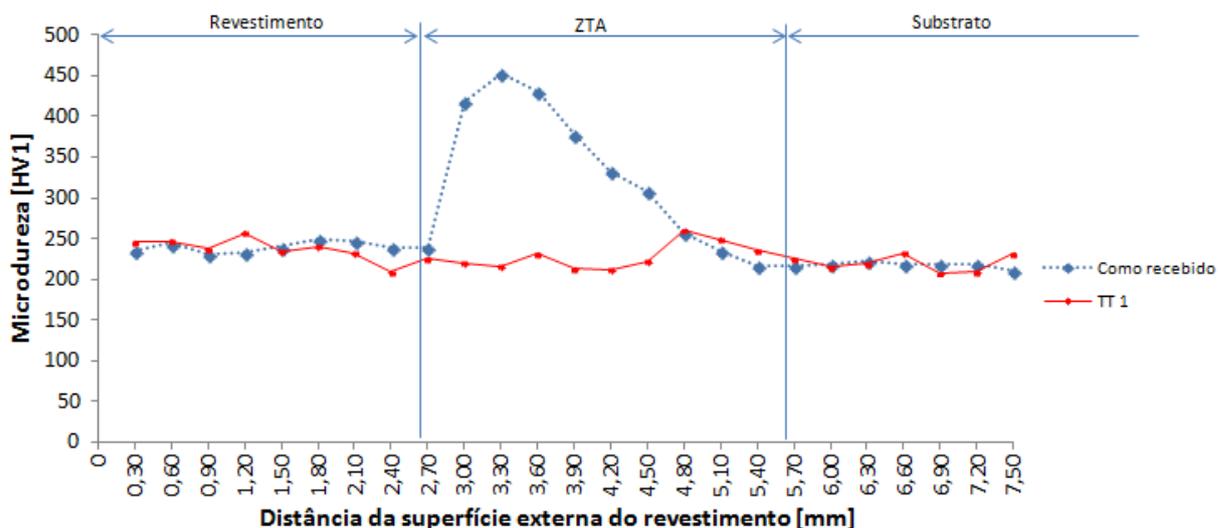
## 5.2 Tratamento térmico das amostras

As modificações ocorridas com o revestimento, substrato e ZTA das amostras que passaram por diferentes tratamentos térmicos foram analisadas e foram comparadas com a amostra no estado como recebido (após deposição).

### 5.2.1 Tratamento térmico 1

O tratamento térmico 1 (TT1) representado na Figura 4.7 consistiu em um aquecimento à temperatura de 900°C por 20min, resfriamento em água e revenimento a 620°C por 20min. A Figura 5.17 mostra o perfil de microdureza após o TT1, comparada com o perfil da amostra no estado como recebido. Pode-se observar que a microdureza do revestimento praticamente não sofreu alteração após TT1, isto está de acordo com a literatura, pois apesar da fase  $\delta$  ser termodinamicamente estável a 900°C, sua formação necessita de tempo para sua formação e 20 minutos não são suficientes para este processo difusional (XING et al, 2014; Li. et al, 2015).

**Figura 5.17 – Comparação do perfil da microdureza da amostra como recebida e da amostra do TT 1.**



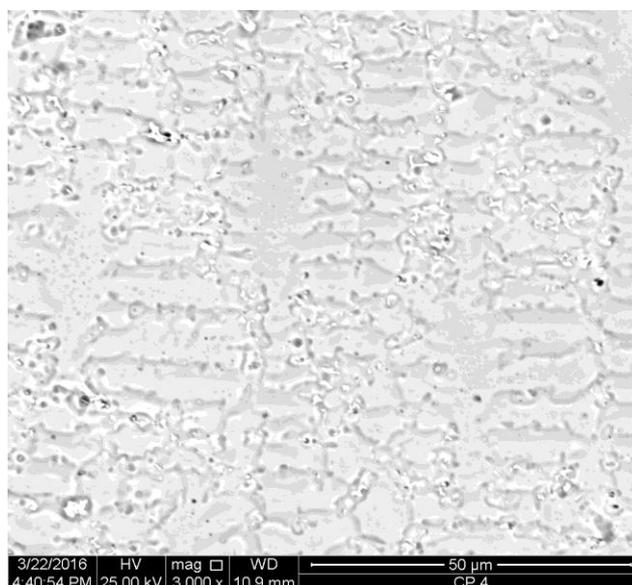
Fonte: Próprio autor

A parte do substrato que não foi afetada termicamente pelo ciclo térmico da deposição também não sofreu alteração da dureza após TT1, pois o ciclo térmico

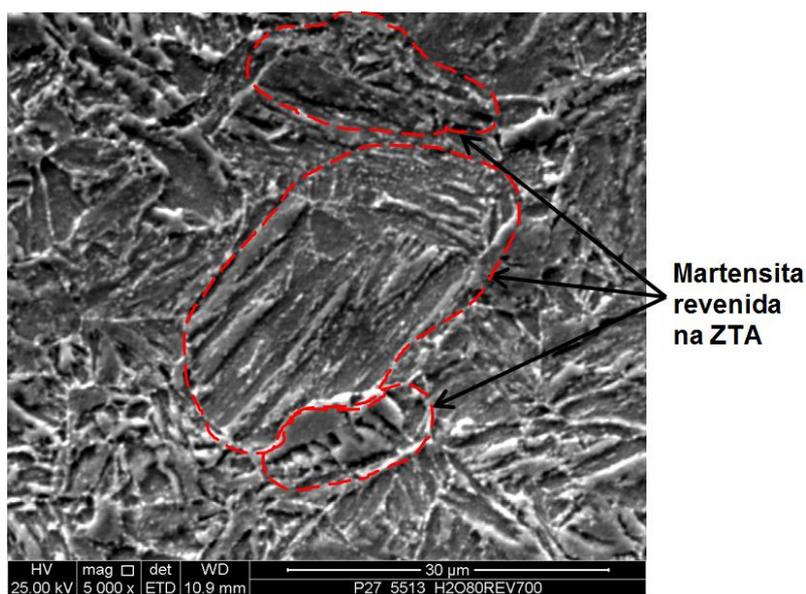
TT1 foi idêntico ao ciclo térmico no estado como recebido. No entanto, a ZTA sofreu grande redução da dureza (de 453HV1 para 230HV1). Isto foi devido ao fato de que a bainita formada na ZTA durante a deposição foi completamente austenitizada durante TT1 e transformada em martensita revenida após a têmpera e revenimento.

A Figura 5.18 mostra as microestruturas observadas em cada região após TT1.

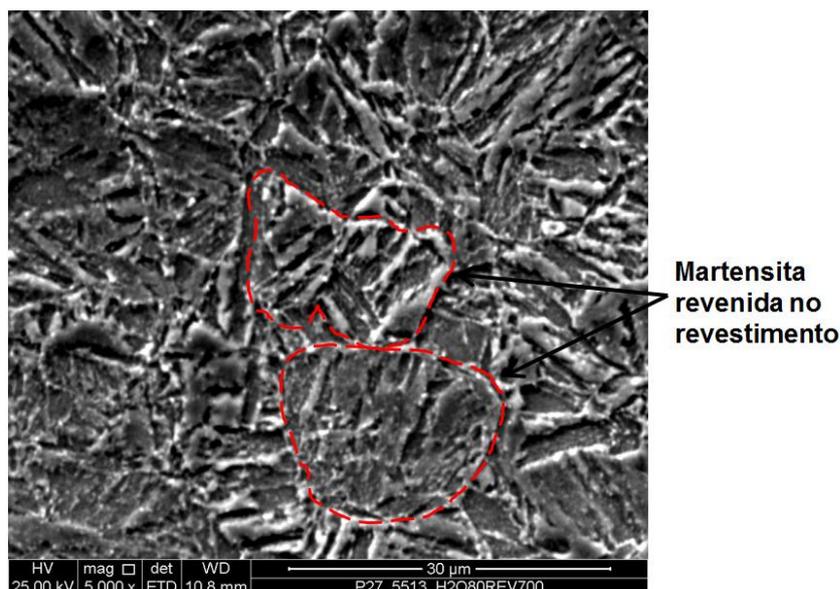
**Figura 5.18 – Microestrutura nas três regiões após TT1.**



(a) Revestimento



(b) ZTA



(c) Substrato

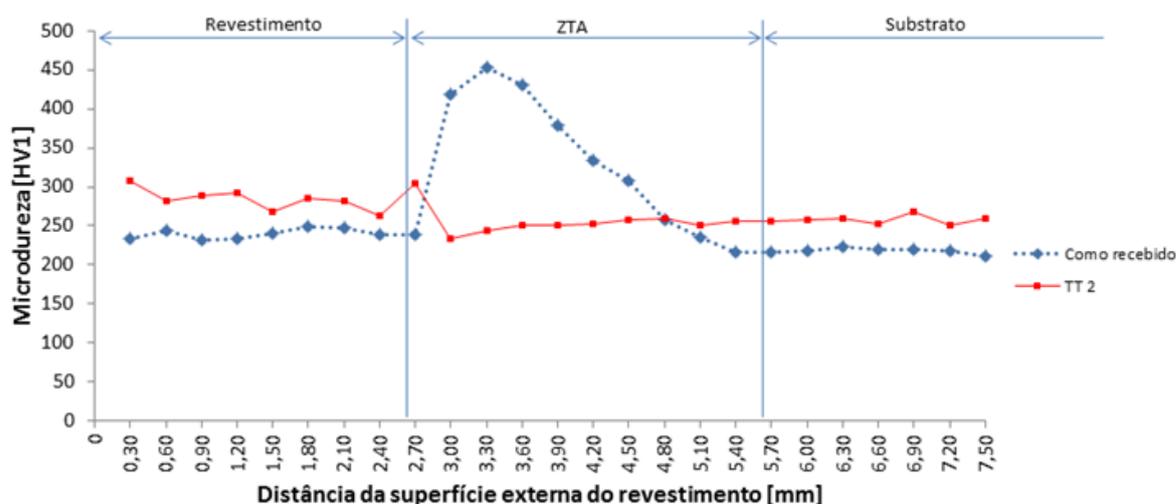
Fonte: Próprio autor

### 5.2.2 Tratamento térmico 2

O tratamento térmico 2 (TT2) simula a situação em que alguma avaria no processo produtivo possa causar grandes paradas das peças (exemplo tubo) nos fornos de tratamentos térmicos. Como por exemplo, 8 horas de parada estando o tubo a 900°C no forno de austenitização, realiza-se a têmpera em água e logo e seguida acontece outra parada por 16 horas e o tubo estando a 620°C no forno de revenimento, como representado na Figura 4.8. Como é mostrado na Figura 5.19, após o TT2, a microdureza do revestimento aumentou em média 30HV1 em relação ao estado como recebido (como depositado). Esta elevação da microdureza após TT2 está de acordo com a literatura, pois a 620°C a fase  $\gamma''$  é estável termodinamicamente e o tempo de 16 horas é longo o suficiente para a sua formação, que segundo a literatura são finas lamelas (em média 100 $\mu$ m de comprimento por 1 $\mu$ m de espessura, esta fase não foi caracterizada neste presente estudo), a qual causa endurecimento da liga INCONEL<sup>®</sup> 625(XING et al, 2014; LI et al, 2015). Resultados semelhantes de elevação de dureza após tratamento térmico em condições similares a estas foram observados por outros autores (Llet al, 2015 e FUJIA et al, 2013). A microdureza da ZTA reduziu significativamente, cujo fenômeno é o mesmo mencionado no TT1. Por outro lado, a microdureza do substrato sofreu uma elevação da microdureza em comparação ao estado como recebido. Do ponto de vista do longo tempo no revenimento, era de se esperar uma redução da

microdureza após TT2, devido à maior quantidade de carbono que poderia difundir para fora da rede da martensita. No entanto, apesar deste fenômeno ter provavelmente acontecido, a microdureza não reduziu e sim aumentou em média 25HV1, isto porque, o tempo de austenitização também foi muito longo (8h), o que causou crescimento de grão da austenita (tamanho médio de grão da austenita no estado como recebido foi de 14 $\mu$ m e tamanho de grão da austenita após TT2 foi de 21 $\mu$ m), o que segundo estudos (KENNETT et al, 2015), acarreta uma elevação da temperabilidade do aço. Neste caso, aumenta a quantidade de martensita formada com conseqüente aumento da microdureza após o revenimento. A micrografia do substrato é semelhante à do tratamento térmico TT1.

**Figura 5.19 – Comparação do perfil da microdureza da amostra como recebida e da amostra do TT 2**

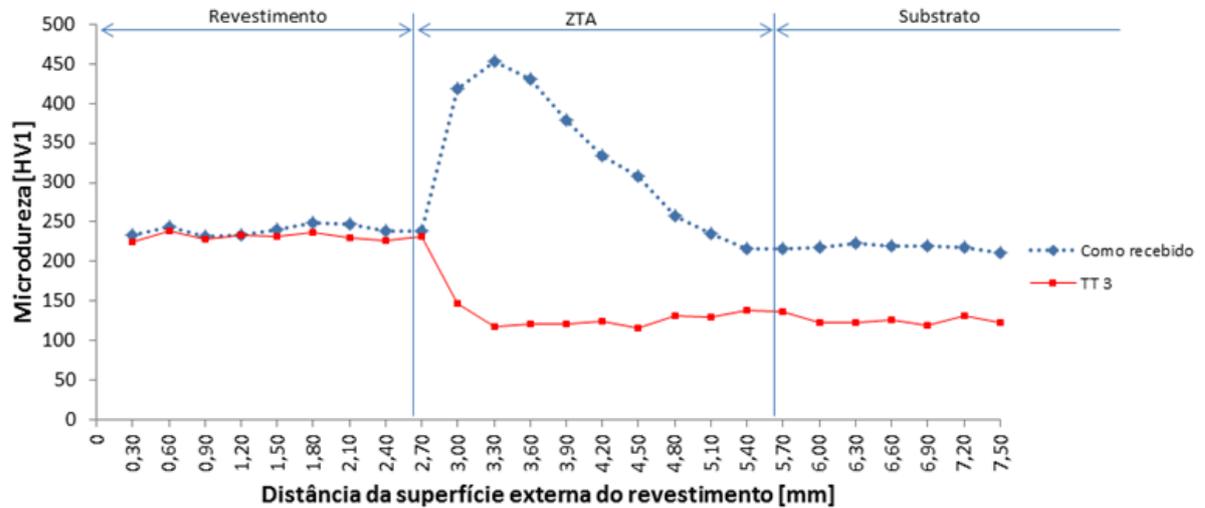


Fonte: Próprio autor

### 5.2.3 Tratamento térmico 3

O tratamento térmico 3 (TT3) simula uma situação extrema de grandes paradas no processo produtivo que causam resfriamento lento das peças (tubos), como mostrado na Figura 4.9. O perfil de microdureza após TT3 é mostrado na Figura 5.20 em comparação com o perfil de microdureza da amostra no estado como recebido. Pode-se observar que a microdureza do revestimento não sofreu nenhuma alteração considerável devido ao curto tempo a 900°C. Por outro lado, a microdureza da ZTA e do substrato sofreram uma forte redução causada pelo resfriamento lento no forno após austenitização.

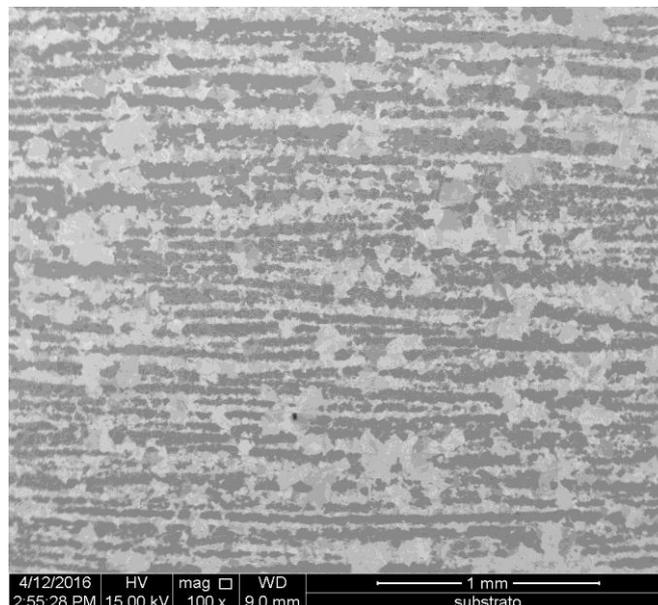
Figura 5.20 – Comparação do perfil da microdureza da amostra como recebida e da amostra do TT 3.



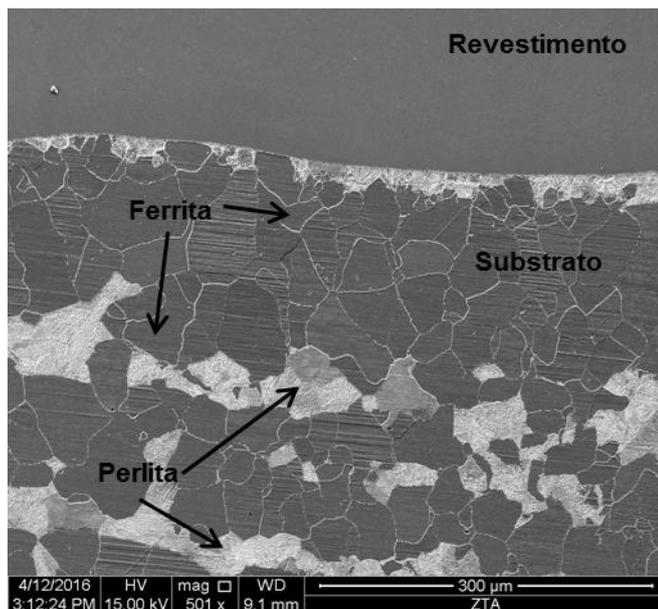
Fonte: Próprio autor

A Figura 5.21 mostra a microestrutura típica formada tanto na ZTA quanto no substrato. Devido ao resfriamento lento no forno, os constituintes formados foram ferrita + perlita.

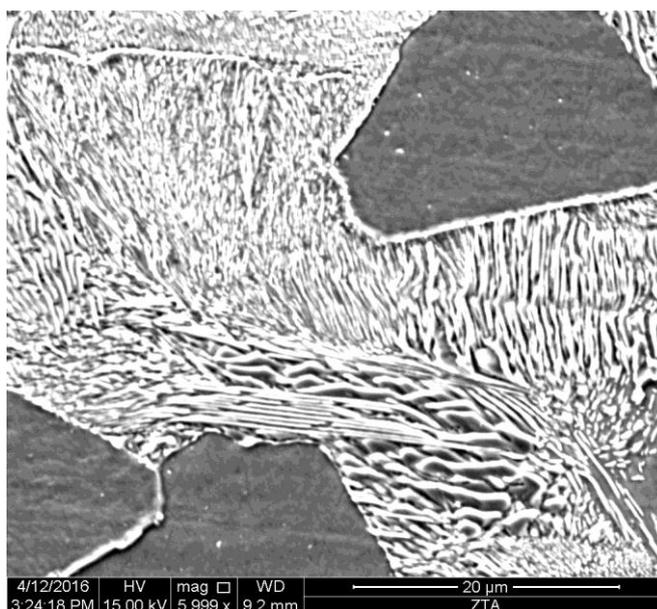
Figura 5.21 – Microestrutura da ZTA e substrato após TT3



(a) Estrutura bandada do substrato



(b) ZTA com filme de carbonetos ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) ao longo de contornos de grãos da ferrita



(c) Estrutura ferrita + perlita com aumento de 6000x

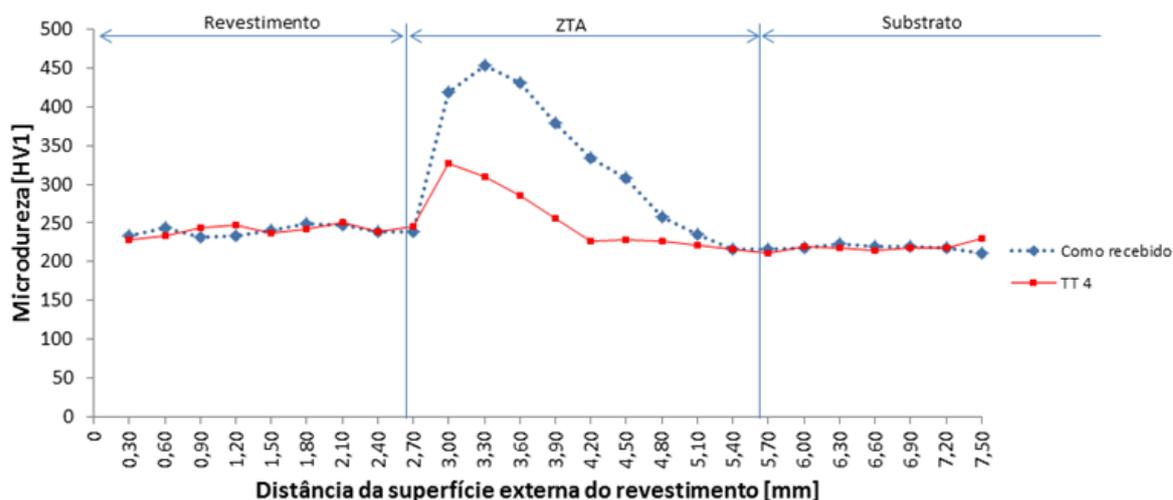
Fonte: Próprio autor

#### 5.2.4 Tratamento térmico 4

O tratamento térmico 4 (TT4) é uma possível solução tecnológica que visa apenas reduzir a microdureza da ZTA usando uma rota de tratamento térmico simples e de baixo custo. Como mostrado na Figura 4.10, é realizado apenas um revenimento na mesma temperatura do revenimento utilizado no processo industrial, no estado como

recebido, 620°C, porém por 1 hora. A Figura 5.22 mostra que a microdureza do revestimento não foi afetada, assim como a microdureza do substrato que também não sofreu nenhuma modificação, mesmo com revenimento de 1h que é superior ao tempo de revenimento no estado como recebido que foi de 20 minutos. Por outro lado, a microdureza da ZTA sofreu uma redução significativa causada pelo “revenimento” da bainita ou seja, coalescimento dos carbonetos ( $Fe_3C$ ). A norma API 5CT prevê que a estrutura seja martensita revenida, se aplicado este tratamento térmico, mesmo com a redução na dureza, não atenderá devido à permanência da estrutura bainítica.

**Figura 5.22 – Comparação do perfil da microdureza da amostra como recebida e da amostra do TT 4.**



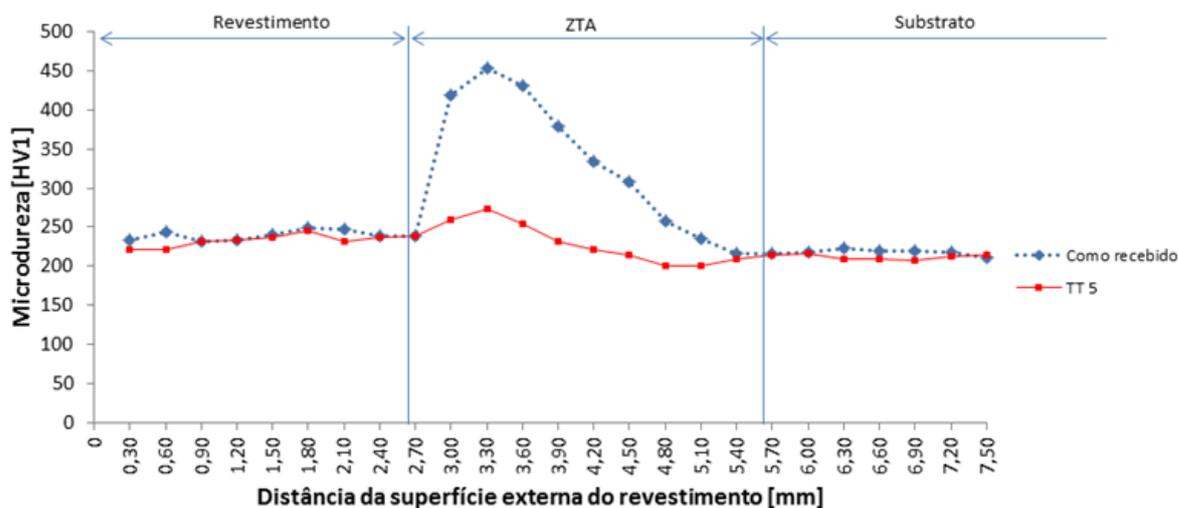
Fonte: Próprio autor

### 5.2.5 Tratamento térmico 5

O tratamento térmico 5 (TT5) tem o mesmo objetivo do TT4, mas com longo tempo de revenimento como mostrado na Figura 4.11, 620°C por 16 horas. O perfil de microdureza do revestimento não sofreu alteração após TT5 como mostra a Figura 5.23. A microdureza do substrato é praticamente igual ao estado como recebido, mas apresenta uma tendência à estabilização devido ao longo tempo de revenimento. Por outro lado, a microdureza da ZTA reduziu significativamente,

mostrando a influência do tempo de revenimento dos processos difusionais do carbono na bainita causando, possivelmente, coalescimento dos carbonetos.

**Figura 5.23 – Comparação do perfil da microdureza da amostra como recebida e da amostra do TT 5.**



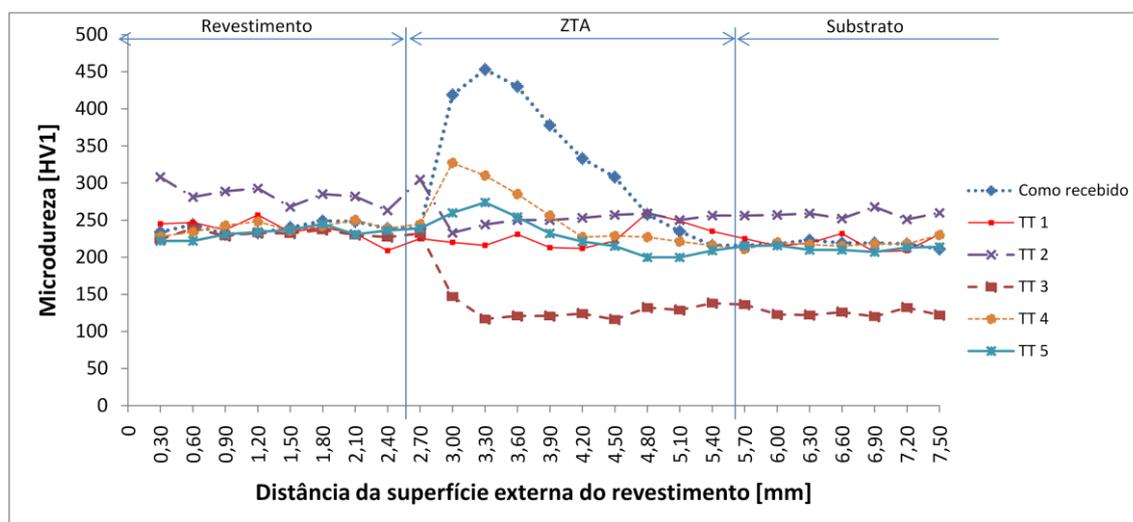
Fonte: Próprio autor

### 5.3 Considerações finais

Após a deposição do revestimento no aço API 5CT L80 usando laser overlay, observa-se que a dureza do revestimento e do substrato não afetado pelo ciclo térmico gerado durante a deposição, é praticamente igual. No entanto, forma-se uma região (ZTA) muito dura com dureza aproximadamente o dobro da dureza original do substrato. Esta característica (heterogeneidade de dureza) é deletéria para as principais aplicações industriais como fadiga e corrosão sob tensão, como na fragilização por hidrogênio (TRINDADE et al, 2016). Através da análise dos cinco tratamentos térmicos realizados, mostrados na Figura 5.24, pode-se salientar que os tratamentos TT1 e TT5 são os mais adequados, tendo em vista que estes uniformizam as durezas no revestimento, ZTA e substrato não afetado termicamente. Conforme mostrado na Figura 5.25, o tratamento térmico TT2, apesar de uniformizar a dureza nas três regiões, causa elevação da dureza do substrato e do revestimento onde forma-se a fase  $\gamma''$ , que pode ser prejudicial para algumas aplicações industriais. O tratamento térmico TT3 é inadequado, pois causa a formação de ferrita + perlita com baixa dureza e microestrutura não correspondente

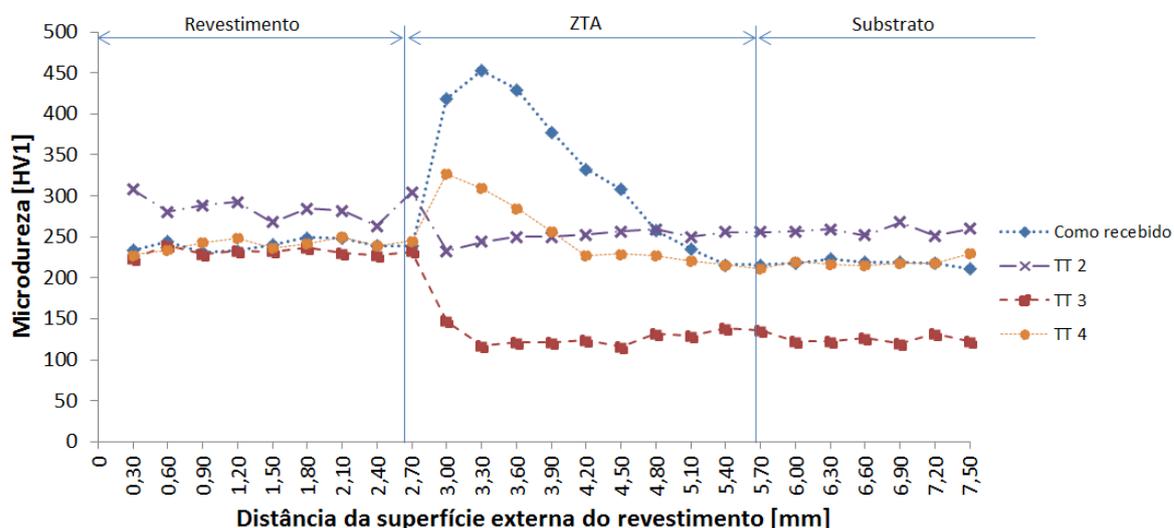
ao grau L80 da norma API 5CT. Já o tratamento térmico TT4, apesar de ter causado redução da dureza na ZTA, o tempo não foi suficiente para maior coalescência dos carbonetos na bainita e uniformização da dureza. Conforme mostrado na Figura 5.26, o tratamento térmico TT5 embora contribua para uma significativa redução da dureza na ZTA, assim como o TT4 não transforma a bainita em martensita revenida, o que não atende à API 5CT.

**Figura 5.24– Comparação do perfil da microdureza de todas as amostras utilizadas: no estado como recebido e os 5 tratamentos térmicos utilizados após deposição do revestimento.**



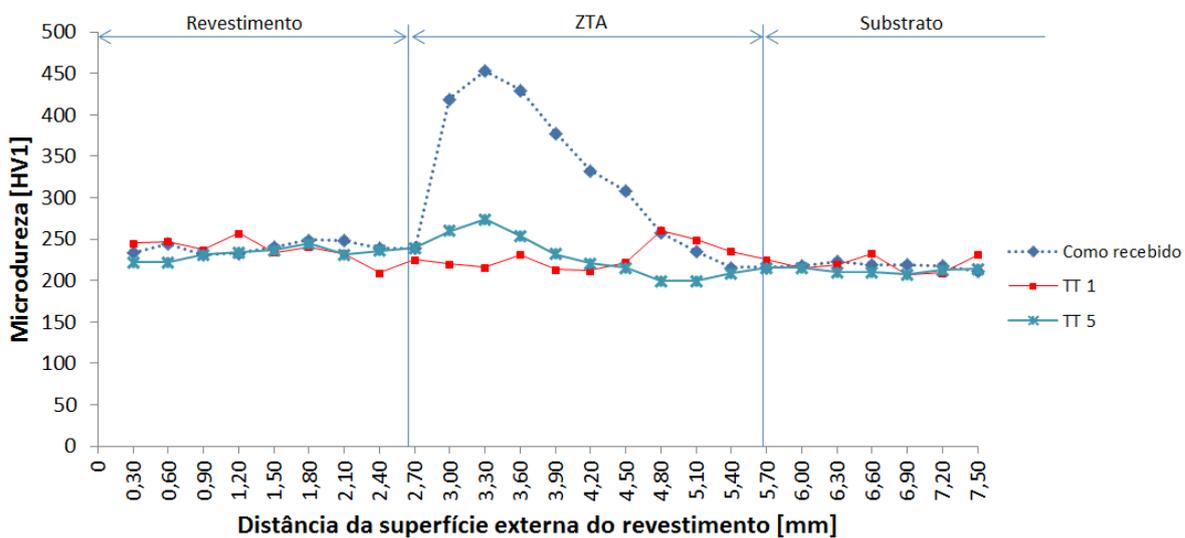
Fonte: Próprio autor

**Figura 5.25 – Comparação do perfil da microdureza das amostras utilizadas: no estado como recebido e os tratamentos térmicos TT2, TT3 e TT4.**



Fonte: Próprio autor

**Figura 5.26 – Comparação do perfil da microdureza de todas as amostras utilizadas: no estado como recebido e os 5 tratamentos térmicos utilizados após deposição do revestimento.**



Fonte: Próprio autor

## 6 CONCLUSÕES

A partir deste estudo, as seguintes conclusões podem ser citadas:

1. O aço usado como substrato apresenta boa temperabilidade conferida pela presença de Titânio e Boro na composição química. O Ensaio de Temperabilidade Jominy e resultados de dureza de tubos temperados em linha industrial confirmam esta importante característica de aços C-Mn usados de acordo com a norma API 5CT.
2. Após a deposição do INCONEL<sup>®</sup> 625 sob o aço foi observada uma zona mais dura que o revestimento e o aço original, chamada de ZTA, causada pela formação de bainita.
3. A microestrutura do revestimento como depositado apresentou dendritas colunares na direção de extração de calor com carbonetos de molibdênio, nióbio e titânio entre as dendritas. Uma fina zona de diluição enriquecida em ferro foi observada na interface revestimento/aço.
4. Dentre os cinco tratamentos térmicos realizados, os mais promissores em termos de performance foram o TT1 e o TT5, devido à manutenção das características originais do substrato e do revestimento e a eliminação da zona dura (ZTA). O tratamento TT2 modificou as propriedades originais do substrato e do revestimento. O tratamento TT3 deteriorou completamente a microestrutura e dureza do aço, devido à formação de ferrita + perlita. Já o tratamento TT4 não foi capaz de eliminar completamente a zona dura (ZTA).

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Estudar a resistência à corrosão do substratos/revestimento que foi submetido ao tratamento térmico que apresentou bom resultado.

Estudar a formação da fase  $\gamma''$  após o INCONEL<sup>®</sup> 625 ser exposto à temperatura de 620°C por 16 horas.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALGELASTRO, A.; CAMPANELLI, S. L.; CASALINO, G.; LUDOVICO, A. D. **Optimization of Ni-Based WC/Co/Cr Composite Coatings. Advances in Materials Science and Engineering**, 2013. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1155/2013/615464>>. Acesso em 30/06/2016.

ALMEIDA, N. C., **Caracterização Microestrutural de Revestimentos de Superligas de Cobalto e de Níquel e Carboneto de Tungstênio em Matriz de Cobalto em Substrato de um Aço API 5CT Grau L80 Depositados a LASER e por Aspersão Térmica**, Dissertação de Mestrado. Ouro Preto: Universidade Federal de Ouro Preto, 2016.

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. **API 5CT: Specification for Casing and Tubing**. 9th ed., 2011.

ANTOSZCZYSZYN, Tiago José. **Revestimentos de liga de níquel INCONEL® 625 por plasma com arco transferido (PTA) sobre aços API 5L X70 e AISI 316L**. Dissertação de Mestrado. Curitiba: Universidade Federal do Paraná, 2014.

ASM HANDBOOK. **Properties and selection**. 10 ed. Ohio: American Society for Metals – ASM International, v.1, 2004. 2303p.

ASSIS, F. P., **Tratamentos Térmicos de Aços**, Centro Universitário da FEI, 2006.

Associação Brasileira de Normas Técnicas, 1989, “**ABNT NBR 6339: Aço – Determinação da Temperabilidade (Jominy)**”.

BARBOSA, C. **Metais não Ferrosos e suas Ligas – Microestrutura, Propriedades e Aplicações**. Rio de Janeiro: E-Papers, 2014.

BRAMFITT, B.L. E SPEER, J.G. **A Perspective on the Morphology of Bainite**. Metallurgical Transactions A, v. 21, p. 817-829, April 1990.

BROOKS, C. R. **Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys**. Ohio: ASM International, 1982.

CALLISTER, W. D. **Materials Science and Engineering: An Introduction**. New York: John Wiley & Sons, 2007.

CARNEIRO, R.A., RATNAPULI R.C., LINS V.F.C. **The Influence of Chemical Composition and Microstructure of Line Pipe Steel on Hydrogen Induced Cracking and Sulfide Corrosion Cracking**, Mater. Sci. Eng. A, v. 357, p. 104–110, 2003. **API, Stress**

COLPAERT, Hubertus. **Metalografia dos produtos comuns**. 4. ed. revista e atualizada por COSTA E SILVA, André Luiz V. São Paulo: Editora Blucher, 2008.

DEEVI, S. C.; SIKKA, V. K.; LIU, C. T. **Processing, properties and applications of nickel and iron aluminides**. Progress in Materials Science, Lisboa, v.42, p. 177–192, 1997.

DING, Y. **PVD NiAl intermetallic coatings: microstructure and mechanical properties**. Surface and Coatings Technology, Lausanne, v. 94–95, p.483–489, 1997.

D'OLIVEIRA, A. S. C. M.; CAPRA, A.; PAREDES, R. S. C.; RODRIGUES, R. M. P.; BRUNATTO, S. F. **Revestimentos protetores contra a corrosão pelo ácido naftênico**. In: XVI Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, 2001, Uberlândia. Anais do XVI Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, 2001.

EDMONDS, D.V. E COCHRANE, R.C. **Structure-Property Relationships in Bainitic Steels**. Metallurgical Transactions A, v. 21, 6<sup>o</sup> edition, p. 1527-1540, June 1990.

FARINA, A. **Metalografia das Ligas e Superligas de Níquel**. Villares Metals, 2011. Disponível em: <[http://pmt.usp.br/pmt2402/Metalografia %20de% 20Ligas %20de %20Ni.pdf](http://pmt.usp.br/pmt2402/Metalografia%20de%20Ligas%20de%20Ni.pdf)>. Acesso em abril/2016.

FLOREEN, S.; FUCHS, G. E.; YANG, W. J., “**The Metallurgy of Alloy 625**”, In: Superalloys 718, 625 and Various Derivatives, p. 13, 1994.

HABRAKEN L. J.; ECONOMOPOULOS. **Bainitic Microstructures in Low-Carbon Alloy Steels and their mechanical Properties**. Symposium: Transformation and Hardenability in Steels, 1967.

HERRING, D. H., **A influência do manganês no aço**. Revista Industrial Heating, pag. 10 e 11. S+F editora, outubro 2010.

KENNETT, S.C, KRAUSS, G., FINDLEY, K.O., **Prior austenite grain size and tempering effects on the dislocation density of low-C Nb-Ti microalloyed lath martensite**. Journal of Materials Science and Technology, v. 107, p. 123-126, 2015

KITTEL J., SMANIO V., FREGONESE M., GARNIER L., LEFEBVRE X. **Hydrogen Induced Cracking (HIC) Testing of Low Alloy Steel in Sour Environment: Impact of Time of Exposure on the Extent of Damage**, Corros. Sci., v. 52, p. 1386–1392, 2010.

KRAUSS, G. **Steels: Processing, Structure, and Performance**. 3<sup>o</sup> Edition. Ohio: ASM International, 2005.

LI, S.; WEI, Q.; SHI, Y.; ZHU, Z.; ZHANG, D., **Microstructure Characteristic of Inconel 625 Superalloy Manufactured by Selective Laser Melting**. Journal of Materials Science and Technology, p. 1-7, 2015.

LI, X.; MA, X.; SUBRAMANIAN, S. V.; SHANG, C.; MISRA, R. D. K. **Influence of prior austenite grain size on martensite-austenite constituent and toughness in the heat affected zone of 700Mpa high strength line pipe steel**. Materials Science and Engineering A, v. 616, p.141-147, 2014.

MAITREPIERRE, PH.; et al., **Hardenability Concepts with application to Steel**, AIME, 1978, p. 421.

MANOHAR, P.A. et al., **Continuous cooling transformation behavior of microalloyed steels containing Ti, Nb, Mn and Mo**. ISIJ International, v. 36, n. 12, p.1486-1493, 1996.

MIRANDA, E. C., **Revestimentos de ligas de níquel depositados pelo processo plasma pó para aplicações na indústria do petróleo e gás**. Tese de Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais, UFCE, 2014.

MUNEKATA, R. M., **Soldagem em lâminas finas de hastelloy C-276 por LASER pulsado Nd: YAG**. Dissertação de Mestrado em Processos de Fabricação, UNESP, 2011.

NAFFAKH, H.; SHAMANIAN, M.; ASHRAFIZADEH, F. **Influence of Artificial Aging on Microstructure and Mechanical Properties of Dissimilar Welds between 310 Stainless Steel and INCONEL 657**. Metallurgical and Materials Transactions A, USA, v. 39A, 2008, pp 2403-2415.

QUEIROZ, M. S., **Análise da influência dos processamentos térmico e mecânico na formação de fases intermetálicas e seu efeito nas propriedades mecânicas e na resistência à corrosão do aço inoxidável austeno-ferrítico**. Dissertação de mestrado em Engenharia de Materiais, CEFET-MG, 2013.

REED-HILL, R.E. **Princípios de Metalurgia Física**. 2<sup>a</sup> Edição. Rio de Janeiro. Editora Guanabara Dois S/A, 1982.

SAGHAFIFAR, HASSAN, **Microstructural stability of a nickel-based alloy overlay on a 2.25Cr1Mo steel substrate**. PhD thesis, University of Nottingham, 2011.

SANTOS, A. G. J. **Simulação termodinâmica e caracterização da superliga a**

**base de níquel Inconel 713LC.** 96 páginas. Dissertação de Mestrado em Ciências, USP, 2012.

SILVA, C. C., et al., **Aspectos metalúrgicos de revestimentos dissimilares com a superliga à base de níquel INCONEL® 625.** . Revista Soldagem & Inspeção. São Paulo/SP, v. 17, n. 3, Jul/Set 2012.

SILVA, R. C., **Caracterização de um aço microligado ao boro e tratado termicamente utilizado na fabricação de tubos.** 132 páginas. Dissertação de Mestrado em Materiais, UNESP, 2012.

SPECIAL METALS. **Technical bulletin INCONEL® alloy 625**, disponível em: <http://www.specialmetals.com/documents/Inconel%20alloy%20625.pdf>. Acesso em: abril 2016.

TANG, Z.; **Optimising the transformation and yield to ultimate strength ratio of Ni-Ti micro-alloyed low carbon line pipe steel through alloy and microstructural control**, Pretoria, 2007. 229p (Doutorado- University of Pretoria).

THOMPSON, S.W. et al. **Austenite decomposition during continuous cooling of an HSLA-80 plate steel.** Metall. Mater. Trans. A, v. 27, 6<sup>o</sup> edition. p.1557-1571, June 1996.

THOMPSON, S.W.; KRAUSS, G. **Continuous Cooling Transformations and Microstructures in a Low-Carbon, High-Strength Low-Alloy Plate Steel.** Metallurgical Transactions A. v. 21, 6<sup>o</sup> edition, p.1493-1507, June 1990.

TRINDADE, V. B. et. al. **Evaluation of Hydrogen-Induced Cracking Resistance of the In625 Laser Coating System on a C-Mn Steel Substrate**, U.F.O.P., artigo em publicação 2016.

UENO, M.; INOUE, T. Trans. ISIJ, 13, 1973, p.210

WANG, L.W., DU C.W., LIU Z.Y., WANG X.H., LI X.G. **Influence of carbon on stress corrosion cracking of high strength pipeline steel**, CorrosSci., v. 7, p. 486-495, 2013.

XING, X.; DI, X.; WANG, B. **The effect of post-weld heat treatment temperature on the microstructure of Inconel 625 deposited metal**, Journal of Materials Science & Technology, v.593, p.110–116, 2014.

Y. S. LEE, M. NORDIN, S. S. BABU, AND D. F. FARSON. **Influence of Fluid Convection on Weld Pool Formation in Laser Cladding**, Welding journal, v.93, 292-300s, 2014.

