JAIME CASANOVA SOEIRO JUNIOR

Soldabilidade metalúrgica do aço ASTM A553 Tipo I com 9 % de
níquel

São Paulo

2018

JAIME CASANOVA SOEIRO JUNIOR

Soldabilidade metalúrgica do aço ASTM A553 Tipo I com 9 % de
níquel

Tese apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São
Paulo para obtenção do título de
Doutor em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. Sérgio Duarte
Brandi

São Paulo

2018

JAIME CASANOVA SOEIRO JUNIOR

Soldabilidade metalúrgica do aço ASTM A553 Tipo I com 9 % de
níquel

Tese apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São
Paulo para obtenção do título de
Doutor em Ciências.

Área de Concentração: Engenharia
Metalúrgica e de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Sérgio Duarte
Brandi

São Paulo

2018

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, _____ de _____ de _____

Assinatura do autor: _____

Assinatura do orientador: _____

Catálogo-na-publicação

Soeiro Junior, Jaime Casanova

Soldabilidade metalúrgica do aço ASTM A553 Tipo I com 9 % de níquel /
J. C. Soeiro Junior -- versão corr. -- São Paulo, 2018.

373 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. .

1.Soldabilidade metalúrgica 2.Aço 9% níquel 3.Soldagem por atrito linear
com mistura 4.Simulação física da ZAC 5.Efeito dos passes de enchimento e
acabamento sobre a ZAC da raiz I.Universidade de São Paulo. Escola
Politécnica. II.t.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho as minhas avós e ao meu avô (*in memoriam*)

Celina Casanova Soeiro

Maria Albamira Corrêa Pinho

Luis de Souza Pinho

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, pois não há como chegar neste ponto e continuar sem Ele.

Agradeço ao meu orientador, Prof. Dr. Sérgio Duarte Brandi, pelo empenho, ajuda e por seus ensinamentos, os quais me levaram a cumprir mais uma etapa.

Agradeço ao programa PRH – 19 e a FAPEAM pelo auxílio financeiro na forma de bolsa de doutorado.

Agradeço a empresa Praxair®, em especial ao engenheiro Marcos Lobato, por toda ajuda fornecida ao andamento do trabalho, na forma de doação do material e na soldagem dos corpos de prova utilizados.

Agradeço ao departamento de engenharia mecânica da universidade Aalto na Finlândia, em especial ao professor Dr. Pedro Vilaça, pela realização dos experimentos da soldagem por atrito linear com mistura e pela caracterização microestrutural realizada em suas dependências.

Agradeço a minha esposa Carla Martins Toyoda, por todo apoio oferecido durante esses anos, sendo meu porto seguro nas horas difíceis e por acreditar fielmente nesse caminho.

Agradeço ao Especialista em Engenharia de Soldagem Alfredo Mello de Moura pela doação de materiais e nas elucidantes conversas técnicas.

Agradeço aos meus pais, Jaime Casanova Soeiro e Maria Peciula Pinho Soeiro, por me apoiarem nesta jornada, por serem exemplos de superação nesta vida e por todo esforço oferecido para minha educação.

As minhas avós, Celina Casanova Soeiro e Maria Albamira Corrêa Pinho, a minha tia Liliam Pinho, pelos exemplos oferecidos para minha formação.

Agradeço ao meu tio e padrinho Carlos Casanova Soeiro, que desde minha infância me incentivava aos estudos através de grandes palavras, às quais mais tarde me motivaram a buscar por mais.

Agradeço ao meu amigo e companheiro de estudos Rubelmar Maia de Azevedo Cruz Neto, por toda ajuda dada e pelas conversas em diversos cafezinhos durante esses anos.

Agradeço ao amigo Antonio do Nascimento Silva Alves por toda ajuda, apoio e companheirismo nesses anos de estudo.

Agradeço ao amigo lusitano Gonçalo Sorger, pela ajuda fornecida para a execução dos experimentos soldados por atrito linear com mistura e pelas diversas conversas durante os diversos cafés.

Agradeço aos colegas de estudos, que durante o tempo que ficamos juntos e por todas as dificuldades que passamos, gosto de “chamá-los” de amigos: Anderson Clayton do Nascimento Ribeiro, Dario Magno Batista Ferreira, Evandro Armani de Pauli, Thiago Ferreira Martins, Gustavo Suto, André Luiz de Carvalho, Jeferson José de Carvalho e Laura Borges Abrantes.

Agradeço a todos os grandes colegas que conheci nestes anos e que contribuíram para meu aprendizado: André Luiz Teixeira, André Brauner, Luiz Fernando, Marcos Fernandes da Silva, Marcos Xixa Treiber e Carlos Roberto Palermo.

Não consegui chegar a este ponto sozinho, assim agradeço a todos que participaram direta e indiretamente para conclusão deste trabalho.

“...O discípulo chegou a um nível onde mestre e discípulo não são dois, mas um. A qualquer momento podem-se separar. Ainda que estejam separados por vastos oceanos, o mestre sempre estará presente...”

Eugen Herrigel

CURRÍCULUM VITAE

JAIME CASANOVA SOEIRO JUNIOR

Formação:

Mestre em Ciências pelo Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. (USP-2013).

Especialista em Engenharia de Soldagem. (USP-2012).

Engenharia Mecânica. (UEA-2008).

Atuação Profissional:

De 2011 a 2014 – Estágio no Programa de Aperfeiçoamento de Ensino (PAE) na disciplina Introdução à Ciência dos Materiais para Engenharia (PMT 2100).

2012/2012 – Estágio no Programa de Aperfeiçoamento de Ensino (PAE) na disciplina Soldagem e Junção de Materiais (PMT2505).

2008/2010 – Musashi da Amazônia de 2008 a 2010. Especialista Técnico Junior de multinacional fornecedora de componentes para Moto Honda da Amazônia S.A.

Artigos Completos Publicados em Periódicos:

1. SOEIRO JUNIOR, JAIME CASANOVA; DA LUZ, MAURO APOLINÁRIO ; BRANDI, SÉRGIO DUARTE. Comparison of deposition rate and deposition efficiency between ER70S-6 and E71T-1C consumables. WELDING INTERNATIONAL, v. 31, p. 79-89, 2017.

2.SOEIRO JUNIOR, J. C. ; LUZ, MAURO APOLINÁRIO DA ; BRANDI, SÉRGIO DUARTE. Comparação da Taxa e Eficiência de Deposição entre os Consumíveis ER70S-6 e E71T-1C. Revista Soldagem e Inspeção, v. 20, p. 2-15, 2015.

3.SOEIRO JUNIOR, J. C. ; ROCHA, DAVID BELLENTANI ; BRANDI, SÉRGIO DUARTE. Uma breve revisão histórica do desenvolvimento da soldagem dos aços API para tubulações. Soldagem e Inspeção (Impresso), v. 18, p. 176-195, 2013.

Trabalhos Completos Publicados em Anais de Congressos:

1.CANDEL, E. H. P. ; SOEIRO JUNIOR, J. C. ; BRANDI, S. D. Soldagem Similar e Dissimilar dos Aços Inoxidáveis Super Duplex UNS S32750 e UNS S32760. In: XLI CONSOLDA - CONGRESSO NACIONAL DE SOLDAGEM, 2015, Salvador. XLI CONSOLDA - CONGRESSO NACIONAL DE SOLDAGEM. São Paulo: ABS, 2015.

2.SANTOS, M. A. ; SOEIRO JUNIOR, J. C. ; BRANDI, S. D. Estudo do Efeito do Passe a Quente no Aço Inoxidável Duplex de Baixa liga UNS S32304. In: XLI CONSOLDA - CONGRESSO NACIONAL DE SOLDAGEM, 2015, Salvador. XLI CONSOLDA - CONGRESSO NACIONAL DE SOLDAGEM. São Paulo: ABS, 2015.

3. MAIA, R. R; SOEIRO JUNIOR, J. C. ; BRANDI, S. D. Estudo da Intersecção entre os Cordões de Soldagem Multipasses Circunferencial e o Cordão de Costura Longitudinal para Tubulações em Aço API 5L grau X80. In: XLI CONGRESSO NACIONAL DE SOLDAGEM, 2015, Salvador. XLI CONGRESSO NACIONAL DE SOLDAGEM. São Paulo: ABS, 2015.

4.SOEIRO JUNIOR, J. C. SILVA, E. F. ; BRANDI, S.D. Estudo da tenacidade em temperaturas criogênicas do metal de adição ER316LT-1 soldado pelo processo arame tubular utilizando metais de adição com e sem controle de ferrita. In: XL CONGRESSO NACIONAL DE

SOLDAGEM & PWC I PAN-AMERICANO DE SOLDAGEM, 2014, São Paulo. XL CONGRESSO NACIONAL DE SOLDAGEM & PWC I PAN-AMERICANO DE SOLDAGEM, 2014.

5.RIBEIRO, A. C. N.; ASSUNCAO, H. ; SOEIRO JUNIOR, J. C. ; RODRIGUES, L. F. O. ; BRANDI, S.D. Soldagem do aço naval ah36 nacional produzido pela rota TMCP utilizando os processos de arame tubular na raiz e enchimento com arco submerso com um arame. In: 68º Congresso Anual da ABM, 2013, Belo Horizonte. Soldagem do aço naval AH36 nacional produzido pela rota TMCP utilizando os processos de arame tubular na raiz e enchimento com arco submerso com um arame. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2013. p. 4272-4285.

6.LUZ, M. A. ; SOEIRO JUNIOR, J. C. ; BRANDI, S.D. Comparação da taxa de deposição e eficiência de deposição entre os consumíveis E71T-1C e ER70S-6. In: XXXIX CONSOLDA, 2013, Curitiba. XXXIX CONSOLDA, 2013.

7.SILVA, M. F. ; SOEIRO JUNIOR, J. C. ; BRANDI, S.D. Comparação da Deformação entre a Técnica de Soldagem Convencional e a Técnica com Dupla Fusão em Aços Estruturais. In: XXXVIII CONSOLDA Congresso Nacional de Soldagem, 2012, Ouro Preto. Comparação da Deformação entre a Técnica de Soldagem Convencional e a Técnica com Dupla Fusão em Aços Estruturais. 2012.

8.SOEIRO JUNIOR, J. C. ; ROCHA, D. B. ; SOUZA, A. C. ; BRANDI, S.D. Comparison between SMAW and GMAW-STT plus FCAW-G welding of API 5L X80 tubes for pipeline fabrication. In: Rio Pipeline Conference & Exposition, 2011, Rio de Janeiro. Rio Pipeline Conference & Exposition 2011, 2011.

Resumo Publicado em Anais de Congresso Internacional:

1. SOEIRO JUNIOR, JAIME CASANOVA; SORGER, G. ; VILACA, P. ; BRANDI, S. D. . A Microstructural Evaluation of Single and Double-Pass FSW in 9 % Nickel Steel. In: 69th IIW Annual Assembly and International Conference, 2016, Melbourne. International Conference Melbourne, Australia, 2016.

2. IACONO, M. H. ; SOEIRO JUNIOR, J. C. ; BRANDI, S.D. Effect of Subsequent Passes on the Mechanical Properties of the Root Pass of an API 5L X80 Steel Pipe Weld. In: 95th FABTECH, 2014, Atlanta. 95th FABTECH, 2014.

RESUMO

A soldagem altera as propriedades mecânicas dos aços ligados ao níquel, em especial seu desempenho em aplicações criogênicas. Assim, este trabalho apresenta um estudo sobre a soldabilidade metalúrgica do aço com 9% níquel e tem como objetivos: identificar se a fragilização em temperatura abaixo da temperatura A_{c3} ocorre em ZACs com dois e três ciclos térmicos simulados fisicamente; analisar as características da junta soldada pelo processo de soldagem por atrito linear com mistura e os efeitos da soldagem multipasse; e analisar a influência dos passes de enchimento e acabamento sobre o comportamento mecânico da ZAC da raiz de uma junta soldada pelo processo de soldagem MIG/MAG. Destacam-se entre os resultados da simulação física da ZAC: as amostras que tiveram a temperatura máxima abaixo da temperatura A_{c1} , no terceiro ciclo térmico, não apresentaram o efeito de redução da energia absorvida no ensaio Charpy V; a fração volumétrica de austenita retida não aumenta a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V para as amostras que tiveram a temperatura máxima do segundo ciclo térmico abaixo da temperatura A_{c3} (723°C); e a correlação linear múltipla sugere um modelo empírico, baseado nos dados deste trabalho, onde os fatores de fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita, fração volumétrica de austenita retida e tamanho de grão são mais relevantes para a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V. Destacam-se entre os resultados da soldagem por atrito linear: a energia absorvida no ensaio Charpy V da zona misturada do primeiro cordão (CP1) é menor que o metal de base; o segundo cordão gera duas regiões na zona misturada do primeiro cordão, que tendem a aumentar a energia absorvida no ensaio Charpy V; os valores de energia absorvida no ensaio Charpy V apresentam correlações lineares simples com a microdureza, a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita e com o tamanho de grão. Destacam-se entre os resultados da soldagem com MIG/MAG: A soldagem do aço com 9% de níquel com a liga Inconel 625 gera uma zona não misturada entre o metal de solda e a ZAC; a amostra com todos os passes de solda (CP3) apresenta a menor energia absorvida no ensaio Charpy V entre todos os experimentos; e a trinca, no ensaio Charpy V, propaga na zona não misturada no CP1 e no CP2, que tiveram as maiores energias absorvidas no ensaio Charpy. O CP3 apresenta propagação de trinca na linha de fusão e possui a menor energia absorvida no ensaio Charpy V.

Palavra-chave: Soldabilidade metalúrgica; Aço 9% Níquel; Soldagem por atrito linear, Efeito dos passes de enchimento e acabamento sobre a ZAC da raiz.

ABSTRACT

Welding modify the mechanical properties of nickel steels, especially their performance in cryogenic applications. Thus, this work presents a study on the metallurgical weldability of 9% nickel steel and its objectives are: identify if the embrittlement in temperature below the Ac_3 temperature occurs in HAZs with two and three thermal cycles simulated physically; analyze the characteristics of the joint welded by friction stir welding process and the effects of multipass welding; and analyze the influence of the filling and finishing passes on the mechanical behavior of HAZ from the root of a joint welded by the GMAW welding process. The results of the physical simulation of the HAZ were: the samples that had the maximum temperature below the temperature Ac_1 , in the third thermal cycle, did not present the effect of reduction of the energy absorbed in the Charpy V test; the retained austenite volumetric fraction does not increase the amount of energy absorbed in the Charpy V test for the samples having the maximum temperature of the second thermal cycle below the Ac_3 temperature (723 °C); and the multiple linear correlation suggests an empirical model, based on the data of this work, where the volumetric fraction factors of the martensite-austenite microconstituent, retained austenite volumetric fraction and grain size are more relevant for the amount of energy absorbed in the Charpy V test. The FSW welding highlights results: the energy absorbed in the Charpy V test of the mixed zone of the first pass (CP1) is smaller than the base metal; the second pass generates two regions in the mixed zone of the first pass, which tend to increase the energy absorbed in the Charpy V test; the values of energy absorbed in the Charpy V test show simple linear correlations with the microhardness, the volumetric fraction of the martensite-austenite microconstituent and with the grain size. The GMAW welding highlights results: welding of the steel with 9% nickel with the Inconel 625 alloy makes an unmixed zone between the weld metal and the HAZ; the sample with all weld passes (CP3) shows the lowest energy absorbed in the Charpy V test among all the experiments; and the crack, in the Charpy V test, propagates in the unmixed zone in CP1 and CP2, which had the highest energies absorbed in the Charpy test. The CP3 shows crack propagation in the melting line and has the lowest energy absorbed in the Charpy V test.

Key-Word: Metallurgical weldability; 9 % nickel steel; Friction stir welding; effect of the filling and finishing passes on the root HAZ.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 Efeito da quantidade do níquel na tenacidade de aço baixo carbono. Adaptado da referência [32].	44
Figura 2.2. Comparação das propriedades mecânicas entre: a) aço com 9% Ni com dupla normalização e revenido; b) aço com 9% Ni temperado e revenido. Adaptada da referência [3].	52
Figura 2.3. Comparação das propriedades mecânicas entre: a) aço com 9% Ni com dupla normalização e revenido; b) aço com 9% Ni temperado e revenido. Adaptada da referência [3].	52
Figura 2.4. Influência do tratamento térmico de têmpera intercrítica (QLT) sobre a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy de um aço com 5,5% Ni. Q – Temperado; QT_2 – Temperado e revenido por duas horas; QT_{100} – Temperado e revenido por cem horas; QL – Temperado e temperado em temperatura intercrítica; QLT – Temperado, temperado em temperatura intercrítica e revenido [17].	56
Figura 2.5. Tratamentos térmicos dos artigos 1976 e 1978 da Tabela 2.4. a) Amostra 1; b) Amostra 2; c) Amostra 3; d) Amostra 4; e) Amostra 5; f) Amostra 6 [12].	57
Figura 2.6. Relação linear entre a fração volumétrica de austenita retida e a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy, dados da Tabela 2.4 e da Tabela 2.5.	58
Figura 2.7. Relação linear entre a fração volumétrica de austenita retida e a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy [14].	59
Figura 2.8. Esquema do desenvolvimento microestrutural influenciado pela têmpera intercrítica em aços com 9% Ni. a) Grão de austenita anterior. b) Austenitizado e temperado. c) revenido [14].	59
Figura 2.9. Esquema da precipitação da cementita (C), da martensita (M) e da austenita (A) em discordâncias (D) e maclas (T) em função do tipo de tratamento térmico utilizado em um aço com 5,5% Ni.	60
Figura 2.10. Esquema ilustrativo do processo de soldagem por atrito linear com mistura. Adaptado da referência [73].	64
Figura 2.11. Regiões da junta soldada por atrito linear. Figura adaptada da referência [74].	65
Figura 2.12. Temperatura de transição dúctil frágil do aço com 9%Ni sem patamar superior e patamar inferior de energia absorvida no ensaio Charpy bem definido [55].	67
Figura 2.13. Corpo de prova soldado de 9 % de níquel seccionado com a distribuição das isothermas oriundas dos diversos ciclos térmicos de soldagem em uma soldagem multipasse [24].	68
Figura 2.14. Distribuição e classificação das isothermas do corpo de prova da Figura 2.13 em função das temperaturas. A partir da linha de fusão (F.L.) são apresentadas as diversas secções na ZAC onde serão entalhadas e ensaiadas no ensaio Charpy V. Os cordões de solda estão numerados de 1 a 5 em função da sequência de realização. ZAC de crescimento de grão não alterada (UA	

CGHAZ), ZAC de crescimento de grão intercrítica (IC CGHAZ*), ZAC de grão fino (FG HAZ), ZAC intercrítica (IC HAZ), ZAC subcrítica (SC HAZ) [24].	68
Figura 2.15. Valores de K _{IC} de tenacidade em função da localização da junta soldada do aço ASTM A553 Tipo I [66].	70
Figura 2.16. Energia absorvida no ensaio Charpy V em função da localização do entalhe na junta soldada. a) junta soldada com o processo TIG. b) junta soldada com o processo de soldagem eletrodo revestido. c) junta soldada com o processo de soldagem arco submerso [20].	71
Figura 2.17. a) Variação da energia absorvida no ensaio Charpy V em função da localização do entalhe. b) Variação da fração volumétrica de austenita em função da distância a partir da linha de fusão [27].	72
Figura 2.18. Valor crítico de CTOD em função da distância da linha de fusão [26].	72
Figura 2.19. Variação da energia absorvida no ensaio Charpy V em função da distância da linha de fusão e em diversas temperaturas [24].	73
Figura 2.20. Variação da energia absorvida no ensaio Charpy em função da localização do entalhe na junta soldada [52].	73
Figura 2.21. Energia absorvida no ensaio Charpy V em função das temperaturas máximas do ciclo térmico utilizado [22].	74
Figura 2.22. Relação entre as temperaturas máximas obtidas nos ciclos térmicos teóricos, sua microestrutura e a fractografia dos corpos de prova Charpy V [21, 22, 25].	74
Figura 2.23. Relação entre a quantidade de manganês e níquel na quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V em -50 °C [83, 84].	76
Figura 2.24. Relação entre a quantidade de manganês e níquel e sua influência sobre a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V para metais de solda utilizados na soldagem do aço 9% Ni. a) Temperatura do ensaio Charpy V à -60 °C. b) Temperatura do ensaio Charpy V à -40 °C [85–89].	77
Figura 2.25. Influência da quantidade de níquel na relação entre a energia absorvida no ensaio Charpy V e a energia de soldagem [90].	79
Figura 2.26. Esquema da etapa de microsegregação de fósforo no contorno de grão da austenita.	80
Figura 2.27. Esquema da etapa de precipitação de ferrita nos contornos de grão da austenita com microsegregação de fósforo e a difusão do carbono para a austenita.	81
Figura 2.28. Esquema da formação dos pacotes, blocos e sub-blocos martensíticos, com ferrita e os contornos de grão da austenita anterior com microsegregação de fósforo.	81
Figura 2.29. Esquema da decomposição da austenita retida (a) em carboneto de ferro (b), microconstituente-martensita-austenita (c) e a microestrutura final entre os pacotes, blocos e sub-blocos martensíticos (d).	82
Figura 2.30. Esquema de um diagrama tempo e temperatura para transformações de fase em aços baixa liga. Modificado da referência [96].	83
Figura 4.1. Localização da retirada dos corpos de prova para simulação física da zona afetada pelo calor na chapa de aço ASTM A553 Tipo I.	88

Figura 4.2. Dimensões do corpo de prova utilizado na simulação física da ZAC utilizados equipamento Gleeble® e a indicação da direção de laminação (seta).	88
Figura 4.3. Esquema da montagem dos ciclos térmicos teóricos de soldagem. Adaptado da ref. [22].	92
Figura 4.4. Dimensão do chanfro utilizado na soldagem.	95
Figura 4.5. Esquema da sequência da soldagem do corpo de prova. a) junta antes de ser soldada. b) junta soldada apenas com o passe de raiz. c) junta soldada com o passe de raiz e o passe de enchimento. d) junta toda completa, com o passe de raiz, o passe de enchimento e os dois passes de acabamento.	96
Figura 4.6. Curva de tensão e corrente obtida durante a soldagem do passe de raiz com o sistema de aquisição de dados de soldagem SAT V.30s da empresa IMC®.	97
Figura 4.7. Curva de tensão e corrente obtida durante a soldagem dos passes de enchimento e acabamento com o sistema de aquisição de dados de soldagem SAT V.30s da empresa IMC®.	97
Figura 4.8. Identificação dos corpos de prova soldados em função da quantidade de camadas e passes de solda executados.	99
Figura 4.9. Esquema da ferramenta de compósito de nitreto de boro cúbico policristalino utilizada na soldagem. Modificado da referência [98].	100
Figura 4.10. Vista lateral e frontal do corpo de prova simulado no equipamento Gleeble®. A linha na cor vermelha indica onde foi executado o corte por eletroerosão a fio.	102
Figura 4.11. Localização da retirada dos corpos de prova Charpy na junta soldada de cada experimento. DL-S, direção longitudinal a soldagem. DT-S, direção transversal a soldagem, DN-S, direção normal a soldagem.	103
Figura 4.12. Posição da retirada das amostras de Charpy V reduzidas e usinagem do entalhe. a) entalhe na zona misturada do primeiro cordão (FSW 1). b) entalhe na zona misturada do primeiro cordão após o segundo cordão (FSW 2). c) entalhe na zona misturada do primeiro cordão após o segundo cordão a 2,5 mm da face do primeiro cordão (FSW 3). d) amostra de dimensão padrão (10 x 10 mm) com entalhe na zona mistura dos dois cordões (FSW 4).	103
Figura 4.13. Fonte de calor q_b deslocada de Δ no eixo z. Adaptada da referência [100].	105
Figura 4.14. Distribuição das fontes de soldagem nas coordenadas y (largura) e z (altura) [104].	106
Figura 4.15. Área onde foi realizada as imagens para quantificação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita indicada pelo retângulo preto.	111
Figura 4.16. Metodologia utilizada para quantificação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) nas amostras soldadas pelo processo de soldagem MIG.	111
Figura 4.17. Indicação da região usinada para análise da fração volumétrica de austenita retida via difração de raios-X.	113

Figura 5.1. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 1 com temperatura máxima de 1250 °C.....	120
Figura 5.2. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 2 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico) e 985 °C (2° ciclo térmico).	120
Figura 5.3. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 3 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico), 985 °C (2° ciclo térmico) e 580 °C (3° ciclo térmico).....	121
Figura 5.4. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 4 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico) e 825 °C (2° ciclo térmico).	121
Figura 5.5. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 5 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico), 825 °C (2° ciclo térmico) e 530 °C (3° ciclo térmico).....	122
Figura 5.6. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 6 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico) e 685 °C (2° ciclo térmico).	122
Figura 5.7. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 7 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico) e 560 °C (2° ciclo térmico).	123
Figura 5.8. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 8 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico) e 400 °C (2° ciclo térmico).	123
Figura 5.9. Comparação da energia absorvida no ensaio Charpy V a -196°C entre o CP1 (1250°C), CP2 (1250°C+985°C), CP4 (1250°C+825°C), CP6 (1250°C+685°C), CP7 (1250°C+560°C), CP8 (1250°C+400°C) e o metal de base com entalhe longitudinal ao sentido de laminação (MB-L). Corpos de prova com espessura reduzida de 2,5 mm.....	128
Figura 5.10. Comparação da energia absorvida no ensaio Charpy V a -196°C entre o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°) e o metal de base com entalhe longitudinal ao sentido de laminação (MB-L) Corpos de prova com espessura reduzida de 2,5 mm.	128
Figura 5.11. Comparação da energia absorvida no ensaio Charpy V à -196 °C entre todos os experimentos: o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C). Corpos de prova com espessura reduzida de 2,5 mm.....	129

Figura 5.12. Relação entre a energia absorvida no ensaio Charpy V e os valores obtidos de expansão lateral dos experimentos ciclados na Gleeble®. Corpos de prova com espessura reduzida de 2,5 mm.	129
Figura 5.13. Comparação estatística entre as médias dos valores de energia absorvida no ensaio Charpy V -196 °C. CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB). Análise realizada no software comercial Minitab®.Intervalo de confiança (IC) igual a 95 %; n = 3; P-Valor = 0,000. Demais informações Apêndice A. .	130
Figura 5.14. Fractografia em MEV do corpo de prova Charpy V rompido à -196°C do metal de base.	132
Figura 5.15. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 1 (1250 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.	133
Figura 5.16. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 2 (1250 °C+985 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.	134
Figura 5.17. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.	135
Figura 5.18. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 4 (1250 °C+825 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.	136
Figura 5.19. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.	137
Figura 5.20. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 6 (1250 °C+685 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.	138
Figura 5.21. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 7 (1250 °C+560 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.	139
Figura 5.22. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 8 (1250 °C+400 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca	

na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.....	140
Figura 5.23. Comparação da microdureza Vickers entre o CP1 (1250°C), CP2 (1250°C+985°C), CP4 (1250°C+825°C), CP6 (1250°C+685°C), CP7 (1250°C+560°C), CP8 (1250°C+400°C) e o metal de base (MB). Força utilizada de 0,5 kgf.....	142
Figura 5.24. Comparação da microdureza Vickers entre o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°) e o metal de base (MB). Força utilizada de 0,5 kgf.	142
Figura 5.25. Comparação da microdureza Vickers entre todos os experimentos: o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB). Força utilizada de 0,5 kgf.....	143
Figura 5.26. Correlação entre os resultados de microdureza Vickers e a energia absorvida no ensaio Charpy V. Curva ajustada pela equação da reta. $R^2 = 0,3024$	143
Figura 5.27. Comparação estatística entre as médias dos valores de microdureza Vickers. CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB). Análise realizada no software comercial Minitab®.Intervalo de confiança (IC) igual a 95 %; n = 5; P-Valor= 0,000. Demais informações Apêndice B...	144
Figura 5.28. Microestrutura do metal de base. a) Orientação microestrutural do metal de base como recebido. b) Microestrutura do metal de base do sentido longitudinal a laminação da chapa. c) Microestrutura do metal de base na normal ao sentido de laminação da chapa. d) Microestrutura do metal de base do sentido transversal a laminação da chapa. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.	148
Figura 5.29. Microestrutura do metal de base no sentido transversal a laminação composta por martensita (setas em amarelo) e linhas de microsegregação (setas em vermelho). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.	149
Figura 5.30. Diagrama temperatura, tempo e transformação (TTT) de um aço com 9% Ni [66].	149
Figura 5.31. Análise da composição química (via EDS) das linhas de microsegregação do metal de base (setas em vermelho da Figura 5.29) no sentido transversal a laminação em MEV. Mn1 e Ni1 composição química da microestrutura com microsegregação. Mn2 e Ni2 composição química da microestrutura sem microsegregação. Demais informações Apêndice C. ...	150
Figura 5.32. Diagrama de transformação por resfriamento contínuo de um aço com 9% Ni sobre uma ZAC simulada a 1350°C [109]......	150
Figura 5.33. Microestrutura do CP1 (1250°C) composta por martensita (M) e linhas de bandeamento (setas em amarelo). Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.....	151

Figura 5.34. Microestrutura do CP1 (1250°C) composta por matriz martensítica, contorno de grão da austenita anterior (vermelho) e blocos de ferrita (setas em amarelo). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.	151
Figura 5.35. Microestrutura do CP2 (1250°C+985°C) matriz composta por martensita. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.	152
Figura 5.36. Microestrutura do CP2 (1250°C+985°C) matriz composta por martensita, ferrita com morfologia alongada (seta em vermelho), ferrita com dente de serra (seta alaranjada) e placas de ferrita (setas em amarelo). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.	152
Figura 5.37. Microestrutura do CP3 (1250°C+985°C+580°C) matriz composta por martensita. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.	153
Figura 5.38. Microestrutura do CP3 (1250°C+985°C+580°C) bainita (seta em azul), placas de ferrita (seta em amarelo) e estrutura poligonal não identificada (setas em preto). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.	153
Figura 5.39. Microestrutura do CP4 (1250°C+825°C) matriz composta por martensita. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.	154
Figura 5.40. Microestrutura do CP4 (1250°C+825°C) matriz composta por martensita, ferrita com morfologia alongada (seta em vermelho), blocos de ferrita (seta em amarelo) e bainita (seta em azul). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.	154
Figura 5.41. Microestrutura do CP5 (1250°C+825°C+530°C) matriz composta por martensita revenida e bainita (setas em azul). Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.	155
Figura 5.42. Microestrutura do CP5 (1250°C+825°C+530°C) matriz composta por martensita revenida, bainita (setas em azul) e estrutura poligonal não identificada (setas em preto). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.	155
Figura 5.43. Microestrutura do CP6 (1250°C+685°C) matriz composta por martensita reaquecida na temperatura intercrítica. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.	156
Figura 5.44. Microestrutura do CP6 (1250°C+685°C) matriz composta por martensita, blocos de ferrita (setas em amarelo) e ferrita com morfologia alongada (seta em vermelho). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.	156
Figura 5.45. Microestrutura do CP7 (1250°C+560°C) matriz composta por martensita revenida. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.	157
Figura 5.46. Microestrutura do CP7 (1250°C+560°C) matriz composta por martensita, blocos de ferrita (setas em amarelo) e ferrita com morfologia alongada (setas em vermelho). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.	157
Figura 5.47. Microestrutura do CP8 (1250°C 400°C) matriz composta por martensita. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.	158
Figura 5.48. Microestrutura do CP8 (1250°C+400°C) matriz composta por martensita, blocos de ferrita (setas em amarelo) e ferrita com morfologia alongada (seta em vermelho). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.	158
Figura 5.49. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do metal de base. Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.	163
Figura 5.50. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP1 (1250°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.	164

Figura 5.51. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP2 (1250°C+985°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.....	164
Figura 5.52. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP3 (1250°C+985°C+580°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.....	165
Figura 5.53. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP4 (1250°C+825°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.....	165
Figura 5.54. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP5 (1250°C+825°C+530°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.....	166
Figura 5.55. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP6 (1250°C+685°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.....	166
Figura 5.56. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP7 (1250°C+560°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.....	167
Figura 5.57. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP8 (1250°C+400°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.....	167
Figura 5.58. Comparação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) entre o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP4(1250°C+825°C), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8 (1250°C+400°C) e o metal de base (MB).....	169
Figura 5.59. Comparação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) entre o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°) e o metal de base (MB).	170
Figura 5.60. Comparação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) entre todos os experimentos: CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB).....	170
Figura 5.61. Comparação estatística entre as médias da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita de cada amostra. CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB). Demais informações Apêndice E. .	171
Figura 5.62. Influência do segundo ciclo térmico sobre a fração volumétrica de austenita retida entre o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP4(1250°C+825°C), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8 (1250°C+400°C) e o metal de base (MB).....	173
Figura 5.63. Influência do terceiro ciclo térmico sobre a fração volumétrica de austenita retida entre o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°) e o metal de base (MB).	174
Figura 5.64. Influência dos ciclos térmicos simulados fisicamente no equipamento Gleeble® sobre a fração volumétrica da austenita retida entre todos os experimentos: CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB).	175

Figura 5.65. Relação da fração volumétrica de austenita retida em função do tempo que cada experimento ficou entre as temperaturas A_{c3} (723°C) e A_{c1} (590°C) durante o resfriamento do ciclo térmico simulado fisicamente na Gleeble®.	178
Figura 5.66. Microestrutura do metal de base. a) as setas vermelhas indicam a região com microsegregação e as setas amarelas indicam a martensita (MO-Nital 2%). b) mapa de qualidade de imagem do EBSD. c) mapa de fases do EBSD (azul é CCC e vermelho é austenita). d) os pontos brancos são o microconstituente MA (MO-Klemm I). e), f) e g) são os detalhes da caixa preta na figura b): e) mapa de qualidade de imagem do EBSD. f) mapa de fases do EBSD (azul é fase CCC e vermelho é austenita). g) figura de polo inversa de todas as fases.	182
Figura 5.67. Análise microestrutural via EBSD. Barra de escala de 100µm. Step size de 0,6µm. 1a), 1b) e 1c) CP 1 (1250 °C). 2a), 2b) e 2c) CP 2 (1250 °C+985 °C). 3a), 3b) e 3c) CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C). a) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). b) mapa de desorientação. c) figura de polo inversa de todas as fases.	183
Figura 5.68. Análise microestrutural via EBSD do CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C). Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) figura de polo inversa de todas as fases. c) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). d) mapa de desorientação.	184
Figura 5.69. Análise microestrutural via EBSD. Barra de escala de 100µm. Step size de 0,6µm. 1a), 1b) e 1c) CP 1 (1250 °C). 4a), 4b) e 4c) CP 4 (1250 °C+825 °C). 5a), 5b) e 5c) CP 5 (1250 °C+985 °C+530 °C). a) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). b) mapa de desorientação. c) figura de polo inversa de todas as fases.	185
Figura 5.70. Análise microestrutural via EBSD do CP 4 (1250 °C+825 °C). Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) figura de polo inversa de todas as fases. c) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). d) mapa de desorientação.	186
Figura 5.71. Análise microestrutural via EBSD do CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C). Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) figura de polo inversa de todas as fases. c) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). d) mapa de desorientação.	187
Figura 5.72. Análise microestrutural via EBSD. Barra de escala de 100µm. Step size de 0,6µm. 1a), 1b) e 1c) CP 6 (1250 °C+685 °C). 2a), 2b) e 2c) CP 7 (1250 °C+560 °C). 3a), 3b) e 3c) CP 8 (1250 °C+400 °C). a) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). b) mapa de desorientação. c) figura de polo inversa de todas as fases.	188
Figura 5.73. Análise microestrutural via EBSD do CP 6 (1250 °C+685 °C). Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) figura de polo inversa de todas as fases. c) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). d) mapa de desorientação.	189
Figura 5.74. Análise microestrutural via EBSD do CP 7 (1250 °C+560 °C). Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) figura de polo inversa de	

todas as fases. c) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). d) mapa de desorientação.....	190
Figura 5.75. Análise microestrutural via EBSD do CP 8 (1250 °C+400 °C). Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) figura de polo inversa de todas as fases. c) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). d) mapa de desorientação.....	191
Figura 5.76. Correlação entre o resultado de Charpy V e: a) a fração volumétrica de austenita retida obtida por difração de raio-X; b) a fração volumétrica do microconstituente MA; c) a desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA); d) tamanho de grão.	193
Figura 5.77. Correlação entre o resultado de microdureza Vickers e: a) a fração volumétrica de austenita retida obtida por difração de raio-X; b) a fração volumétrica do microconstituente MA; c) a desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA); d) tamanho de grão.	194
Figura 5.78. Esquema da etapa de microsegregação de fósforo no contorno de grão da austenita, seguido da etapa de precipitação de ferrita nos contornos de grão da austenita com microsegregação de fósforo e a difusão do carbono para a austenita e a formação dos pacotes, blocos e sub-blocos martensíticos, com ferrita e os contornos de grão da austenita anterior com microsegregação de fósforo.	196
Figura 5.79. Microestrutura do CP1 (1250°C) composta por martensita e linhas de bandeamento (setas em amarelo). Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.	197
Figura 5.80. Esquema da dispersão da microsegregação no antigo grão austenítico (primeiro ciclo térmico) causado pela alteração do tamanho de grão austenítico que o segundo ciclo térmico gera.	197
Figura 5.81. Esquema da decomposição da austenita retida em microconstituente martensita-austenita (MA) e em carboneto de ferro.	198
Figura 5.82. Fractografia da superfície do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V à -196°C do experimento CP6 (1250°C+685°C).	199
Figura 5.83. Resultado dos tratamentos térmicos na temperatura de 1250°C variando o tempo. a) Fração volumétrica de microconstituente martensita-austenita (MA) via reagente Klemm I. b) Fração volumétrica de austenita retida obtida via difração de raio-X.....	206
Figura 5.84. Fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) após o segundo tratamento térmico. a) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 400°C. b) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 560°C. c) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 685°C da região com maior microsegregação do MA. d) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 685°C da região com menor microsegregação do MA.	206
Figura 5.85. Fração volumétrica de austenita retida após o segundo tratamento térmico. a) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 400°C. b) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 560°C. d) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 685°C.	207
Figura 5.86. Diagrama de transformação isotérmico (TTT) de um aço com 9% níquel. A linha tracejada na cor vermelha representa a temperatura de	

tratamento térmico de 400°C. A linha tracejada na cor azul representa a temperatura de tratamento térmico de 560°C. A linha tracejada na cor verde representa a temperatura de tratamento térmico de 685°C [66].	208
Figura 5.87. Microestrutura da amostra submetida ao tratamento térmico de 1250°C/600min. + 685°C/600min. com microsegregações (setas em preto) do microconstituente martensita-austenita (MA). Reagente: Klemm I. a) aumento de 25X. b) aumento de 100X.	210
Figura 5.88. Microestrutura das amostras: a), b) e c) do TT 1 (1250°C/600min.); d), e) e f) do TT 2 (1250°C/600min.+685°C/6min.); g), h) e i) do TT 3 (1250°C/600min.+685°C/600min.). Aumento: a), d) e g) 50X; b), e) e h) 100X; c), f) e i) 200X. Reagente: Nital com concentração de 2%.	212
Figura 5.89. Microconstituente martensita-austenita na cor branca (indicado por setas em preto) das amostras: a) TT 1 (1250°C/600min.); b) TT 2 (1250°C/600min.+685°C/6min.); c) TT 3 (1250°C/600min.+685°C/600min.). Aumento: 1000X. Reagente: Klemm I.	213
Figura 5.90. Valores médios de energia absorvida no ensaio Charpy V à 196°C. TT 1 (1250°C/600min.); TT 2 (1250°C/600min.+685°C/6min.); TT 3 (1250°C/600min.+685°C/600min.). Corpos de prova reduzidos (2,5x10,0 mm) segundo ASTM A370. Demais informações Apêndice H.	214
Figura 5.91. Fractografia da região dúctil do corpo de prova Charpy V rompido à -196°C do TT1 (1250°C/600min.).	215
Figura 5.92. Fractografia da região frágil do corpo de prova Charpy V rompido à -196°C do TT 1 (1250°C/600min.).	216
Figura 5.93. Fractografia do corpo de prova Charpy V rompido à -196°C do TT 2 (1250°C/600min. + 685°C/6min.).	217
Figura 5.94. Fractografia do corpo de prova Charpy V rompido à -196°C do TT 3 (1250°C/600min. + 685°C/600min.).	217
Figura 5.95. Fractografia da região menos dúctil do corpo de prova Charpy V rompido à -196°C do TT 3 (1250°C/600min. + 685°C/600min.).	218
Figura 5.96. Correlação linear entre os valores médios de energia absorvida no ensaio Charpy V à 196°C e as frações volumétricas de austenita retida. TT 1 (1250°C/600min.); TT 2 (1250°C/600min.+685°C/6min.); TT 3 (1250°C/600min.+685°C/600min.).	218
Figura 5.97. Correlação linear entre os valores médios de energia absorvida no ensaio Charpy V à 196°C e as frações volumétricas de microconstituente martensita-austenita. TT 1 (1250°C/600min.); TT 2 (1250°C/600min.+685°C/6min.); TT 3 (1250°C/600min.+685°C/600min.).	219
Figura 5.98. Microestrutura da junta soldada com um passe por atrito linear. 1) zona misturada. 2) transição entre o metal de base e a ZAC. 3) transição entre a zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e a zona misturada do lado de retrocesso. 4) transição entre a zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e a zona misturada do lado de avanço. 5) trinca propagada a partir do chanfro que não foi soldado.	221
Figura 5.99. a1) aumento de 500X e b1) aumento de 1000X da microestrutura da zona misturada do primeiro passe. C2) aumento de 500X e d2) aumento de 1000X da microestrutura da ZAC. Bainita (setas em azul); produtos poligonais	

(setas em amarelo); microestrutura com morfologia alongada (seta em vermelho).	222
Figura 5.100. a3) aumento de 500X e b3) aumento de 1000X da microestrutura da zona termomecanicamente afetada (ZTMA) com as linhas de deformação (setas em preto). c5) aumento de 500X e d5) aumento de 1000X da trinca propagada a partir do chanfro que não foi soldado.	223
Figura 5.101. Macrografia da junta soldada por atrito linear com dois passes. O efeito dos ciclos térmicos do segundo passe sobre a microestrutura da zona misturada do primeiro passe apresenta três regiões com microestruturas distintas. Ataque: Nital 2%. Aumento: 25X.	224
Figura 5.102. Microestrutura da região 1, Figura 5.101, da zona misturada do primeiro passe afetada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.	224
Figura 5.103. Microestrutura da região 1, Figura 5.101, da zona misturada do primeiro passe afetada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 1000X.	225
Figura 5.104. Microestrutura da região 2, Figura 5.101, da zona misturada do primeiro passe afetada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.	225
Figura 5.105. Microestrutura da região 2, Figura 5.101, da zona misturada do primeiro passe afetada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 1000X.	226
Figura 5.106. Microestrutura da região 3, Figura 5.101, da zona misturada do primeiro passe afetada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.	226
Figura 5.107. Microestrutura da região 3, Figura 5.101, da zona misturada do primeiro passe afetada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 1000X.	227
Figura 5.108. Macrografia da junta soldada por atrito linear com dois passes. O efeito dos ciclos térmicos do segundo passe sobre a microestrutura da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe apresenta três regiões com microestruturas distintas.....	228
Figura 5.109. Microestrutura da região 1, Figura 5.108, da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.....	229
Figura 5.110. Microestrutura da região 1, Figura 5.108, da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 1000X.....	230
Figura 5.111. Microestrutura da região 2, Figura 5.108, da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.....	230
Figura 5.112. Microestrutura da região 2, Figura 5.108, da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 1000X.....	231
Figura 5.113. Microestrutura da região 3, Figura 5.108, da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.....	231

Figura 5.114. Microestrutura da região 3, Figura 5.108, da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 1000X.....	232
Figura 5.115. Distribuição do microconstituente MA (cor branco) na região de transição entre o metal de base e a ZAC. a) aumento de 25X; b) aumento de 200X; c) aumento de 500X. Reagente: Klemm I.	234
Figura 5.116. Distribuição do microconstituente MA (cor branco) na região de transição entre a zona termomecanicamente afetada e a zona misturada. a) aumento de 25X; b) aumento de 200X; c) aumento de 500X. Reagente: Klemm I.	235
Figura 5.117. Microconstituente martensita-austenita (MA) da zona misturada do primeiro passe. Aumento de 1000X. Reagente Klemm I.....	236
Figura 5.118. Microconstituente martensita-austenita (MA) da zona de mistura do primeiro passe modificado pelo segundo passe. a) micrografia com aumento de 25X com as três regiões da zona de mistura do primeiro passe que foram modificadas pelo ciclo térmico do segundo passe, reagente Nital 2%. 1), 2) e 3) Aumento de 1000X. Reagente Klemm I.	237
Figura 5.119. Microconstituente martensita-austenita (MA) da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificado pelo segundo passe. a) micrografia com aumento de 25X com as três regiões do primeiro passe que foram modificadas pelo ciclo térmico do segundo passe, reagente Nital 2%. 1), 2) e 3) Aumento de 1000X. Reagente Klemm I.	238
Figura 5.120. Fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita na zona misturada do primeiro passe. FSW 1 (antes do segundo passe, Figura 5.117); FSW 2 (depois do segundo passe, região 1 da Figura 5.118); FSW 3 (depois do segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.118). Demais informações Apêndice I.	239
Figura 5.121. Microestrutura de transição entre o metal de base e a ZAC da amostra com um passe. Barra de escala de 100µm. Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita com setas em amarelo). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 200X.	241
Figura 5.122. Microestrutura de transição entre a ZAC e a zona misturada da amostra com um passe. Barra de escala de 100µm. Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 200X.....	242
Figura 5.123. Microestrutura da zona misturada da amostra com um passe. Barra de escala de 60µm. Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 200X. d) figura de polo inversa de todas as fases.	243
Figura 5.124. Microestrutura da zona misturada do primeiro passe. Barra de escala de 10µm. Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) figura de polo inversa	

de todas as fases. d) mapa de qualidade de imagem com a localização da região analisada em a), b) e c). e) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 1000X.	244
Figura 5.125. Macrografia indicando as regiões A e B onde foram realizados os mapas de EBSD. A) Micrografia da zona misturada do primeiro passe afetada pelo segundo passe com as três regiões onde foram realizados os mapas de EBSD. B) Micrografia da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo segundo passe com a região onde foi realizado o mapa de EBSD. Aumento de 25X. Reagente: Nital 2%.	245
Figura 5.126. Microestrutura da zona de mistura do primeiro passe afetada pelo segundo passe. Barra de escala de 10µm. Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) micrografia da localização da região analisada, aumento de 25X e Nital 2%. e) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 1000X.	246
Figura 5.127. Microestrutura da zona misturada do primeiro passe afetada pelo segundo passe. Barra de escala de 10µm. Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) micrografia da localização da região analisada, aumento de 25X e Nital 2%. e) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 1000X.	247
Figura 5.128. Microestrutura da zona misturada do primeiro passe afetada pelo segundo passe. Barra de escala de 10µm. Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) micrografia da localização da região analisada, aumento de 25X e Nital 2%. e) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 1000X.	248
Figura 5.129. Microestrutura da ZTMA do primeiro passe afetada pelo segundo passe. Barra de escala de 10µm. Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) micrografia da localização da região analisada, aumento de 25X e Nital 2%. e) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 1000X.	249
Figura 5.130. a) Mapa de microdureza Vickers da amostra com um cordão com 3.492 impressões de microdureza (força 0,5 kgf). b) Macrografia da junta soldada.....	252
Figura 5.131. a) Mapa de microdureza Vickers da amostra com dois cordões com 3.639 impressões de microdureza (força 0,5 kgf). b) Macrografia da junta soldada.....	253
Figura 5.132. Mapa de microdureza Vickers da amostra com dois cordões. O lado de retrocesso (LR) tem 3.129 impressões de microdureza Vickers, o cordão de solda (CS) tem 6.935 impressões de microdureza Vickers e o lado de avanço (LA) tem 3.129 impressões de microdureza Vickers (força 0,05 kgf).	254
Figura 5.133. Resultados do ensaio Charpy V à -196°C. TT 1 (entalhe na zona misturada do primeiro passe antes do segundo passe, região 1 da Figura 5.98);	

TT 2 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, região 1 da Figura 5.101); TT 3 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.101). Demais informações no apêndice J. Corpos de prova reduzido (2,5x10,0 mm) segundo ASTM A370.256	
Figura 5.134. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V do FSW 1 (entalhe na zona misturada do primeiro passe antes do segundo passe, região 1 da Figura 5.98).	258
Figura 5.135. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V do FSW 2 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, região 1 da Figura 5.101).	259
Figura 5.136. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V do FSW 3 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.101).	260
Figura 5.137. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V, FSW 4 com dimensão de 10X10 mm, entalhe no centro da zona misturada. Trincas transversal a trinca principal (seta em preto).	261
Figura 5.138. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V nas regiões 1 e 4 da Figura 5.137.	262
Figura 5.139. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V na região 2 da Figura 5.137.	263
Figura 5.140. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V na região 3 da Figura 5.137.	264
Figura 5.141. Correlações lineares entre os resultados de: a) Charpy V e microdureza Vickers; b) Charpy V e fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita obtida via Klemm I; c) Charpy V e desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA) obtido via EBSD; d) Charpy V e fração volumétrica de austenita obtida via difração de raios-X; e) Charpy V e tamanho de grão obtido via EBSD.	266
Figura 5.142. Localização da zona afeta pelo calor de grão grosseiro (ZAC-GG) e da zona afetada pelo calor de grão refinado (ZAC-RG). MIG 1 (apenas passe de raiz). Macrografia feita com reagente Keller. Micrografias feitas com reagente Nital 2%.	268
Figura 5.143. Microestrutura do MIG 1 (passe de raiz) com blocos de ferrita (setas em amarelo), ferrita com morfologia alonga (setas em vermelho), regiões com baixa concentração de carbonetos (seta em preto) e regiões com alta concentração de carbonetos (círculos em preto). a) ZAC-GG com de aumento 500X. b) ZAC-GG com aumento de 1000X. c) ZAC-RG com de aumento 500X. b) ZAC-RG com aumento de 1000X. Reagente: Nital 2%.	269
Figura 5.144. Localização da zona afeta pelo calor de grão grosseiro (ZAC-GG) e da zona afetada pelo calor de grão refinado (ZAC-RG). MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento). Macrografia feita com reagente Keller. Micrografias feitas com reagente Nital 2%.	270
Figura 5.145. Microestrutura do MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) com blocos de ferrita (setas em amarelo), ferrita com morfologia alongada (setas em vermelho) e regiões com alta concentração de carbonetos (círculo em preto). a) ZAC-GG com de aumento 500X. b) ZAC-GG com	

aumento de 1000X. c) ZAC-RG com de aumento 500X. b) ZAC-RG com aumento de 1000X. Reagente: Nital 2%.	271
Figura 5.146. Localização da zona afeta pelo calor de grão grosseiro (ZAC-GG) e da zona afetada pelo calor de grão refinado (ZAC-RG). MIG 3 (junta com todos os passes de solda). Macrografia feita com reagente Keller. Micrografias feitas com reagente Nital 2%.....	272
Figura 5.147. Microestrutura do MIG 3 (junta com todos os passes de solda) com blocos de ferrita (setas em amarelo), ferrita com morfologia alongada (setas em vermelho), regiões com baixa concentração de carbonetos (seta em preto) e regiões com alta concentração de carbonetos (círculo em preto). a) ZAC-GG com de aumento 500X. b) ZAC-GG com aumento de 1000X. c) ZAC-RG com de aumento 500X. b) ZAC-RG com aumento de 1000X. Reagente: Nital 2%.....	273
Figura 5.148. Ciclos térmicos de soldagem teóricos baseados nos parâmetros de soldagem reais das amostras. Os ciclos térmicos de soldagem estão localizados na ZAC do passe de raiz. Os ciclos térmicos de soldagem teórico estão localizados a 1,0 mm de distância da zona de ligação. a) MIG 1 (passe de raiz). b) MIG 2 (primeiro passe de enchimento). c) MIG 3 (primeiro passe de acabamento). d) MIG 3 (segundo passe de acabamento).	274
Figura 5.149. Montagem da metodologia da medida da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) para os experimentos. Tabela com os valores de fração volumétrica MA para cada experimento. MIG 1 (passe de raiz); MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento); MIG 3 (junta com todos os passes de solda).....	275
Figura 5.150. Fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) para os experimentos: MIG 1 (passe de raiz); MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento); MIG 3 (junta com todos os passes de solda).	276
Figura 5.151. Gráfico da fração volumétrica do microconstituente MA em escala sobre a micrografia do MIG 1. MIG 1 (passe de raiz); MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento); MIG 3 (junta com todos os passes de solda).	277
Figura 5.152. Microestrutura do MIG 1 (passe de raiz) da região de transição entre a ZAC e o metal de solda com a zona não mistura (seta em vermelho). Barra de escala de 100µm. Step size de 0,6µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) Figura de polo inversa de todas as fases. d) Figura de polo inversa da fase austenita.	279
Figura 5.153. Microestrutura do MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) da região de transição entre a ZAC e o metal de solda com a zona não mistura (setas em vermelho). Barra de escala de 100µm. Step size de 0,6µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) Figura de polo inversa de todas as fases. d) Figura de polo inversa da fase austenita.....	280
Figura 5.154. Microestrutura do MIG 3 (junta com todos os passes de solda) da região de transição entre a ZAC e o metal de solda (MS). Barra de escala de 100µm. Step size de 0,6µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) Figura de polo inversa de todas as fases. d) Figura de polo inversa da fase austenita.	281

Figura 5.155. Figura de polo inversa de parte das juntas soldados do MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) e MIG 3 (junta com todos os passes de solda). Zona não misturada (setas em preto).	282
Figura 5.156. Microestrutura do MIG 1 (passe de raiz) na região de transição entre a ZAC e o metal de solda (MS) com a região parcialmente mistura. Barra de escala de 100 μ m. Step size de 0,6 μ m. a) mapa de qualidade de imagem do EBSD. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita) do EBSD. Gráfico com a composição química entre a ZAC e o metal de solda obtido por EDS.	285
Figura 5.157. Mapa da microanálise química por EDS do MIG 1 (passe de raiz) na região parcialmente mistura. a) área com detalhe da região analisada (sensor SE). b) imagem da região onde foram executados os mapas de microanálise química (sensor SE). Mapa da distribuição do elemento químico: c) cromo; d) níquel; e) molibdênio; f) ferro. Escala de 20 μ m para todas as figuras.	286
Figura 5.158. Microanálise química por EDS em forma de linha na área onde foi executado o mapa de composição química do MIG 1 (passe de raiz). a) área com detalhe da região analisada (sensor SE).	287
Figura 5.159. Microanálise química puntual por EDS.	288
Figura 5.160. Microestrutura do MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) na região de transição entre a ZAC e o metal de solda (MS) com a região parcialmente mistura. Barra de escala de 100 μ m. Step size de 0,6 μ m. a) mapa de qualidade de imagem do EBSD. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita) do EBSD. Gráfico com a composição química entre a ZAC e o metal de solda obtido por EDS.	289
Figura 5.161. Mapa da microanálise química por EDS do MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) na região parcialmente mistura. a) área com detalhe da região analisada (sensor SE). b) imagem da região onde foram executados os mapas de microanálise química (sensor SE). Mapa da distribuição do elemento químico: c) cromo; d) níquel; e) molibdênio; f) ferro. Escala de 20 μ m para todas as figuras.	290
Figura 5.162. Microanálise química por EDS em forma de linha na área onde foi executado o mapa de composição química do MIG 2 (passe de raiz mais passe de enchimento). a) área com detalhe da região analisada (sensor SE).	291
Figura 5.163. Microestrutura do MIG 3 (junta com todos os passes de solda) na região de transição entre a ZAC e o metal de solda (MS). Barra de escala de 100 μ m. Step size de 0,6 μ m. a) mapa de qualidade de imagem do EBSD. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita) do EBSD. Gráfico com a composição química entre a ZAC e o metal de solda obtido por EDS.	292
Figura 5.164. Mapa da microanálise química por EDS do MIG 3 (junta com todos os passes de solda) na região de transição entre a ZAC e o metal de solda. a) área com detalhe da região analisada (sensor SE). b) imagem da região onde foram executados os mapas de microanálise química (sensor SE). Mapa da distribuição do elemento químico: c) cromo; d) níquel; e) molibdênio; f) ferro. Escala de 20 μ m para todas as figuras.	293

Figura 5.165. Microanálise química por EDS em forma de linha na área onde foi executado o mapa de composição química do MIG 3 (junta com todos os passes de solda). a) área com detalhe da região analisada (sensor SE).	294
Figura 5.166. Limite de resistência a tração do MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento), MIG 3 (junta com todos os passes de solda) e o mínimo exigido pela norma ASTM A553 para o metal de base (MB).	295
Figura 5.167. Corpos de prova do ensaio de tração rompidos no metal de solda (setas em vermelho). MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) e MIG 3 (junta com todos os passes de solda).	296
Figura 5.168. Mapeamento de microdureza Vickers do MIG 1 (passe de raiz). Quantidade de pontos: 1.737 pontos. Espaçamento entre impressões de microdureza: 0,3 mm. Força: 0,5 kgf.	297
Figura 5.169. Mapeamento de microdureza Vickers do MIG 2 (passe de raiz mais o primeiro passe de enchimento). Quantidade de pontos: 2.656 pontos. Espaçamento entre impressões de microdureza: 0,3 mm. Força: 0,5 kgf.	298
Figura 5.170. Mapeamento de microdureza Vickers do MIG 3 (junta com todos os passes de solda). Quantidade de pontos: 2.656 pontos. Espaçamento entre impressões de microdureza: 0,3 mm. Força: 0,5 kgf.	298
Figura 5.171. Linha de microdureza Vickers na região de transição entre a ZAC e o metal de solda com a região parcialmente mistura. MIG 1 (passe de raiz). Força de 10 gf.	300
Figura 5.172. Linha de microdureza Vickers na região de transição entre a ZAC e o metal de solda com a região parcialmente mistura. MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento). Força de 10 gf.	301
Figura 5.173. Linha de microdureza Vickers na região de transição entre a ZAC e o metal de solda com a região parcialmente mistura. MIG 3 (todos os passes de solda). Força de 10 gf.	301
Figura 5.174. Energia absorvida no ensaio Charpy V na ZAC da junta soldada. MIG 1 - Apenas com o passe de raiz. MIG 2 - passe de raiz mais o primeiro passe de enchimento. MIG 3 - Junta toda preenchida. Demais informações no apêndice L. Corpos de prova reduzidos (2,5x10,0 mm) segundo ASTM A370.	302
Figura 5.175. Relação linear entre a quantidade de energia absorvida e a expansão lateral dos corpos de prova rompidos no ensaio Charpy V.	304
Figura 5.176. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V do MIG 1 (passe de raiz).	306
Figura 5.177. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V do MIG 2 (passe de raiz mais passe de enchimento).	307
Figura 5.178. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V do MIG 3 (junta com todos os passes de solda).	308
Figura 5.179. Comparação das áreas média dos microcavidades dos experimentos: MIG 1 (passe de raiz); MIG 2 (passe de raiz mais o primeiro passe de enchimento); MIG 3 (junta com todos os passes de solda); MB é metal de base. Demais informações no apêndice M.	309
Figura 5.180. Montagem do corpo de prova Charpy V identificando o caminho percorrido pela trinca na junta soldada do MIG 1 (passe de raiz).	310

Figura 5.181. Montagem do corpo de prova Charpy V identificando o caminho percorrido pela trinca na junta soldada do MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento).....	311
Figura 5.182. Montagem do corpo de prova Charpy V identificando o caminho percorrido pela trinca na junta soldada do MIG 3 (junta com todos os passes de solda).	312
Figura 5.183. Comparação do caminho que a trinca percorreu no corpo de prova de Charpy V com a identificação de fases no EBSD no MIG 1 (passe de raiz).	313
Figura 5.184. Comparação do caminho que a trinca percorreu no corpo de prova de Charpy V com a identificação de fases no EBSD no MIG 3 (junta com todos os passes de solda).....	314

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 Composição química dos principais aços comerciais ligados ao níquel [3].....	43
Tabela 2.2 Propriedade mecânica dos principais aços comerciais ligados ao níquel [3].....	44
Tabela 2.3. Composição química do aço com 9% de níquel utilizados por diversos autores.	48
Tabela 2.4. Principais temperaturas de patamar utilizadas nos tratamentos térmicos realizados e suas.	54
Tabela 2.5. Principais temperaturas de patamar utilizadas nos tratamentos térmicos e suas influências.	55
Tabela 2.6. Energia absorvida em juntas soldadas [3, 39].	67
Tabela 2.7. Faixa de temperatura que cada região da ZAC da Figura 2.14 alcançou durante a realização da soldagem [24].	69
Tabela 2.8. Propriedades mecânicas resultantes dos ciclos térmicos simulados no equipamento Gleeble® [55].	73
Tabela 2.9. Composição química dos aços soldados [90].	78
Tabela 2.10. Resultados de energia absorvida no ensaio Charpy V à – 196°C em função das variáveis adotadas para o consumível desenvolvido no trabalho de NAKO et. al [91].	78
Tabela 4.1. Parâmetros do tratamento térmico executado na chapa de aço ASTM A553 Tipo I utilizado no trabalho.	85
Tabela 4.2. Composição química do aço ASTM A553 Tipo I utilizado comparado com o descrito no certificado e o exigido pela norma de classificação do mesmo.	86
Tabela 4.3. Propriedades mecânicas do aço ASTM A553 Tipo I utilizado.	86
Tabela 4.4. Principais temperaturas de transformação identificadas por dilatometria.	87
Tabela 4.5. Parâmetros de soldagem utilizados para confecção dos ciclos térmicos simulados.	89
Tabela 4.6. Temperaturas máximas de cada ciclo térmico utilizada neste trabalho e as que foram utilizadas por Jang, J., I., et al. [22].	91
Tabela 4.7. Temperatura máxima de cada ciclo térmico utilizado e sua configuração.	91
Tabela 4.8. Temperatura máxima para cada ciclo térmico e a identificação de cada experimento.	92
Tabela 4.9. Temperaturas e tempos adotados nos tratamentos térmicos.	94
Tabela 4.10. Parâmetros de soldagem médios utilizados na soldagem do experimento e monitorados com o sistema de aquisição de dados de soldagem SAT V.30s da empresa IMC®.	97
Tabela 4.11. Composição química do arame sólido utilizado como metal de adição (ER NiCrMo-3) na soldagem do corpo de prova.	98
Tabela 4.12. Propriedade mecânica do arame sólido utilizado como metal de adição (ER NiCrMo-3) na soldagem do corpo de prova.	98

Tabela 4.14. Quantidade de ensaios de impacto Charpy "V" realizados por cada experimento.....	102
Tabela 4.15. Dimensões dos corpos de prova de tração das amostras soldadas por MIG.	107
Tabela 4.16. Parâmetros utilizados na sequência de preparação metalográfica das amostras.....	109
Tabela 4.17. Identificação da quantidade de imagens realizadas e a localização dessas imagens para quantificação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita.....	110
Tabela 4.18. Parâmetros utilizados para detectar a austenita retida em cada corpo de prova simulados na Gleeble®.	113
Tabela 4.19. Parâmetros utilizados para detectar a austenita retida em cada corpo de prova das amostras soldadas por atrito linear com mistura.	113
Tabela 4.20. Parâmetros utilizados para detectar a austenita retida em cada corpo de prova das amostras tratadas termicamente.	114
Tabela 5.1. Relação tempo e temperatura executado nos ciclos térmicos dos experimentos CP 1 (1250°C), CP 2 (1250 °C + 985 °C) e CP3 (1250 °C + 985 °C + 580 °C).	117
Tabela 5.2. Relação tempo e temperatura executado nos ciclos térmicos do experimento CP 6 (1250 °C + 685 °C).	117
Tabela 5.3. Relação tempo e temperatura executado nos ciclos térmicos dos experimentos CP 4 (1250 °C + 825 °C) e CP 5 (1250 °C + 825 °C + 530 °C).	118
Tabela 5.4. Relação tempo e temperatura executado nos ciclos térmicos do experimento CP 7 (1250 °C + 560 °C).	118
Tabela 5.5. Relação tempo e temperatura executado nos ciclos térmicos do experimento CP 8 (1250 °C + 400 °C).	119
Tabela 5.6. Tempo entre as temperaturas A_{c3} e A_{c1} durante o resfriamento dos ciclos térmicos simulados na Gleeble®.....	119
Tabela 5.7. Resultados do ensaio Charpy "V" com energia absorvida, expansão lateral e a quantidade de área frágil da superfície fraturada de cada corpo de prova.	126
Tabela 5.8. Resultado do ensaio de microdureza Vickers dos corpos de prova simulados fisicamente no equipamento Gleeble®. CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB).....	141
Tabela 5.9. Quantificação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) dos experimentos simulados fisicamente no equipamento Gleeble®. A quantificação utilizou as micrografias obtidas com o reagente Klemm I e aumento de 1000X.	169
Tabela 5.10. Ângulos da austenita identificados no ensaio de difração de raios-X.....	172
Tabela 5.11. Fração volumétrica da austenita retida em cada experimento. .	172
Tabela 5.12. Relação da fração volumétrica de austenita retida em função do tempo que cada experimento ficou entre as temperaturas A_{c3} (723 °C) e A_{c1}	

(590 °C) durante o resfriamento do ciclo térmico simulado fisicamente na Gleeble®	173
Tabela 5.13. Valores de melhores subconjuntos da regressão linear múltipla dos valores de Charpy vs a fração volumétrica de austenita retida (DRX); desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA); fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA); microdureza Vickers (Dureza); tamanho de grão (TG).	201
Tabela 5.14. Resultado da análise de regressão linear múltipla dos itens 1, 6, 11, 12 e 16 da Tabela 5.13.	202
Tabela 5.15. Identificação das temperatura e tempos de patamar para cada tratamento térmico e as frações volumétricas do microconstituente MA (via Klemm I) e austenita retida (via DRX).	205
Tabela 5.16. Tratamentos térmicos escolhidos para a segunda etapa.	211
Tabela 5.17. Valores de energia absorvida no ensaio Charpy V à -196°C. Corpos de prova reduzidos (2,5x10,0 mm) segundo ASTM A370. Demais informações Apêndice H.	214
Tabela 5.18. Fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita da zona misturada do primeiro passe. FSW 1 (antes do segundo passe, Figura 5.117); FSW 2 (depois do segundo passe, região 1 da Figura 5.118); FSW 3 (depois do segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.118). Demais informações Apêndice I.	239
Tabela 5.19. Resultados do ensaio Charpy V à -196°C. FSW 1 (entalhe na zona misturada do primeiro passe antes do segundo passe, região 1 da Figura 5.98); FSW 2 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, região 1 da Figura 5.101); FSW 3 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.101). Corpos de prova reduzidos (2,5x10,0 mm) segundo ASTM A370.	256
Tabela 5.20. Valores médios dos resultados de cada experimento utilizados nas correlações lineares.	265
Tabela 5.21. Composição química dos pontos indicados na Figura 5.159. ...	288
Tabela 5.22. Valores das linhas de microdureza Vickers feitas na região entre a ZAC e a zona não misturada com força de 10 gf. MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) e MIG 3 (junta com todos os passes de solda).	300
Tabela 5.23. Resultado do ensaio Charpy “V” à -196°C na ZAC da junta soldada. MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) e MIG 3 (junta com todos os passes de solda). Os valores na cor vermelho foram descartados para o cálculo da média. Corpos de prova reduzidos (2,5x10,0 mm) segundo ASTM A370.	303
Tabela 5.24. Área dos microcavidades do MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o primeiro passe de enchimento), MIG 3 (junta com todos os passes de solda) e metal de base.	305

LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS E ABREVIATURAS

SINAVAL – Sindicato Nacional da Indústria da Construção e Reparação Naval e Offshore.

GNL – Gás Natural Liquefeito.

ARBL – Aços de Alta Resistência e Baixa Liga.

FPSO – Floating Production Store and Offloading.

DNR – Dupla Normalização e Revenido.

GNL – Gás Natural Liquefeito.

SUMÁRIO

DEDICATÓRIA.....	5
AGRADECIMENTOS.....	6
CURRÍCULUM VITAE	9
RESUMO.....	11
ABSTRACT.....	12
LISTA DE FIGURAS.....	13
LISTA DE TABELAS	32
LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS E ABREVIATURAS	35
SUMÁRIO.....	36
1. INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA.....	38
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	42
2.1. AÇOS LIGADOS AO NÍQUEL.....	42
2.2. AÇOS CARBONO COM NOVE PORCENTO DE NÍQUEL.	45
2.2.1. COMPOSIÇÃO QUÍMICA	46
2.2.2. FORMAS DE FABRICAÇÃO.....	49
2.2.3. EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO SOBRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS	51
2.3. SOLDABILIDADE DOS AÇOS COM NOVE PORCENTO DE NÍQUEL	60
2.3.1. PROCESSOS DE SOLDAGEM UTILIZADOS NA SOLDAGEM DOS AÇOS COM NOVE PORCENTO DE NÍQUEL.....	62
2.3.1.1. Processo de Soldagem por Atrito Linear com Mistura	63
2.3.2. PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS JUNTAS SOLDADAS	66
2.3.3. MECANISMOS DE FRAGILIZAÇÃO EM JUNTAS SOLDADAS	75
3. OBJETIVOS.....	84
4. MATERIAIS E MÉTODOS	85
4.1. METAL DE BASE	85
4.2. DILATOMETRIA.....	87
4.3. SIMULAÇÃO FÍSICA DA ZONA AFETADA PELO CALOR.....	87
4.3.1. PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	87
4.3.2. DESENVOLVIMENTO DOS CICLOS TÉRMICOS TEÓRICOS	88
4.4. TRATAMENTO TÉRMICO	93
4.5. SOLDAGEM DOS CORPOS DE PROVA.....	95
4.5.1. PROCEDIMENTO DE SOLDAGEM	95
4.5.2. PARÂMETROS DE SOLDAGEM UTILIZADOS	96
4.5.3. CONSUMÍVEIS DE SOLDAGEM UTILIZADOS.....	98
4.5.4. IDENTIFICAÇÃO DOS EXPERIMENTOS.....	99
4.6. SOLDAGEM POR ATRITO LINEAR COM MISTURA	99
4.7. ENSAIOS REALIZADOS	101
4.7.1. ENSAIO DE IMPACTO CHARPY “V”.....	101
4.7.2. IDENTIFICAÇÃO DOS CICLOS TÉRMICOS TEÓRICOS EXECUTADOS NA SOLDAGEM DOS CORPOS DE PROVA	104
4.7.3. ANÁLISE DOS CORPOS DE PROVA ROMPIDOS NO ENSAIO CHARPY V.....	106
4.7.4. ENSAIO DE TRAÇÃO.....	106
4.7.5. ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS.....	107
4.7.6. CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA POR MACROGRAFIA	108

4.7.7.	CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA POR MICROSCOPIA ÓPTICA	108
4.7.8.	QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DO MICROCONSTITUINTE MARTENSITA-AUSTENITA POR MICROSCOPIA ÓPTICA	109
4.7.9.	QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DA AUSTENITA RETIDA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	111
4.7.10.	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	115
5.	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	116
5.1.	RESULTADOS DOS EXPERIMENTOS SIMULADOS FISICAMENTE NO EQUIPAMENTO GLEEBLE®	116
5.1.1.	CICLOS TÉRMICOS TEÓRICOS EXECUTADOS NA GLEEBLE®	116
5.1.2.	ENSAIO CHARPY “V”	124
5.1.3.	ANÁLISE DOS CORPOS DE PROVA ROMPIDOS NO ENSAIO CHARPY “V”	130
5.1.4.	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS.....	141
5.1.5.	CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA VIA MICROSCOPIA ÓPTICA	145
5.1.6.	QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DO MICROCONSTITUINTE MARTENSITA-AUSTENITA VIA METALOGRAFIA COLORIDA ÓPTICA	159
5.1.7.	QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE AUSTENITA RETIDA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	171
5.1.8.	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR EBSD.....	179
5.1.9.	CORRELAÇÕES LINEARES SIMPLES ENTRE OS RESULTADOS.....	192
5.1.10.	REGRESSÃO LINEAR MÚLTIPLA ENTRE OS RESULTADOS.....	200
5.2.	RESULTADO DO TRATAMENTO TÉRMICO	203
5.2.1.	PRIMEIRA ETAPA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS.....	203
5.2.2.	SEGUNDA ETAPA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS.....	210
5.3.	RESULTADOS DOS EXPERIMENTOS SOLDADOS COM O PROCESSO DE SOLDAGEM POR ATRITO LINEAR COM MISTURA	219
5.3.1.	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR MICROSCOPIA ÓPTICA COM O REAGENTE NITAL	219
5.3.2.	QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DO MICROCONSTITUINTE MARTENSITA-AUSTENITA VIA METALOGRAFIA COLORIDA ÓPTICA	232
5.3.3.	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR EBSD.....	240
5.3.4.	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS.....	251
5.3.5.	ENSAIO CHARPY “V”	255
5.3.6.	ANÁLISE DOS CORPOS DE PROVA ROMPIDOS NO ENSAIO CHARPY “V”	257
5.3.7.	CORRELAÇÕES LINEARES SIMPLES ENTRE OS RESULTADOS.....	264
5.4.	RESULTADOS DOS EXPERIMENTOS SOLDADOS COM O PROCESSO DE SOLDAGEM MIG/MAG	267
5.4.1.	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL COM MICROSCOPIA ÓPTICA COM REAGENTE NITAL	267
5.4.2.	QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DO MICROCONSTITUINTE MARTENSITA-AUSTENITA VIA METALOGRAFIA COLORIDA ÓPTICA	274
5.4.3.	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR EBSD.....	278
5.4.4.	MICROANÁLISE QUÍMICA POR EDS DA ZONA NÃO MISTURADA	283
5.4.5.	ENSAIO DE TRAÇÃO.....	295
5.4.6.	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS.....	296
5.4.7.	ENSAIO CHARPY “V”	302
5.4.8.	ANÁLISE DOS CORPOS DE PROVA ROMPIDOS NO ENSAIO CHARPY “V”	305
6.	CONCLUSÕES	316
7.	TRABALHOS FUTUROS	320
8.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	321

9. APÊNDICES.....	330
-------------------	-----

1. INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

As reservas de gás natural no Brasil são de aproximadamente quatrocentos e setenta e quatro bilhões de metros cúbicos, setenta e oito por cento (78 %) das reservas nacionais certificadas estão localizadas em campos marítimos e o restante (22 %) em campos terrestres. Como a grande maioria das reservas de gás natural está localizada no mar, torna-se necessário transportar tal produto dos campos de exploração marítimos até as refinarias e ou até os clientes que estão no continente.

O transporte de gás natural mais viável é quando o mesmo encontra-se em estado líquido, sendo realizado por meio de navios especiais que são conhecidos como navios gaseiros [1]. Segundo SINAVAL [2], o Brasil possui em construção e em fase de projeto dezessete navios gaseiros que serão entregues nos próximos vinte anos.

Para transportar o GNL (Gás Natural Liquefeito) é necessário liquefazê-lo a temperatura de - 163 °C, tais navios devem ter tanques de armazenamento com excelentes propriedades mecânicas a temperaturas criogênicas [3]. O principal aço utilizado na construção de tanques de armazenamento de GNL é o aço com nove por cento de níquel (9 % Ni). Esse aço tem grande utilização na construção de grandes equipamentos, pois apresenta melhor custo-benefício quando comparado com o aço AISI 304L que pode ser utilizado em tais condições. Um dos principais requisitos de engenharia é apresentar excelentes propriedades mecânicas em temperaturas criogênicas [3, 4].

Uma segunda aplicação para o aço com 9 % Ni está relacionado à utilização em tubulações de injeção de CO₂ em poços de petróleo. A técnica de captura e armazenamento de CO₂, para injeção em poços de petróleo, é considerada uma boa opção pela Petrobrás para atender os requisitos de créditos de carbono e melhorar a eficiência dos poços *offshore* [5, 6].

O CO₂ injetado nos poços necessita de alta pressão de trabalho quando transportado na fase líquida ou no estado supercrítico [7, 8]. Assim, se ocorrer uma rápida despressurização devido a alguma falha, a pressão reduz

rapidamente e o CO₂ muda de estado. Isso pode levar a uma abrupta e localizada redução de temperatura, podendo chegar a valores de -60 °C ou inferiores. A utilização de tubos de aços de alta resistência e baixa liga são comuns em linhas de injeção de CO₂, mas devido os requisitos de projeto do Pré-Sal, podem gerar uma falha catastrófica pela sua baixa tenacidade.

A consequência de um vazamento em uma linha de injeção de CO₂ gera um fechamento da válvula principal e a substituição de toda a tubulação. Isso interrompe a produção de barris de petróleo devido a necessidade de substituição da tubulação danificada. Para evitar a possibilidade deste problema, uma das soluções é adotar o aço com 9 % de Ni nas linhas de injeção de CO₂ nos poços localizados no Pré-Sal.

Uma terceira aplicação deste material é em tubulações de transporte de produtos derivados de petróleo não corrosivos nos módulos das plataformas FPSO (em inglês, *Floating Production Storage and Offloading*), estes também estão sendo utilizados na exploração de petróleo na região do Pré-Sal.

Neste caso, há um agravante, um dos requisitos de projeto é que os valores de dureza na junta soldada (metal de base, zona afetada pelo calor e metal de solda) não ultrapassem o valor de 250 HV 10. Isso gera um grande desafio na utilização deste material, visto que este aço possui uma microestrutura martensítica com dureza média entre 200 e 220 HV 10. Após ser soldado, pode-se obter valores de durezas que estão acima de 400 HV 10.

As propriedades mecânicas do aço com 9 % Ni são modificadas durante a construção e montagem dos tanques terrestres, tanques marítimos e dos dutos, pois o principal processo de fabricação desses equipamentos e estruturas é a soldagem. Isso ocorre devido a soldagem gerar grandes modificações nas propriedades mecânicas das juntas soldadas [4].

A soldagem dos aços com 9 % Ni é possível utilizando ligas ricas em Ni como metais de adição. Assim, torna-se possível a soldagem com processos convencionais, tais como: eletrodo revestido, TIG, arco submerso e MIG/MAG [3, 4]. A tentativa de soldar esses materiais sem adição apresenta uma redução da tenacidade e é necessário a utilização de processos de soldagem não convencionais, tais como laser e feixe de elétrons [9–11]. Assim, seria possível

realizar a soldagem autógena deste material e obter resultados satisfatórios de energia absorvida no ensaio Charpy V à - 196 °C?

A principal aplicação deste tipo de aço ocorre em condições com temperaturas abaixo de - 150 °C, tendo como principal propriedade mecânica a absorção de maior quantidade de energia no ensaio Charpy V. Como o principal processo de fabricação de equipamentos e estruturas no qual este material é utilizado é a soldagem, estudar e entender como os ciclos térmicos de soldagem interagem com as propriedades mecânicas torna-se de grande importância na sua aplicação no cenário nacional e nas novas condições de utilização que este aço será submetido.

A quantidade de navios gaseiros que serão produzidos com o objetivo de transportar o GNL das áreas de exploração até as refinarias, a necessidade de fabricar vasos de pressão com propriedades mecânicas a temperaturas criogênicas superiores e a inovação em aplicação deste tipo de aço em novas áreas industriais são a motivação de estudos sobre a soldabilidade metalúrgica para tal material.

Outra motivação está nas reais causas da redução das propriedades mecânicas em temperaturas criogênicas do aço com 9 % Ni. Essa redução de propriedade mecânica é atribuída à diminuição da fração volumétrica de austenita retida encontrada na região da ZAC das juntas soldadas [12–19]. Porém, nota-se que a relação das propriedades mecânicas pode ser mais complexa, devido a diferentes fatores, tais como: estar ligada ao tamanho de grão, a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita, uma fragilização em baixas temperaturas, em especial a fragilização causada por segregação de elementos químicos em contorno de grão, e a formação de precipitados em contorno de grão [12, 14, 16, 17, 19–28].

Assim, adotam-se os seguintes questionamentos: o efeito da redução da energia absorvida no ensaio Charpy V em ZACs simuladas fisicamente com dois ciclos térmicos existe para três ciclos térmicos? Seria possível realizar a soldagem autógena com processos de soldagem no estado sólido? Visto que os processos de soldagem já utilizados para a soldagem autógena são de natureza de união por fusão e tiveram energia absorvida no ensaio Charpy V inferiores

aos processos convencionais; qual é o efeito dos passes de enchimento e acabamento sobre a ZAC da raiz? Nessa condição, existe algum efeito de fragilização dos ciclos térmicos de reaquecimento sobre a ZAC de grão grosseiro da raiz?

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. AÇOS LIGADOS AO NÍQUEL

Sugestão: A tendência da destilação de líquidos a baixas temperaturas e liquefação de gases em condições cada vez mais criogênicas, levou à necessidade de equipamentos que pudessem operar em temperaturas negativas.

Essas condições técnicas forçaram a seleção de materiais a indicarem ligas não ferrosas. Dentre as diversas opções, as ligas a base níquel, tal como a liga Monel®, ou as ligas de alumínio eram as melhores escolhas. Porém, tais escolhas geravam dificuldades técnicas na forma de processamento e em situações de difíceis soluções como custo de tais materiais. Sendo assim, o desenvolvimento de aços de baixo carbono ligado ao níquel para aplicação em temperaturas negativas apresentou-se como uma excelente alternativa [29].

Por condições criogênicas entende-se: condições ambientes em que as temperaturas de trabalho estão abaixo de $-153\text{ }^{\circ}\text{C}$ (120 K), a criogenia é a ramificação da física que estuda a produção de temperaturas abaixo de $-153\text{ }^{\circ}\text{C}$ e seus efeitos [30].

O níquel, quando utilizado como elemento de liga em aços carbono, apresenta uma característica de melhorar a tenacidade de tais materiais. No início da década de 40, o laboratório de pesquisa da “*The International Nickel Co. Inc.*” começou a realizar e financiar diversas pesquisas na utilização do níquel como principal elemento ligante em aços carbono. [31].

A fração mássica de níquel estudada inicialmente em aços, variava entre 1% e 15%, atualmente, os diversos aços comerciais ligados a este elemento químico variam entre 2,5 % (ASTM A 203, graus A e B); 3,5 % (ASTM A 203 graus D e E); 5 % (ASTM A 645); 8 % (ASTM A 553, Tipo II) e 9 % (ASTM A 353 ou A 553, Tipo I). Esses aços são conhecidos por sua tenacidade a baixas temperaturas e usualmente utilizados em temperaturas negativas. De acordo com a quantidade de níquel (Ni), a forma (chapa ou tubo) e o tipo de processo

de fabricação utilizado, são normatizados por diversas normas, incluindo a ASTM. Pode-se citar a norma ASTM A 203, ASTM A 645, ASTM A353, ASTM A553, ASTM A420, ASTM A333, entre outras [3, 31].

Nota-se na Tabela 2.1 que a composição química dos principais aços comerciais ligados ao níquel é composta por C, Mn, P, S e Si. A exceção é o aço com 5 % de níquel, que possui um sistema de liga com molibdênio, alumínio e especifica o máximo de nitrogênio que esta classe de material pode apresentar [3].

Percebe-se que a quantidade de níquel altera a resistência a tração, Tabela 2.2. A diferença pode chegar a 35 % quando comparada ao aço com 3 % de Ni e o 9 % Ni. Contudo, a principal diferença está na quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V e na temperatura utilizada. A diferença chega a 50 % na energia absorvida e ultrapassa os 100 °C na temperatura na qual o ensaio é realizado [3].

Tabela 2.1 Composição química dos principais aços comerciais ligados ao níquel [3].

Tipo do Aço	C	Mn	P	S	Si	Ni	Mo	Al	N
ASTM A 203 Gr. A	0,17*	0,70*	0,035*	0,04*	0,15- 0,30	2,10- 2,50	-	-	-
ASTM A 203 Gr. B	0,21*	0,70*	0,035*	0,04*	0,15- 0,30	2,10- 2,50	-	-	-
ASTM A 203 Gr. D	0,17*	0,70*	0,035*	0,04*	0,15- 0,30	3,25- 3,75	-	-	-
ASTM A 203 Gr. E	0,20*	0,70*	0,035*	0,04*	0,15- 0,30	3,25- 3,75	-	-	-
ASTM A 645	0,13*	0,30- 0,60	0,025*	0,025*	0,20- 0,35	4,75- 5,25	0,20- 0,35	0,05- 0,12	0,02*
ASTM A553 Tipo II	0,13*	0,90*	0,035*	0,040*	0,15- 0,30	7,50- 8,50	-	-	-
ASTM A553 Tipo I	0,13*	0,90*	0,035*	0,040*	0,15- 0,30	8,50- 9,50	-	-	-

Nota: * valores máximos permitidos.

Ao analisar a Figura 2.1, nota-se que a quantidade do elemento químico níquel também influencia a curva de transição dúctil-frágil para algumas ligas comerciais. A influência do níquel torna-se tão evidente que no aço com 9 % Ni não é possível observar a transição dúctil-frágil claramente como na liga que possui 2,5 % Ni [3]. Dentre os diversos tipos de aços ligados ao níquel, o aço

com nove por cento apresenta a melhor tenacidade a baixas temperaturas e é indicado para equipamentos que trabalham até - 196 °C.

Tabela 2.2 Propriedade mecânica dos principais aços comerciais ligados ao níquel [3].

Tipo do Aço	Resistência a Tração (MPa)	Limite de Escoamento Mínimo (MPa)	Alongamento (%)	Charpy V
ASTM A 203 Gr. A	448-482	255	23	17,6 J @ -68 °C*
ASTM A 203 Gr. B	482-586	275	21	20,3 J @ -68 °C*
ASTM A 203 Gr. D	448-530	255	23	20,3 J @ -101 °C*
ASTM A 203 Gr. E	482-586	275	21	20,3 J @ -101 °C+
ASTM A 645	655-792	448	20	33,8 J @ -171 °C+
ASTM A553 Tipo II	689-827	586	20	33,8 J @ -171 °C+
ASTM A553 Tipo I'	689-827	517	20	33,8 J @ -196 °C+
ASTM A553 Tipo I''	689-827	586	20	33,8 J @ -196 °C+

Nota: * Valor mínimo em chapas de até 50 mm de espessura; (') tratamento térmico de dupla normalização e revenido; (") Tratamento térmico de têmpera e revenido; (+) valor mínimo de energia absorvida com entalhe longitudinal em CP de 10 X 10 mm.

Figura 2.1 Efeito da quantidade do níquel na tenacidade de aço baixo carbono. Adaptado da referência [32].

O aço ligado com 9 % de níquel compete com os aços inoxidáveis austeníticos e são utilizados para construção de vasos de pressão que podem armazenar gases liquefeitos como: oxigênio (- 183 °C), argônio (- 186 °C),

nitrogênio (- 196 °C) e o gás natural liquefeito (- 163 °C). Este material é indicado para construção de vasos de pressão acima de 50.000 m³ e quando o equipamento estiver sujeito a ciclos de fadiga térmica [4].

2.2. AÇOS CARBONO COM NOVE PORCENTO DE NÍQUEL.

Na década de 1940, o aço carbono com nove por cento de níquel teve seus estudos iniciados nos Estados Unidos pelo *The International Nickel Co., Inc.* [29]. Tais pesquisas foram impulsionadas pela necessidade de aços de alta resistência que apresentassem uma melhor relação custo-benefício e que conseguissem trabalhar em condições criogênicas com segurança [33].

No início do desenvolvimento do aço 9 % Ni, o objetivo era gerar um tipo de aço que pudesse ser utilizado na fabricação de grandes tanques para armazenamento de oxigênio, nitrogênio e argônio, todos no estado líquido. Além desta aplicação específica, houve alguns estudos de aplicação deste aço nos segmentos industriais de petróleo, químico e de energia elétrica [33].

Quando a pesquisa sobre tal aço foi apresentada em 1947, a avaliação da tenacidade a temperaturas criogênicas (- 196 °C) utilizando o ensaio Charpy V, demonstrou resultados mínimos de 20,0 J de energia de impacto. No ano de 1948, foi iniciada uma série ensaios com vasos de pressão de pequena escala, armazenando nitrogênio líquido, para medir e constatar o desempenho e a segurança que tal material teria em condições reais de utilização.

O sucesso dos testes com vasos de pressão de pequeno porte armazenando nitrogênio líquido e simulando condições reais, conduziu em 1952, a ASTM e a ASME a especificarem o uso deste material com dupla normalização e revenido. Sendo especificado um alívio de tensão após a soldagem [33–36].

Na década de 1950, os EUA, o Reino Unido e a França, desenvolveram experimentos em escala real para avaliar o desempenho em trabalho desse material utilizando vasos de pressão para armazenamento de gás natural liquefeito (GNL). As propriedades e o desempenho da utilização após longos tempos do aço com 9 % Ni continuaram a ser estudadas, principalmente na aplicação em GNL [33, 37–40].

Em outubro de 1960, foi iniciado nos Estados Unidos o trabalho intitulado “*Operation Cryogenics*” para analisar o desempenho de grandes vasos de pressão, para armazenamento de nitrogênio líquido, fabricados com o aço com 9 % Ni. Nesse projeto, foram construídos nove vasos de pressão cilíndricos e retangulares e provou-se que tal material pode ser utilizado no armazenamento desse tipo de gás liquefeito. Este estudo também demonstrou ser possível a utilização deste material usando técnicas de montagem de tanque em campo e sem a utilização de alívio de tensão.

A partir dos resultados obtidos, foi desenvolvido o código especial da ASME 1308-4, publicado em 1963, que aceitava chapas de 9,0 % Ni temperadas e revenidas, ou com dupla normalização e revenidas. Todas as condições aprovadas estão relacionadas na condição como soldado [41, 42].

Testes similares foram executados em 1964 na Itália e no Japão. O resultado foi a classificação do aço com 9 % Ni para fabricação de tanques de armazenamento para GNL pela ASME, *American Petroleum Institute, Final Results from Operation Cryogenics - 9 % Nickel Steel Vessels Burst and Impact Tests* [43].

A partir de 1960, o aço 9 % Ni começa a ser amplamente utilizado na construção de vasos de pressão que armazenam GNL, oxigênio e nitrogênio, todos na condição liquefeito [12–15]. Este tipo de aço começa a ser classificado e normatizado por diversas normas em todo mundo, tais como: NBN 630-70 / 10Ni 36 na Bélgica; a NFA 36-208 / 9Ni (1966) na França; VDEh 680 / X8 Ni 9 na Alemanha; a UNI 5920-66 / X10 Ni 9 na Itália; a ASTM A353-70 / ASTM A553-70 Grau A ou NV 20-2 no Japão e nos Estados Unidos; DNV (1971) / NV 20-2 na Noruega; e a BS 1501-509 no Reino Unido [44]. O aço 9 % Ni tem suas propriedades alcançadas em função da composição química e do tipo de processamento pelo qual é fabricado.

2.2.1. COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Ao analisar a Tabela 2.3 observa-se que o níquel apresenta variação. A quantidade deste elemento químico varia entre 8,4 e 9,5 % segundo a norma de

fabricação ASTM A553, e entre os trabalhos analisados nota-se que essa variação está entre 8,79 e 9,46 %. O níquel é conhecido por melhorar as propriedades mecânicas dos aços carbono em baixas temperaturas [3].

Este elemento químico gera microestruturas bainíticas e martensíticas com alta tenacidade ao entalhe. Por ser um forte elemento estabilizador da austenita, favorece a estabilização da austenita retida em temperatura ambiente e possui importante papel nas propriedades mecânicas deste aço [45, 46].

O níquel em solução sólida, pode facilitar a geração de discordâncias em baixas temperaturas e melhorar a relação entre o fluxo de tensões e os altos níveis de coesão com ganhos nos resultados de tenacidade [47].

Analisando a composição química informada na Tabela 2.3, nota-se que é comum informar apenas os elementos químicos indicados em normas de fabricação, tais como carbono, manganês, fósforo, enxofre, silício e o níquel (principal elemento químico). A omissão dos diversos autores leva a imaginar que tais aços não apresentam outros elementos de liga, que podem alterar as propriedades mecânicas dos aços.

Os elementos químicos Cr, Mo, Ti e Nb apresentam uma tendência de melhorar as propriedades mecânicas dos aços carbonos, principalmente quando utilizados em aços microligados, e quase não são descritos nos trabalhos publicados sobre os aços com 9 % de níquel. Isso não corrobora a não importância e ou a importância de tais elementos químicos.

Entre os diversos trabalhos analisados, apenas um trabalho apresenta em sua composição química o elemento químico boro. Tal elemento químico está associado com a diminuição de carbono e é identificado em chapas de 9,9 mm e 30,2 mm de espessura [48].

Além dos elementos químicos que podem melhorar o desempenho desses aços, também é de grande importância informar os elementos químicos que são conhecidos por reduzir as propriedades mecânicas. Dentre os quais, os mais comuns são o nitrogênio e o oxigênio. Para esses elementos químicos, não há trabalhos relevantes onde podem ser afirmadas tais influências sobre o desempenho dos aços com 9 % Ni.

Tabela 2.3. Composição química do aço com 9% de níquel utilizados por diversos autores.

Referência	C	Mn	P	S	Si	Ni	Mo	Cr	Ti	Cu	Nb	N
ASTM A553 Tipo I	0,13*	0,90*	0,035*	0,040*	0,15-0,30	8,50-9,50	-	-	-	-	-	-
[21–25]	0,066	0,65	0,005	0,005	0,24	9,28	-	-	-	-	-	-
[20]	0,050	0,57	0,002	0,001	0,25	9,46	-	-	-	-	-	-
	0,050	0,56	0,002	0,001	0,24	9,39	-	-	-	-	-	-
[49]	0,054	0,32	0,006	0,005	0,15	9,45	-	-	-	-	-	-
[50]	0,050	0,56	0,002	0,001	0,25	9,18	0,01	0,01	0,002	0,01	0,001	-
	0,060	0,55	0,004	0,001	0,2	9,11	0,10	0,02	0,005	0,01	0,004	-
[51]	0,080	0,50	0,004	0,004	0,20	9,10	-	0,17	-	-	-	-
[52]	0,050	0,56	0,002	0,001	0,24	9,39	-	-	-	-	-	-
	0,050	0,59	0,003	0,000	0,08	9,35	0,08	-	-	-	-	-
[53]	0,050	0,71	0,002	0,0007	0,33	8,79	0,004	0,017	-	0,02	-	-
[54]	0,110	0,57	0,004	0,001	0,23	9,10	-	-	-	-	-	0,024
	0,102	0,33	0,005	0,016	0,05	9,06	-	-	-	0,67	-	0,0051
	0,107	0,33	0,005	0,019	0,05	9,07	-	-	-	1,19	-	0,0048
	0,095	0,32	0,005	0,015	0,05	9,18	-	-	-	2,23	-	0,0045
	0,110	0,33	0,004	0,013	0,04	8,99	-	-	-	2,91	-	0,0046
[55]	0,050	0,71	0,018	0,019	0,41	8,90	-	-	-	-	-	-
[48] ¹	0,032	0,40	0,005	0,002	0,18	9,36	0,01	0,01	0,013	0,02	0,005	-
[56]	0,060	0,61	0,002	0,001	0,25	9,22	-	-	-	-	-	-
[12]	0,060	0,60	0,010	0,002	0,21	9,18	-	-	-	-	-	-
[57]	0,036	0,59	0,003	0,0003	0,21	9,11	0,017	0,042	-	-	-	-
[19]	0,036	0,70	0,007	0,005	0,10	9,02	0,096	-	-	-	-	-
[18] ²	0,043	0,64	0,0025	0,001	0,43	9,35	-	-	0,018	-	-	-

Nota: 1-Boro com 0,0005%, Alumínio com 0,053% e Vanádio com 0,003%; 2-Alumínio com 0,026%; * Valor máximo.

Para aços mais modernos, o elemento químico cobre melhora as propriedades dos aços com nove por cento de níquel. Teores entre 0,5 e 3 % de cobre aumentam em 28 % a tensão de ruptura sem perder a capacidade de alongamento. Isso é devido pelo aumento da fração volumétrica da austenita retida e pelo endurecimento por solução sólida [15].

2.2.2. FORMAS DE FABRICAÇÃO

Tanto para chapas processadas via laminação a quente como para peças fundidas e forjadas do aço com 9 % de Ni, o tratamento térmico apresenta grande importância em seu desempenho. Porém, a combinação do processo de fabricação com os diversos tipos de tratamentos térmicos gera produtos com diferentes propriedades mecânicas. Existem quatro tipos de tratamento térmicos comerciais para esse material [5,13].

O primeiro tipo de tratamento térmico é a têmpera seguida de um tratamento térmico de revenimento, conhecido como *QT* (em inglês, *Quenched and Tempered*), a chapa de aço é aquecida a uma temperatura de patamar entre 800 e 925 °C e temperado em meio líquido. A segunda etapa consiste no tratamento térmico de revenimento, a temperatura de patamar deve ser entre 630 e 700 °C com tempo de patamar de uma hora por 25,4 mm e resfriado ao ar ou em água com uma taxa maior que 165 °C/h [58].

O segundo tipo de tratamento térmico utilizado é o tratamento com uma dupla normalização e um revenimento (DNR), conhecido como *DNT* ou *NNT* (em inglês). A primeira etapa é a normalização com temperatura de patamar de 900 °C $\pm$ 15 °C com tempo de patamar de uma hora por 25,4 mm e resfriada ao ar. A segunda etapa é o segundo tratamento de normalização, neste, a temperatura de patamar é de 790 °C $\pm$ 15 °C com tempo de patamar de uma hora por 25,4 mm e resfriada ao ar. A terceira etapa é o tratamento térmico de revenimento na temperatura de patamar entre 565 e 605 °C com tempo de patamar de uma hora por 25,4 mm e resfriado ao ar ou em água com uma taxa maior que 165 °C/h [59].

O terceiro tipo de tratamento térmico é a têmpera direta, consiste em temperar as chapas logo após a laminação sem permitir que as chapas resfriem abaixo da temperatura de 650 °C. A temperatura de têmpera após a laminação deve estar entre 650 e 910 °C [60].

Após essa etapa, é realizado o tratamento de revenimento com temperatura de patamar entre 565 e 635 °C com um tempo de patamar de 30 minutos por 12,57 mm e resfriado ao ar, ou em água com uma taxa maior que 165 °C/h. Este processamento é conhecido como têmpera direta seguida de revenimento (*DQT*, em inglês) [60].

Pode ser realizado um tratamento térmico intermediário entre a têmpera e o revenimento. O objetivo deste tratamento intermediário é de melhorar o alongamento, a tenacidade ao impacto e reduzir a fragilização ao revenido. Este tratamento possui temperatura de patamar entre 630 e 700 °C com tempo de patamar de uma hora por 25,4 mm e resfriada ao ar, ou em água com uma taxa maior que 150 °C/h [60].

A quarta forma de fabricação do aço com 9 % de níquel consiste em realizar um tratamento térmico entre a têmpera convencional, diferente da têmpera direta, e o revenimento. Esse tratamento é conhecido como *Lamellarizing* (em inglês), que consiste em aquecer o aço na faixa de temperatura intercrítica, ficando a temperatura de patamar entre 670 e 690 °C e, posteriormente, resfriando-o em água. Esta forma de processamento é conhecida como *QLT* (em inglês) [20, 25, 58].

Este tratamento térmico entre a têmpera e o revenimento melhora as propriedades mecânicas em temperaturas criogênicas. Essa melhoria consiste no fato de aumentar a fração volumétrica de austenita retida. Porém, dependendo do tipo de tratamento térmico utilizado, partindo-se da condição do aço como laminado, obtém-se uma variação em suas propriedades mecânicas [12, 13, 17–20, 51].

Atualmente, os quatro tipos de tratamentos térmicos descritos são normatizados, porém, nota-se nos trabalhos citados que durante a década de 1970 e 1980 procurou-se um novo tipo de tratamento térmico para esse tipo de aço e conhecer quais os principais efeitos os tratamentos térmicos teriam sobre o desempenho mecânico [12, 13, 17–20, 51].

2.2.3 EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO SOBRE AS PROPRIEDADES MECÂNICAS

Desde 1963, o aço com 9 % níquel é normatizado com o tratamento térmico de têmpera e revenido [41, 42]. Porém, como visto anteriormente, esse não é o único tratamento possível de ser realizado.

A partir do final dos anos de 1960 e até o início de anos 1990, o tratamento térmico é estudado para esse material por melhorar as suas propriedades mecânicas. A partir de 1976 iniciam-se as publicações com aços com 9 % Ni com os trabalhos de J. W. Morris JR. que apresentaram entre 1970 e 1980 uma grande contribuição para os estudos da evolução dos tratamentos térmicos aplicados aos aços ligados ao níquel [12, 13, 16, 17, 51, 61–63].

A partir do tratamento térmico convencional de têmpera e revenimento, surgiu o tratamento térmico de dupla normalização e revenimento (DNR). Esse novo tratamento térmico apresenta uma solução para a fabricação de produtos de aço com 9 % de níquel e oferece limite de escoamento, tração e dureza similar aos produtos que foram temperados e revenidos. As similaridades nessas propriedades mecânicas são observadas na Figura 2.2 [3].

Nota-se na Figura 2.3 que já existe uma pequena diferença entre as energias absorvidas no ensaio Charpy “V” entre amostras deste material que foram submetidas a diferentes tratamentos térmicos. Os aços que são submetidos ao tratamento de DNR apresentam melhor desempenho [3].

Dentre os tratamentos térmicos usuais que podem ser aplicados nos aços com 9 % Ni, o tratamento *QLT* gera as melhores propriedades mecânicas. Essa diferença é mais perceptível na quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V em temperaturas próximas de - 196 °C [19].

Na Figura 2.2 e Figura 2.3 notam-se as diversas temperaturas de patamar estudadas para os tratamentos térmicos utilizados atualmente. Essas diversas temperaturas afetam diretamente as propriedades mecânicas dos aços ligados ao níquel, em especial a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V [12–19].

Figura 2.2. Comparação das propriedades mecânicas entre: a) aço com 9% Ni com dupla normalização e revenido; b) aço com 9% Ni temperado e revenido. Adaptada da referência [3].

Figura 2.3. Comparação das propriedades mecânicas entre: a) aço com 9% Ni com dupla normalização e revenido; b) aço com 9% Ni temperado e revenido. Adaptada da referência [3].

Para o tratamento térmico de têmpera, foram analisadas temperaturas de patamar entre 795 °C e 1000 °C. A temperatura de patamar de 800 °C, juntamente com os demais tratamentos térmicos, apresentou o melhor resultado na quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V. O melhor resultado chega ao valor de 240 J de energia absorvida [12–19].

Para o tratamento térmico de têmpera intercrítica, os melhores resultados de energia absorvida estão entre as temperaturas de patamar de 660 e 670 °C.

Para o tratamento térmico de revenimento, os melhores resultados são para as temperaturas de patamar entre 550 e 600 °C [12–19].

A configuração desses três tipos de tratamentos térmicos e as devidas temperaturas de patamar geram valores de energia absorvida acima de 200 J, podendo ultrapassar valores médios de 250 J [12–19].

Além de gerar um aumento significativo no desempenho da tenacidade ao entalhe, esse tipo de tratamento térmico, *QLT* em inglês, faz com que esse tipo de material não apresente a temperatura de transição dúctil-frágil bem definida. Tal efeito é observado na Figura 2.4, onde é comparado com outros tipos de tratamentos térmicos [17].

Nos trabalhos coordenados por MORRIS JR. [12], observa-se uma tendência de correlacionar as propriedades mecânicas, em especial a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy, com a fração volumétrica de austenita retida para explicar o desempenho de tais materiais em condições criogênicas [12].

Em 1976, o trabalho de SYN et. al [12] intitulado “*Cryogenic Fracture Toughness of 9 % Ni Steel Enhanced Through Grain Refinement*”, apresenta como um dos resultados que melhoram a tenacidade o possível refino de grão que ocorre devido os diversos tratamentos térmicos. Contudo, os autores não consideram o efeito das transformações de fases sobre a tenacidade das amostras [12].

Tabela 2.4. Principais temperaturas de patamar utilizadas nos tratamentos térmicos realizados e suas.

Tabela 2: Tabela principal de temperatura de patamar utilizada nos tratamentos térmicos realizados e seus:											
Ano de Publicação	Ref.	Amostras	Temperatura de Têmpera (°C)	Tempo (min.)	Temp. de Têmpera Intercrítica (°C)	Tempo (min.)	Temperatura de Revenimento (°C)	Tempo (min.)	Energia Absorvida (J)	Fração Volumétrica de Austenita (%)	
1976 / 1978	[12, 13]	1	900	120	730	60	-	-	-	-	
		2			730*	60*	-	-	-	-	
		3			650	60	-	-	-	-	
		4			650*	60*	-	-	-	-	
		5			650*	60*	-	-	-	-	
		6			650*	60*	550	60	137	12,5	
		7			650*	60*	600	60	107	-	
		8			DNR						
		1978	[14]	1	795	30	-	-	-	-	12,2
2	-			-			595	10	42,0	6,0	
3	-			-				60	67,8	7,5	
4	-			-				600	96,2	9,5	
5	-			-				900	-	14,0	
6	-			-				1200	71,2	18,0	
1980	[15]	1	843	60	-	-	590	60	144	5,2	
		2			-	-	540	60	136	0,5	
		3			-	-	540	1440	151	4,1	
1981 / 1983	[16, 17]	1	800	60	-	-	600	120	40,7	5,9	
		2			-	-	600	6000	13,6	8,2	
		3			670	60	-	-	27,1	8,8	
		4					600	60	223,7	9,2	

Nota: * ciclo térmico realizado duas vezes. DNR, dupla normalização e revenido.

Tabela 2.5. Principais temperaturas de patamar utilizadas nos tratamentos térmicos e suas influências.

Ano de Publicação	Ref.	Amostras	Temperatura de Têmpera (°C)	Tempo (min.)	Temp. de Têmpera Intercrítica (°C)	Tempo (min.)	Temperatura de Revenimento (°C)	Tempo (min.)	Energia Absorvida (J)	Fração Volumétrica de Austenita (%)
1993	[20]	1	800	60	-	-	500	20	41,7	1,15
		2					550		183,3	0,77
		3					575		216,7	1,54
		4					600		200,0	1,92
		5					625		166,7	3,84
		1A	800	60	670	60	500	20	225,0	1,54
		2B					550		233,3	2,88
		3C					575		241,7	5,77
		4D					600		233,3	8,07
		5E					625		225,0	9,03
2007	[18]	1	800	60	640	60	560	60	208	7,8
		2			660				212	12,5
		3			680				198	7,3
		4			700				193	6,8
2010	[19]	1	750	60	-	-	600	60	-	4,7
		2	800		-	-			-	5,0
		3	850		-	-			-	5,8
		4	900		-	-			-	7,1
		5	1000		-	-			-	4,2
		1A	800	60	-	-	540	60	-	0,9
		2A			-	-	570		-	4,6
		3A			-	-	630		-	1,2
		4A			-	-	650		-	-
		5A			-	-	670		-	-
		1C	800	60	650	60	570	60	-	10,0
		2C			670				-	5,7
		3C			700				-	2,1

Figura 2.4. Influência do tratamento térmico de têmpera intercrítica (QLT) sobre a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy de um aço com 5,5% Ni. Q – Temperado; QT₂ – Temperado e revenido por duas horas; QT₁₀₀ – Temperado e revenido por cem horas; QL – Temperado e temperado em temperatura intercrítica; QLT – Temperado, temperado em temperatura intercrítica e revenido [17].

Ao analisar as micrografias resultantes dos diversos tratamentos térmicos realizados e expostos na Figura 2.5, não é claro que o mecanismo de refino de grão é mais influente que o mecanismo de transformação de fase.

Existe ainda a dúvida se os dois mecanismos podem agir juntos para melhorar a tenacidade. Há também a influência da quantidade de austenita retida, que pode agir juntamente com os demais mecanismos. Na forma que o trabalho foi delineado, não há como mensurar essas influências [12].

Pelo trabalho apresentar como conclusão a relação entre tenacidade ao entalhe e a fração de austenita retida, inicia-se o período onde a tenacidade será justificada pela fração volumétrica de austenita retida, sem considerar os demais e clássicos mecanismos de endurecimentos [12].

Atualmente é comum relacionar o aumento da quantidade de austenita à tenacidade de aços ligados ao níquel. Sendo assim, a Figura 2.6 foi desenvolvida

com os dados de energia absorvida no ensaio Charpy V e de fração volumétrica de austenita de diversos autores para identificar se a correlação entre os dois fatores é forte ou fraca [12–19].

Porém, ao verificar que o valor de R^2 obtido pela equação da reta é igual a 0,1318, nota-se que a correlação linear entre a fração volumétrica de austenita e a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V possui fraca correlação.

Figura 2.5. Tratamentos térmicos dos artigos 1976 e 1978 da Tabela 2.4. a) Amostra 1; b) Amostra 2; c) Amostra 3; d) Amostra 4; e) Amostra 5; f) Amostra 6 [12].

A fraca correlação entre os fatores da Figura 2.6 leva a discorrer sobre a influência de outros mecanismos de endurecimento que foram, equivocadamente, esquecidos pelos pesquisadores. Esses mecanismos podem ser os clássicos mecanismos de refino de grão, de transformação de fase e a fração volumétrica de austenita. É possível, dependendo do tipo de tratamento térmico utilizado, eliminar ou reduzir a influência da fragilização ao revenido em aços [12–19].

No trabalho KIM [14], chega-se à conclusão que a fração volumétrica de austenita retida aumenta a tenacidade, numa relação de 5,7 J por porcentagem de austenita, e ainda reduz a temperatura de transição dúctil-frágil. Na Figura 2.7 observa-se que a correlação linear entre os dois fatores, mesmo sendo maior que a apresentada na Figura 2.6, apresenta um R^2 de 0,3338 e se caracteriza como fraca.

Porém, no mesmo trabalho de KIM [14], amparado pelos trabalhos de JIN et al. [64] e HWANG et al. [65], fornece um esquema, exibido na Figura 2.8, que representa a sequência de transformação de fase e a precipitação de martensita em função do tipo de tratamento térmico que é empregado.

Em 1983, KIM et al. [17] desenvolve um conceito observado na Figura 2.9 que vem melhorar o entendimento da proposta de KIM [14]. Esse conceito é um indício da explicação do porque a correlação linear entre a fração volumétrica de austenita retida e da quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V não apresenta forte relação linear [14, 17, 64, 65].

Figura 2.6. Relação linear entre a fração volumétrica de austenita retida e a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy, dados da Tabela 2.4 e da Tabela 2.5.

A relação linear apresenta baixa correlação com os valores de energia absorvida por não bastar ter apenas a austenita retida. O tipo de tratamento

térmico, juntamente com os demais mecanismos de endurecimento, força a analisar e qualificar a distribuição desta fase na microestrutura [14, 17, 64, 65].

Caso tenha regiões com grande microsegregação de austenita, a fração volumétrica média pode ser igual a uma amostra que tem uma distribuição mais homogênea. Ainda existe a localização dessa austenita, podendo estar nos contornos de grão da austenita anterior ou entre os pacotes de martensita [14, 17, 64, 65].

Figura 2.7. Relação linear entre a fração volumétrica de austenita retida e a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy [14].

Figura 2.8. Esquema do desenvolvimento microestrutural influenciado pela têmpera intercrítica em aços com 9% Ni. a) Grão de austenita anterior. b) Austenitizado e temperado. c) revenido [14].

Figura 2.9. Esquema da precipitação da cementita (C), da martensita (M) e da austenita (A) em discordâncias (D) e maclas (T) em função do tipo de tratamento térmico utilizado em um aço com 5,5% Ni.

2.3. SOLDABILIDADE DOS AÇOS COM NOVE PORCENTO DE NÍQUEL

Ao falar em soldabilidade dos aços com 9 % de níquel, remete-se aos primeiros trabalhos sobre a aplicação deste material, os quais tinham como objetivo mensurar a utilização deste material em condições criogênicas. Assim, a grande abordagem dos trabalhos, sempre financiados por indústrias da área de Petróleo e Gás ou produtoras e desenvolvedoras de aço, era a soldabilidade operacional e a soldabilidade em serviço [29, 34, 36, 37, 39, 44, 66].

A soldabilidade é a capacidade de um material ser soldado sob as condições impostas de fabricação em uma estrutura específica a fim de executar

satisfatoriamente seu objetivo [67]. Segundo SÉFÉRIAN [67], a soldabilidade pode ser dividida em metalúrgica, em serviço e operacional.

A soldabilidade operacional está ligada à facilidade de executar a soldagem. Esta é conectada as peculiaridades de cada processo de soldagem, ao nível de habilidade do soldador e as características do material que será soldado. A soldabilidade em serviço está associada ao desempenho e a durabilidade do equipamento soldado. Se o projeto e a fabricação forem bem executados, este tipo de soldabilidade tem boa qualidade [67, 68].

A soldabilidade metalúrgica envolve as transformações de fase que ocorrem no aquecimento e no resfriamento. Está associada às características físicas do material e com os fenômenos oriundos na transferência de calor [67, 68].

Entre os fatores que influenciam na soldabilidade metalúrgica dos aços com nove por cento de níquel, destacam-se problemas como fragilização ao revenido, possível envelhecimento e a redução da fração volumétrica da austenita retida que podem gerar uma diminuição das propriedades mecânicas em temperaturas criogênicas [20, 25, 60].

Dentre os trabalhos analisados não é possível identificar claramente a fragilização por envelhecimento. Em 1995, a empresa *San Diego Gas and Electric* desmontou dois tanques de gás natural liquefeito (GNL), produzidos com o aço 9 % Ni, com vinte e nove anos em serviço e, após diversos ensaios mecânicos no material trabalhado, não constatou nenhum problema de redução das propriedades mecânicas, de propagação de trinca e de possível envelhecimento do aço [4, 33].

A fragilização ao revenido é citada por poucos autores e não há registros nas conclusões dos artigos utilizados que comprovem tal problema [4, 20, 33, 60]. Até mesmo nos trabalhos onde há a citação deste tipo de fragilização, é comum que a conclusão correlacione a redução das propriedades mecânicas com a redução da fração volumétrica de austenita retida, sendo que já é constatado no item 2.2.3 desta revisão bibliográfica que existe uma baixa relação linear entre ambos [20].

Este problema de soldabilidade, mesmo não sendo diretamente indicado nos artigos utilizados, pode ser reversível segundo a norma ASTM A844. Essa reversão pode ser originada pelo tratamento térmico de têmpera na temperatura intercrítica, também conhecido como *Lamellarizing* em inglês, podendo reduzir ou eliminar o aparecimento de tal problema [60].

Porém, é de comum censo que a soldagem altera as propriedades mecânicas dos aços com 9 % de níquel. Essas alterações estão intrinsecamente ligadas aos ciclos térmicos realizados durante a soldagem, pois esses ciclos térmicos geram regiões com alterações microestruturais nomeadas como zona afetada pelo calor (ZAC) e nessas regiões ocorre alterações nas propriedades mecânicas [20–25, 55, 60, 69].

2.3.1. PROCESSOS DE SOLDAGEM UTILIZADOS NA SOLDAGEM DOS AÇOS COM NOVE PORCENTO DE NÍQUEL

Os diversos estudos sobre a soldabilidade dos aços com 9 % Ni exibem o intuito de avaliar as influências dos parâmetros de soldagem sobre as propriedades mecânicas, em especial na quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V [3, 4, 29, 32, 33, 38].

O aço com 9 % Ni apresenta boa soldabilidade metalúrgica, operacional e em serviço. Porém, só é possível a soldagem desse material utilizando ligas ricas em Ni como metal de adição. Desta forma, torna-se possível a soldagem com processos convencionais, tais como: eletrodo revestido, TIG, arco submerso e MIG/MAG [3, 4].

Entre as diversas ligas a base de níquel, a liga NiCrMo-3 (Inconel 625®) tem grande utilização como metal de adição para os aços com 9 % Ni. Isso ocorre devido a liga NiCrMo-3 apresentar tenacidade em temperaturas criogênicas e expansão térmica compatíveis com o metal base. Porém, as ligas NiCrMo e CMnW também apresentam desempenho aceitáveis e podem ser utilizadas na soldagem dos aços com 9 % Ni [3, 4, 33].

A tentativa de soldar os aços com 9 % Ni sem adição de ligas de níquel, apresenta uma redução da tenacidade e faz-se necessária a utilização de processos de soldagem não convencionais, tais como laser e feixe de elétrons [9–11].

Seguindo a tentativa de soldar esses aços sem adição de ligas de níquel, há a utilização dos processos de soldagem no estado sólido. Entre os diversos processos de soldagem no estado sólido, houve a tentativa de soldar os aços com 9 % Ni com o processo de soldagem por atrito linear com mistura [70, 71].

O trabalho da ferramenta de soldagem por atrito linear com mistura, em aço com 9 % Ni gera redução da fração volumétrica de austenita retida na zona misturada. A junta soldada apresenta microestrutura bainítica e uma zona termomecanicamente afetada. A dureza da junta soldada chega a valores de 400 HV 0,5 e apresenta valores de tenacidade aceitáveis [70, 71].

2.3.1.1. Processo de Soldagem por Atrito Linear com Mistura

Em 1991, o *The Welding Institute* (TWI) desenvolveu o processo de soldagem por atrito linear com mistura para junção de ligas de alumínio. Como algumas ligas, série 2xxx e 7xxx, tem problemas de soldabilidade por processos que apresentam fase líquida, o processo de soldagem por atrito linear com mistura ganhou grande importância [72].

O processo de soldagem por atrito linear com mistura é uma técnica de união no estado sólido. A soldagem ocorre pela coalescência das peças a serem unidas devido o trabalho da ferramenta de soldagem [72]. O conceito fundamental da técnica é representado na Figura 2.10.

O processo é constituído por uma ferramenta rotativa não consumível, com um pino e ombro especialmente projetados. O pino da ferramenta é inserido entre as faces das chapas a serem unidas, a ferramenta gira ao redor do seu eixo e movimenta-se longitudinalmente na junta misturando o material das peças [72].

A junção entre as peças ocorre pela deformação plástica gerada pelo trabalho da ferramenta, causando atrito e consequentemente calor. Porém, as temperaturas alcançadas nessa região estão abaixo da temperatura de fusão dos materiais unidos [72].

Figura 2.10. Esquema ilustrativo do processo de soldagem por atrito linear com mistura. Adaptado da referência [73].

A rotação da ferramenta e seu movimento ao longo da junta causam uma assimetria na junta soldada. Assim, divide-se a junta soldada em lado de avanço, lado onde a ferramenta gira no sentido horário, e lado de retrocesso, lado oposto ao lado de avanço, Figura 2.11 [74].

A junta soldada pelo processo de soldagem por atrito linear com mistura é composta por: zona misturada, região onde ocorre a mistura dos materiais causada pela ferramenta; zona termomecanicamente afetada (ZTMA), região a deformação causada pelo fluxo de material na zona misturada; e zona afetada pelo calor (ZAC) [74].

A ampla aplicação e o relativo sucesso do processo de soldagem por atrito linear com mistura em ligas de alumínio, incentivaram estudos de soldabilidade com este processo em outros tipos de materiais, como os aços. Porém, o volume de trabalhos aplicando esse processo em aços era reduzido [75, 76].

Isso ocorreu devido a ferramenta de soldagem não suportar as altas temperaturas e taxas de desgaste que são submetidas. Visto que, não havia materiais que suportavam tais condições, esse processo não teve grande utilização na união de aço e outros materiais duros, como o titânio [77].

Figura 2.11. Regiões da junta soldada por atrito linear. Figura adaptada da referência [74].

Essa limitação da resistência das ferramentas de soldagem, incentivaram novas linhas de financiamento de pesquisas para desenvolver e aprimorar materiais com maior resistência [75–77].

O estudo da soldabilidade em aços tornou-se mais viável quando foram descobertos materiais mais resistentes, como o carboneto de tungstênio (WC) e o nitreto de boro cúbico policristalino (PCBN, em inglês), para fabricação de ferramentas de soldagem [77].

A soldagem por atrito linear com mistura aumenta as propriedades mecânicas das juntas de aço carbono. Isso ocorre devido: a temperatura máxima ser menor, entre as temperaturas A_1 e A_3 ; o trabalho mecânico da ferramenta gerar uma microestrutura refinada; e a microestrutura ser composta de diferentes fases [78].

Assim, com o aumento da vida útil das ferramentas de soldagem e o bom desempenho das juntas soldadas por atrito linear com mistura, os estudos de soldabilidade de aços apresentam excelente oportunidades para novos trabalhos acadêmicos e grandes desenvolvimentos [1,2].

2.3.2. PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS JUNTAS SOLDADAS

O aço com 9 % Ni apresenta alta resistência à tração aliada à alta tenacidade ao entalhe [46]. Este aço não possui temperatura de transição dúctil frágil bem definida, Figura 2.12, apresenta valores de energia absorvida no ensaio Charpy V à - 196 °C superiores a 250 J e os valores de tração podem ultrapassar 1.000 MPa [20, 46]. A quantidade de energia absorvida através do ensaio Charpy V torna-se, pela aplicação deste aço, a principal propriedade mecânica requerida em projeto [3].

Porém, todas essas propriedades mecânicas são alteradas após a soldagem. Isso ocorre devido, como já informado no item anterior, os diversos ciclos térmicos oriundos da soldagem. Todavia, não é todo ciclo térmico que reduz a propriedade mecânica desses aços.

Notam-se na Tabela 2.6 que os valores de energia absorvida no ensaio Charpy V são alterados após a realização da soldagem. Em algumas condições, a soldagem aumenta a energia absorvida em 56 % (CP's com espessura de 7,5 mm) e em 76 % (CP's com espessura de 10,0 mm) quando comparados ao metal de base [3, 39].

Contudo, a soldagem não pode ser classificada como um “mecanismo” de melhoria dessa propriedade mecânica. Para os corpos de prova com espessura de 7,5 mm, que foram soldados com o processo eletrodo revestido, a energia absorvida na ZAC é reduzida em 5 % para o CP com DNR e 31 % para o CP com TR [3, 39]. Assim, a soldagem pode gerar um aumento ou uma diminuição da energia absorvida no ensaio Charpy V.

Para tentar responder essa questão, iniciou-se a realização de diversos ensaios para medir a tenacidade em diferentes regiões da ZAC, pois a ZAC é composta por diversas regiões delimitadas pelas temperaturas máximas alcançadas durante a soldagem [20, 23–27, 54, 66].

Figura 2.12. Temperatura de transição dúctil frágil do aço com 9%Ni sem patamar superior e patamar inferior de energia absorvida no ensaio Charpy bem definido [55].

Tabela 2.6. Energia absorvida em juntas soldadas [3, 39].

Energia Absorvida no Ensaio Charpy V (J)				
Espessura do Corpo de Prova (mm)	7,5		10,0	
Localização do Entalhe	DNR	TR	DNR	TR
Metal de Base	32,0	31,5	32,0	46,0
ZAC ¹	30,5	21,5	75,0	58,5
ZAC ^{1*}	20,0	28,5	-	-
ZAC ²	50,0	47,0	51,5	81,0
ZAC ³	45,5	29,5	-	-

Nota: DNR – Dupla normalização e revenido; TR – Temperado e revenido; *Alívio de tensão de 565 °C e resfriado com 150 °/hora; ¹ Soldado com o processo de soldagem eletrodo revestido; ² Soldado com o processo de soldagem MIG; ³ Alívio de tensão de 565 °C por 2 horas e resfriado ao ar.

Nota-se na Figura 2.13 de uma junta com chanfro em “K”, soldada de ambos os lados e com cinco cordões de solda, a distribuição e a quantidade de regiões reafetadas oriundas da soldagem multipasses. Observa-se na Figura 2.14 um esquema das diversas isotermas e suas classificações em função das temperaturas máximas. Na Tabela 2.7 é informada a classificação das regiões da ZAC em função das temperaturas máximas. Essa diversidade de regiões com

diferentes ciclos térmicos com temperaturas de pico distintas, gera diferentes resultados no ensaio Charpy V [24].

Figura 2.13. Corpo de prova soldado de 9 % de níquel seccionado com a distribuição das isotermas oriundas dos diversos ciclos térmicos de soldagem em uma soldagem multipasse [24].

Figura 2.14. Distribuição e classificação das isotermas do corpo de prova da Figura 2.13 em função das temperaturas. A partir da linha de fusão (F.L.) são apresentadas as diversas secções na ZAC onde serão entalhadas e ensaiadas no ensaio Charpy V. Os cordões de solda estão numerados de 1 a 5 em função da sequência de realização. ZAC de crescimento de grão não alterada (UA CGHAZ), ZAC de crescimento de grão intercrítica (IC CGHAZ*), ZAC de grão fino (FG HAZ), ZAC intercrítica (IC HAZ), ZAC subcrítica (SC HAZ) [24].

Tabela 2.7. Faixa de temperatura que cada região da ZAC da Figura 2.14 alcançou durante a realização da soldagem [24].

Isoterma	Faixa de Temperatura (°C)
ZAC de crescimento de grão não alterada (UA CGHAZ)	TF - 1050
ZAC de crescimento de grão intercrítica (IC CGHAZ*)	695 - 550
ZAC de grão fino (FG HAZ)	1050 - 695
ZAC intercrítica (IC HAZ)	695 - 550
ZAC subcrítica (SC HAZ)	550-450

Nota: TF – Temperatura de fusão do aço com 9% de níquel. * Região localizada dentro da UA CGHAZ.

A tentativa de realizar diversos ensaios, classificados a partir da distância da linha de fusão (L. F.), melhora a identificação de qual região possui a melhor ou a pior quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V [20, 23–27, 54, 66].

Observa-se na Figura 2.15, Figura 2.16, Figura 2.17, Figura 2.18, Figura 2.19 e Figura 2.20 que a região que possui a menor energia absorvida no ensaio Charpy V, a tenacidade por K_{IC} e os valores críticos para CTOD está na região entre a linha de fusão, linha que separa o fim do metal de solda e o início da ZAC, e a distância de 3,0 mm da linha de fusão [20, 23–27, 52, 54, 66].

Na Figura 2.17 e na Figura 2.18 os autores tentam explicar essa modificação da tenacidade pela variação da fração volumétrica de austenita (obtida via difração de raio-X). Porém, a posição de retirada das amostras é transversal à ZAC. Nessa posição existem diferentes ciclos térmicos com microestruturas distintas, com possíveis variações de fração volumétrica e diferentes mecanismos de endurecimento que ocorrem em cada ciclo térmico [26, 27].

Seguindo a tendência de relacionar as propriedades mecânicas com a fração volumétrica de austenita, inicia-se a identificação de quais ciclos térmicos são mais propensos a influenciar essa pseudo-relação. Assim, surgiram alguns trabalhos utilizando o equipamento Gleeble®.

Com a utilização do equipamento Gleeble® para simular fisicamente a ZAC, torna possível mensurar a propriedade mecânica em função do ciclo térmico específico que cada região específica da ZAC possui. Na Tabela 2.8

observam-se os resultados para monociclos simulados em um aço com 9 % Ni que foi temperado e revenido [19].

Nota-se que a energia absorvida no ensaio Charpy V está relacionada diretamente com a temperatura máxima alcançada pelos ciclos térmicos. Quando comparado ao metal de base, os ciclos térmicos com temperatura máxima de 1000 °C e de 1300 °C tiveram uma redução da quantidade de energia absorvida de aproximadamente 47 % e de 66 %, respectivamente. Assim a redução da energia absorvida para o corpo de prova que foi simulado com temperatura de pico de 500 °C de apenas 7 % [55].

Essa alteração de energia absorvida no ensaio Charpy V pode estar relacionado com o tamanho de grão, que segue a mesma tendência do ensaio Charpy V, e apresenta uma tendência de relação com a dureza. Ambos os resultados tornam-se diretamente relacionado com a temperatura máxima alcançado no ciclo térmico simulado [55].

Figura 2.15. Valores de K_c de tenacidade em função da localização da junta soldada do aço ASTM A553 Tipo I [66].

Nota-se na Figura 2.21 que a energia absorvida da ZAC simulada em condição de multipasse, com o primeiro ciclo térmico de temperatura máxima de 1350 °C e o segundo ciclo térmico com temperatura máxima abaixo da temperatura A_{c3} (550 e 650 °C), apresentam uma redução de aproximadamente 58 % entre a amostra com um ciclo térmico e amostra com dois ciclos térmicos [21, 22, 25].

Figura 2.16. Energia absorvida no ensaio Charpy V em função da localização do entalhe na junta soldada. a) junta soldada com o processo TIG. b) junta soldada com o processo de soldagem eletrodo revestido. c) junta soldada com o processo de soldagem arco submerso [20].

Ao analisar as fractografias das superfícies fraturadas dos corpos de prova Charpy V e correlacionar com os devidos ciclos térmicos e a devida microestrutura obtida, observar-se que a microestrutura para ambos os casos é martensítica, Figura 1.1, 2.1 e 3.1 da Figura 2.22. Porém, a microestrutura apresentada da Figura 2.1 possui uma morfologia diferente e é mais refinada quando comparada com as demais.

O contorno do grão da austenita anterior é melhor definido nas Figuras 1.1 e 3.1 da Figura 2.22 e leva a uma possível indicação qualitativa de que o grão da austenita anterior possui maior tamanho para os ciclos térmicos onde as temperaturas de pico foram de 1200 e 1100 °C, condição representada pela Figura 1.1 [21, 22, 25].

Figura 2.17. a) Variação da energia absorvida no ensaio Charpy V em função da localização do entalhe. b) Variação da fração volumétrica de austenita em função da distância a partir da linha de fusão [27].

Figura 2.18. Valor crítico de CTOD em função da distância da linha de fusão [26].

Os casos que apresentam fratura mais frágil, Figura 1.1 e 3.1 da Figura 2.22, apresentam semelhança com o tamanho de grão da austenita anterior. A amostra com fractografia da Figura 2.1, com aparência mais dúctil, possui energia absorvida 50 % maior que os CP's que apresentam uma fractografia com aparência mais frágil [21, 22, 25].

Figura 2.19. Variação da energia absorvida no ensaio Charpy V em função da distância da linha de fusão e em diversas temperaturas [24].

Figura 2.20. Variação da energia absorvida no ensaio Charpy em função da localização do entalhe na junta soldada [52].

Tabela 2.8. Propriedades mecânicas resultantes dos ciclos térmicos simulados no equipamento Gleeble® [55].

Temperatura Máxima do Ciclo Térmico	Energia Absorvida -196 °C (J)	Dureza (HV 0,2)	Tamanho de Grão (ASTM)	Fração Volumétrica Austenita Retida (%)
1300 °C	38	353	4~5	2,9
1000 °C	59	367	11~12	Não definido
500 °C	104	255	9	3,9
Metal de Base	112	256	9	9,4

Figura 2.21. Energia absorvida no ensaio Charpy V em função das temperaturas máximas do ciclo térmico utilizado [22].

Figura 2.22. Relação entre as temperaturas máximas obtidas nos ciclos térmicos teóricos, sua microestrutura e a fractografia dos corpos de prova Charpy V [21, 22, 25].

Observa-se que tanto os monociclos quanto os ciclos duplos exibem uma redução na energia obtida durante o ensaio Charpy V. No caso da simulação física de ciclos térmicos duplos, não somente os ciclos térmicos com temperaturas acima de 1000 °C reduzem essa propriedade mecânica. Os ciclos térmicos com temperaturas máximas abaixo da temperatura A_{C3} também mostram-se redutores dessa propriedade mecânica [21, 22, 25, 55].

2.3.3. MECANISMOS DE FRAGILIZAÇÃO EM JUNTAS SOLDADAS

A partir da década de 1960 o aço com 9 % de níquel é indicado para ser soldado, por diversas normas de construção de vasos de pressão, utilizando consumíveis a base de níquel. Entre as diversas ligas existentes, a mais comum é a liga de Inconel 625® [3, 40, 41].

A utilização de ligas a base de níquel na soldagem de juntas do aço com 9 % Ni geram um alto custo na fabricação de estruturas e equipamentos. Tentando reduzir tais custos, há uma motivação industrial em tentar desenvolver consumíveis específicos para tais tipos de aço [3, 44, 79].

A iniciativa de desenvolvimento de consumíveis de soldagem específicos para a soldagem de aços com 9 % Ni, ou com melhor desempenho em condições em temperaturas negativas, conduziu a trabalhos onde torna-se visível a alteração das propriedades mecânicas pela relação entre a quantidade dos elementos de liga manganês e níquel [80–83].

Nos trabalhos de EVANS [83] e ZHANG e FARRAR [84] foi desenvolvido um gráfico, Figura 2.23, que correlaciona a quantidade de manganês e níquel com a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V à -50 °C para metais de solda de aços ferríticos. Essa relação leva a conclusão que a relação desses elementos químicos interfere na quantidade de energia absorvida.

A explicação do porquê a relação de manganês e níquel altera o valor de energia absorvida está nas transformações de fase que geram microestruturas mais resistentes [83, 84].

Seguindo os trabalhos de EVANS [83] e ZHANG e FARRAR [84], o autor KEEHAN *et al.* [85–89] realizou uma série de trabalhos tentando desenvolver um consumível para a soldagem específica dos aços com 9 % de níquel. Nos trabalhos de KEEHAN *et al.* [85–89], juntamente com novos ensaios mecânicos e com o auxílio de redes neurais, foi ampliando o gráfico da Figura 2.23 para quantidade de níquel que englobam os aços com 9 % de Ni.

Nota-se na Figura 2.24, para temperatura de - 40 e - 60 °C, a relação entre a quantidade de manganês e níquel e sua influência sobre a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V para metais de solda utilizados na soldagem do aço 9 % Ni. Observa-se que a relação entre os principais elementos de liga nos aços com 9 % de Ni não geram energias absorvidas similares às que são encontradas no metal de base [85–89].

Entre as conclusões que os autores chegam, destacam-se: a segregação de níquel e manganês nas regiões interdendríticas pode levar a uma maior fração volumétrica de martensita nessas regiões e mais bainita em regiões centrais; aumento da fração volumétrica de bainita coalescida como redutora da tenacidade; refino de grão melhorando a tenacidade nas amostras com 0,5 % de Mn [85–89].

Figura 2.23. Relação entre a quantidade de manganês e níquel na quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V em -50 °C [83, 84].

Essa relação entre manganês e níquel também é observada para chapa de aço, onde foram mantidas as quantidades de manganês constante e alteradas as quantidades de níquel. Na Tabela 2.9 observam-se as composições químicas das chapas fundidas, forjadas em 1100 °C e normalizadas em 900 °C por 30 minutos [90].

Na Figura 2.25 nota-se que independente da energia de soldagem utilizada, conforme aumenta a quantidade de níquel na composição química do aço reduz a quantidade de energia absorvida. Esse comportamento vem corroborar os estudos realizados por KEEHAN *et al.* [85–89] e demonstra a importância de realizar um devido ajuste na composição química da liga [90]. Para tais condições estudadas, esse comportamento segue as explicações de EVANS [83], ZHANG e FARRAR [84] o KEEHAN *et al.* [85–89].

Os diversos estudos em desenvolvimento de consumíveis e de alguns tipos de aços ligados ao níquel, indicam que possivelmente o responsável pela redução da tenacidade nos aços com 9 % de níquel seja a relação entre os elementos químicos manganês e níquel [79–90].

Figura 2.24. Relação entre a quantidade de manganês e níquel e sua influência sobre a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V para metais de solda utilizados na soldagem do aço 9% Ni. a) Temperatura do ensaio Charpy V à -60 °C. b) Temperatura do ensaio Charpy V à -40 °C [85–89].

Porém, o trabalho de NAKO *et. al* [91] apresenta resultados que contrariam a ideia da redução da tenacidade, de metais de solda para aços com 9 % Ni, pela relação entre Mn e Ni. Os valores de energia absorvida obtidos chegam a 233 J para as amostras soldadas com energia de 3,0 kJ/mm, Tabela 2.10.

Os excelentes valores de energia absorvida são justificados devido a microestrutura mista de martensita e bainita da zona reaquecida entre cordões; a zona reaquecida tem uma redução do tamanho do grão da austenita anterior; possui alta taxa de nucleação dos blocos e pacotes nos contornos de grão da austenita anterior; e os contornos de grão da austenita anterior, na zona reaquecida, tiveram menor relação com a segregação do Ni [91].

A possível fragilização por contaminação do contorno de grão com outro elemento químico tal como o fósforo, poderia gerar essa divergência na redução da tenacidade ao entalhe pela relação entre os elementos químicos Mn e Ni.

Para os sistemas Fe-P, Fe-P-Mn, Fe-P-Mo e Fe-P-W, em 300 horas de tratamento térmico a 500 °C, ocorre a segregação dos elementos P, Mo e W no contorno de grão. Na temperatura de 550 °C ocorre a segregação máxima de Mn no contorno de grão [92].

Tabela 2.9. Composição química dos aços soldados [90].

Composição Química das Diversas Amostras Soldadas (%)							
Amostra	C	Si	Mn	P	S	Ni	Fe
1	0,149	0,30	0,51	0,028	0,032	0,99	Balanceado
2	0,151	0,30	0,50	0,024	0,034	2,05	Balanceado
3	0,150	0,29	0,53	0,025	0,031	2,90	Balanceado
4	0,152	0,28	0,52	0,029	0,035	4,10	Balanceado
5	0,150	0,29	0,51	0,023	0,034	5,20	Balanceado

Tabela 2.10. Resultados de energia absorvida no ensaio Charpy V à – 196°C em função das variáveis adotadas para o consumível desenvolvido no trabalho de NAKO et. al [91].

Amostra		Taxa de Deposição (g/min)	Energia de Soldagem (kJ/mm)	Número de camada de solda	Energia Absorvida no Charpy (J)
A12		12	1,3	2	211
A15		15	3,0	3	233
A25		25	4,3	3	188
A35		35	5,1	3	117
A40	1° e 2° camadas	22	4,8	3	60
	3° camada	40		3	

Seguindo os sistemas de liga Fe-P-Mn, Fe-P-Mo e Fe-P-W, nos primeiros estágios do tratamento térmico, o fósforo apresenta maior segregação no contorno de grão quando comparado com os elementos químicos Mn, Mo e W [92].

Essa condição é confirmada no trabalho de MABUCHI et. al [93], que utilizou uma liga com 5 % de Ni e detectou que após 7200 segundos em 450 °C, a quantidade de fósforo no contorno de grão apresenta uma tendência de aumentar. A partir deste tempo, a quantidade dos elementos químicos Mn, Ni, N e Si exibem uma tendência de aumentar enquanto o fósforo tende a reduzir.

Figura 2.25. Influência da quantidade de níquel na relação entre a energia absorvida no ensaio Charpy V e a energia de soldagem [90].

A fragilização de contorno de grão pelo fósforo também é iniciada em temperaturas acima da temperatura A_3 . Essa microsegregação é intensificada pelo Mn e Ni que aumentam o coeficiente de difusão do P na austenita, associada a baixa solubilidade do P na austenita, conforme esquema da Figura 2.26 [94].

Durante um ciclo de resfriamento, o P tende a segregar nos contornos de grão onde posteriormente poderá ser formada a ferrita como produto da decomposição da austenita. Como o P possui maior solubilidade na ferrita, quando comparado com a austenita, o efeito de fragilização pelo fósforo é

amenizado. Porém, uma parte do fósforo ainda fica microsegregado no contorno de grão [94].

A precipitação de ferrita nos contornos de grão dissolve o fosforo segregado nos contornos de grão da austenita. Desta forma, o feito da fragilização é reduzido nos contorno de grão da austenita, conforme Figura 2.27 [94].

Figura 2.26. Esquema da etapa de microsegregação de fósforo no contorno de grão da austenita.

A precipitação da ferrita no contorno de grão da austenita produz um outro efeito. Como a solubilidade do carbono na ferrita é reduzida, a austenita remanescente torna-se enriquecida em carbono, reduzindo a temperatura de início de transformação martensítica (M_s) conforme Figura 2.27 [95].

O resfriamento da austenita metaestável remanescente até a temperatura ambiente transforma essa austenita em martensita e austenita retida, mantendo a segregação de fósforo no contorno de grão da austenita anterior, conforme esquema da Figura 2.28.

No reaquecimento podem aparecer dois outros mecanismos de fragilização, como a formação do microconstituente martensita-austenita (MA) [22] e ou a precipitação de carbonetos de ferro entre os pacotes, blocos e sub-blocos de martensita [28].

Nota-se na Figura 2.29 a decomposição da austenita retida, localizada nos contornos dos pacotes, blocos e sub-blocos martensíticos, em carbonetos de ferro e microconstituente martensita-austenita.

Figura 2.27. Esquema da etapa de precipitação de ferrita nos contornos de grão da austenita com microsegregação de fósforo e a difusão do carbono para a austenita.

Figura 2.28. Esquema da formação dos pacotes, blocos e sub-blocos martensíticos, com ferrita e os contornos de grão da austenita anterior com microsegregação de fósforo.

A formação de carbonetos de ferro ocorre em paraequilíbrio nos contornos entre os pacotes, blocos e sub-blocos martensíticos. Para tamanhos de sub-blocos martensíticos entre $1,0\ \mu\text{m}$ e $0,5\ \mu\text{m}$, o crescimento de carboneto em paraequilíbrio não apresenta diferenças em simulações feitas por DICTRA [96].

Figura 2.29. Esquema da decomposição da austenita retida (a) em carboneto de ferro (b), microconstituente-martensita-austenita (c) e a microestrutura final entre os pacotes, blocos e sub-blocos martensíticos (d).

Durante ciclos térmicos curtos na faixa de temperatura intercrítica, a cinética de formação da austenita é controlada pela difusividade do carbono em paraequilíbrio. Durante esse tempo, um paraequilíbrio é estabelecido entre a ferrita e a austenita. Após esse período, durante um resfriamento rápido até 400°C , ocorre um crescimento ferrítico e posteriormente uma transformação bainítica pela redistribuição do carbono. Durante ciclos de resfriamento pode ocorrer uma transformação martensítica e decomposição da austenita retida, Figura 2.30 [96].

Figura 2.30. Esquema de um diagrama tempo e temperatura para transformações de fase em aços baixa liga. Modificado da referência [96].

Os aços com 9 % de níquel são conhecidos por apresentarem boa tenacidade ao entalhe em condições criogênicas, em especial em temperaturas de $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$. Esta afirmação é sempre associada à fração volumétrica de austenita retida, porém há fortes indícios que este mecanismo não seja o único que está presente nesses aços.

3. OBJETIVOS.

Os objetivos deste trabalho são:

1. Identificar se a fragilização em temperatura abaixo da temperatura Ac_3 ocorre para corpos de prova simulados fisicamente com dois e três ciclos térmicos.
2. Analisar as características da junta soldada pelo processo de soldagem por atrito linear com mistura e os efeitos da soldagem com duplo passe.
3. Analisar a influência dos passes de enchimento e acabamento sobre o comportamento mecânico da ZAC da raiz de uma junta soldada pelo processo de soldagem MIG.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. METAL DE BASE

Foi utilizada uma chapa de aço carbono ligado ao níquel classificada, como ASTM A553 Tipo I com dimensões de 11,5 mm de espessura, 200,0 mm de largura e 300,0 mm de comprimento para a simulação física da ZAC e duas chapas com dimensões de 11,5 mm de espessura, 300,0 mm de largura e 500,0 mm de comprimento para a soldagem. O aço com 9,0 % Ni utilizado foi tratado termicamente via tratamento QLT. As chapas utilizadas neste trabalho foram doadas pela empresa Praxair Inc. White Martins®.

O tratamento de têmpera identificado pela letra “Q”, teve temperatura máxima de 800 °C, tempo de patamar de 10 minutos e resfriado em água; o tratamento térmico de têmpera na faixa de temperatura subcrítica identificado pela letra “L” teve como temperatura máxima 660 °C, tempo de patamar de 10 minutos e resfriado em água; o tratamento térmico de revenimento identificado pela letra “T” teve temperatura máxima de 580 °C, tempo de patamar de 38 minutos e resfriado ao ar. Toda sequência de tratamento térmico que foi executado pelo fabricante da chapa está simplificado na Tabela 4.1. Na Tabela 4.2 e na Tabela 4.3 notam-se a composição química e as propriedades mecânicas do metal de base utilizado neste trabalho.

Tabela 4.1. Parâmetros do tratamento térmico executado na chapa de aço ASTM A553 Tipo I utilizado no trabalho.

Tipo de Tratamento Térmico	Temperatura Máxima (°C)	Tempo de Patamar (minutos)	Meio de Resfriamento
Têmpera "Q"	800	10	Água
Têmpera Subcrítica "L"	660	10	Água
Revenimento "T"	580	38	Ao ar

Tabela 4.2. Composição química do aço ASTM A553 Tipo I utilizado comparado com o descrito no certificado e o exigido pela norma de classificação do mesmo.

Análise Química (%)			
Elemento Químico	Resultado da Análise	Certificado da Chapa	Norma ASTM A553 Tipo I
C	0,080	0,049	0,13 (máx)
Mn	0,728	0,730	0,90 (máx)
Si	0,351	0,330	0,15-0,40
P	0,006	0,002	0,015 (máx)
S	0,003	0,001	0,015 (máx)
Cr	0,016	0,016	-
Ni	9,398	8,720	8,5 - 9,5
Mo	0,002	0,003	-
Al	0,034	0,031	-
Cu	0,015	0,017	-
Ti	0,001	0,002	-
V	0,004	0,003	-
Nb	0,004	0,002	-
O*	0,002	-	-
N*	0,0033	0,004	-
B	-	0,0003	-

Nota: Temperatura ambiente de 23°C; Umidade ambiente de 30% (espectrometria Óptica); *Umidade ambiente de 38% (espectrometria gasosa).

Tabela 4.3. Propriedades mecânicas do aço ASTM A553 Tipo I utilizado.

Propriedade Mecânica	Longitudinal	Transversal
Limite de Escoamento (MPa)	665	681
Limite de Resistência (MPa)	737	750
Alongamento (%)	28,7	26,9
*Charpy (J) -196°C (10x7,5)	174	181
CP1	180	183
CP2	183	190
CP3	158	170
Expansão Lateral (mm)	1,95	2,06
CP1	2,02	2,04
CP2	1,98	2,16
CP3	1,85	1,97

Nota: * Tamanho dos corpos de prova reduzidos segundo a norma ASTM A370. Dimensão de 10,0 mm por 7,5 mm.

4.2. DILATOMETRIA

Foi utilizado um dilatômetro da marca BÄHR-Thermoanalyse®, modelo DIL805®, para identificação das temperaturas de transformação Ac_1 , Ac_3 , transformação inicial da martensita (M_s) e da transformação final da martensita (M_f) do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP. Foram realizados dois ensaios para detectar as temperaturas de interesse, utilizando o mesmo metal de base dos demais experimentos, cada corpo de prova possuía 4,0 mm de diâmetro e 10,0 mm de comprimento. A taxa de aquecimento e resfriamento utilizada foi de 20 °C/s. Os resultados individuais com as devidas temperaturas estão na Tabela 4.4.

Tabela 4.4. Principais temperaturas de transformação identificadas por dilatométrica.

Ponto de Interesse	Temperatura (°C)
Ac_3	723
Ac_1	590
M_s	394
M_f	166

Nota: Taxa de aquecimento e resfriamento de 20 °C/s.

4.3. SIMULAÇÃO FÍSICA DA ZONA AFETADA PELO CALOR

4.3.1. PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os corpos de prova para realização da simulação física da zona afetada pelo calor (ZAC) foram retirados da chapa do aço ASTM A553 Tipo I, conforme Figura 4.1. Os corpos de prova foram usinados com a dimensão padrão de 10,0 X 10,0 X 80,0 mm, Figura 4.2, e essa dimensão foi escolhida devido à espessura da chapa utilizada ser de 11,5 mm.

A realização das simulações físicas da zona afetada pelo calor, o monitoramento e aquisição dos dados foram realizados em um equipamento Gleeble® modelo 3800®. Todas as simulações dos ciclos térmicos foram

realizadas na The Ohio State University. Foi empregado um termopar tipo K, com um diâmetro de 0,2 mm localizado na região central do corpo de prova, para controlar a realização dos ciclos térmicos simulados.

Figura 4.1. Localização da retirada dos corpos de prova para simulação física da zona afetada pelo calor na chapa de aço ASTM A553 Tipo I.

Figura 4.2. Dimensões do corpo de prova utilizado na simulação física da ZAC utilizados equipamento Gleeble® e a indicação da direção de laminação (seta).

4.3.2. DESENVOLVIMENTO DOS CICLOS TÉRMICOS TEÓRICOS

A primeira etapa realizada consistiu em obter os parâmetros de soldagem que serão utilizados. Os ciclos térmicos teóricos deste trabalho foram

desenvolvidos a partir de um procedimento de soldagem real, os parâmetros de soldagem utilizados estão descritos na Tabela 4.5.

Tabela 4.5. Parâmetros de soldagem utilizados para confecção dos ciclos térmicos simulados.

Camada	1	2	3
Passe	Raiz	1° Cordão de Solda de Enchimento	2° Cordão de Solda de Enchimento
Corrente (A)	121,0	160,0	160,0
Tensão (V)	13,0	13,0	13,0
Velocidade de Soldagem (mm/s)	0,51	1,76	1,76
Eficiência	0,5*		
Processo de Soldagem	TIG		
Energia de Soldagem (J/mm)	1233,7	590,9	590,9

Nota: Nota: 1) Temperatura de Pré Aquecimento igual a 25 °C; 2) Temperatura Interpasse é menor ou igual a 150 °C; * Baseado na referência [97].

A segunda etapa foi definir qual a temperatura máxima seria utilizada para cada ciclo térmico teórico. Para tal, foi utilizada a série de trabalhos JANG, J.-I. *et al.* [21–27] para servir como referência das temperaturas de pico que foram simuladas. Dentre os diversos trabalhos analisados, esses artigos mostram uma fragilização entre 550 e 650 °C quando submetidos ao ensaio Charpy V em temperaturas de - 196 °C.

Sendo assim, com o objetivo de analisar se ocorre tal fragilização nas temperaturas utilizadas por JANG, J.-I. *et al.* [21–27] e se essa fragilização continua sendo evidente para três ciclos térmicos, houve a necessidade de realizar uma verificação para identificar se existem tais temperaturas ou temperaturas próximas para os parâmetros de soldagem que foram utilizados na simulação física da ZAC e expostos na Tabela 4.5.

As temperaturas máximas dos ciclos térmicos foram identificadas através da equação 01, utilizando uma macrografia de junta soldado com os parâmetros da Tabela 4.5. A temperatura de pico do primeiro ciclo térmico foi pré-determinada em 1.250 °C por estar dentro da faixa de temperatura máxima que o termopar tipo K pode trabalhar. Esse termopar foi utilizado no equipamento Gleeble®.

Na Tabela 4.6 observa-se a temperatura máxima de cada ciclo térmico utilizada neste trabalho e as que foram utilizadas por JANG, *et al.* [22].

Após identificar as temperaturas máximas de cada ciclo térmico, foi proposta a configuração dos ciclos térmicos que seriam executados no simulador físico Gleeble®. Observam-se na Tabela 4.7 os ciclos térmicos utilizados com as devidas temperaturas máximas.

$$\frac{1}{T_p - T_0} = \frac{\sqrt{2\pi e \rho C h y}}{E} + \frac{1}{T_m - T_0} \quad (01)$$

Onde:

T₀: Temperatura inicial (°C).

T_p: Temperatura de pico (°C).

T_m: Temperatura de fusão do aço (°C).

e: 2,718

ρC: Calor específico por volume (J/mm³.°C).

h: Espessura da chapa (mm).

Y: Localização da temperatura máxima (mm).

A terceira etapa e última é montar os ciclos térmicos. Após ser definida a temperatura máxima de cada ciclo térmico e decidir quantos ciclos térmicos serão simulados, há a necessidade de calcular o tempo de resfriamento de cada ciclo térmico, para tal foram utilizadas as equações 02 e 03 para a construção dos ciclos térmicos teóricos [97].

Tabela 4.6. Temperaturas máximas de cada ciclo térmico utilizada neste trabalho e as que foram utilizadas por Jang, J., I., et al. [22].

Temperatura Máxima de Cada Ciclo Térmico (°C)	
Utilizadas Neste Trabalho	Adotada pela Ref. [22]
1250	1350
985	1200
825	1100
685	1000
580	800
560	650
400	550
-	27

Tabela 4.7. Temperatura máxima de cada ciclo térmico utilizado e sua configuração.

1° Ciclo Térmico (°C)	2° Ciclo Térmico (°C)	3° Ciclo Térmico (°C)
1250	-	-
	985	-
	985	580
	825	-
	825	530
	685	-
	560	-
	400	-

$$\Delta t_{8-5} = \frac{q/v}{2\pi\lambda\theta_1} \quad (02)$$

$$\frac{1}{\theta_1} = \left(\frac{1}{T_f - T_0} - \frac{1}{T_i - T_0} \right) \quad (03)$$

Onde:

q: Potência do arco elétrico (W). Produto do valor médio da tensão e da corrente de soldagem.

v: Velocidade de soldagem (mm/s).

λ : Condutividade térmica (J/mm.s.K)

θ_1 : Diferença de temperatura (K).

T_0 : Temperatura inicial (K).

T_f : Temperatura mínima ou final (K).

T_i : Temperatura máxima ou inicial (K).

OBS: para um ciclo de soldagem, o importante é o resfriamento, portanto para o cálculo de ΔT_{12-8} a T_0 é 298K, o T_f é 1073K e o T_i é 1473K.

Os ciclos térmicos foram montados conforme a Figura 4.3, primeiramente foi calculado o ΔT entre a temperatura de pico de 1250 °C e 1200 °C, depois foi calculado o ΔT entre a temperatura de 1200 °C e 800 °C, depois foi calculado o ΔT entre 800 °C e 500 °C, seguido pelo ΔT entre 500 °C e 300 °C e por último o ΔT entre 300 °C e 120 °C. Na Tabela 4.8 são descritos os devidos conjuntos de multiciclos realizados e as identificações dos corpos de prova.

Tabela 4.8. Temperatura máxima para cada ciclo térmico e a identificação de cada experimento.

1° Ciclo Térmico (°C)	2° Ciclo Térmico (°C)	3° Ciclo Térmico (°C)	Identificação de Cada Experimento
1250	-	-	CP1
	985	-	CP2
	985	580	CP3
	825	-	CP4
	825	530	CP5
	685	-	CP6
	560	-	CP7
	400	-	CP8

Figura 4.3. Esquema da montagem dos ciclos térmicos teóricos de soldagem. Adaptado da ref. [22].

4.4. TRATAMENTO TÉRMICO

Foram realizados uma série de tratamentos térmicos no metal de base ASTM A553 Tipo I. As temperaturas escolhidas estão relacionadas com os resultados do ensaio Charpy V dos experimentos da Gleeble®. Entre esses resultados, foram escolhidas as temperaturas que tiveram as menores energias absorvidas e são os experimentos que tiveram a temperatura máxima do segundo ciclo térmico abaixo da temperatura A_{c3} (723 °C).

O tratamento térmico foi dividido em duas etapas. A primeira etapa deve responder qual o tempo que gera a maior fração volumétrica de austenita retida. A segunda etapa é replicar os tratamentos térmicos nas condições que apresentam a maior e a menor quantidade austenita retida e executar o ensaio de Charpy V à - 196 °C.

A Tabela 4.9 apresenta a identificação de cada experimento e a divisão entre temperatura e tempo analisado. Todos os experimentos foram tratados a 1250 °C em função do tempo. Posteriormente foram executados tratamentos em temperaturas de 685 °C, 560 °C e 400 °C em função do tempo.

O resfriamento de todas as amostras foi realizado em água com temperatura média de 18 °C e com agitação da peça no meio. Todas as amostras seguiram a recomendação de uma hora por 25,4 mm para o tempo de encharque. Devido a espessura analisada ser de 11,5 mm, o tempo de encharque foi de 27 min.

A dimensão de cada amostra da primeira etapa foi de 30,0 mm de largura, 20,0 mm de comprimento e 11,5 mm de espessura. A direção de laminação está com 20,0 mm e foi adotado como comprimento. Todas as análises realizadas foram feitas no meia da espessura e no centro das demais dimensões, afim de evitar a região oxidada. A direção adotada para a análise foi a transversal ao sentido de laminação.

A segunda etapa do tratamento térmico utilizou amostras com dimensão de 120,0 mm de largura, 100,0 mm de comprimento e 11,5 mm de espessura. A

direção de laminação está com 100,0 mm e foi adotada como comprimento. As demais condições foram mantidas iguais da primeira etapa.

Tabela 4.9. Temperaturas e tempos adotados nos tratamentos térmicos.

Primeiro Tratamento Térmico		Segundo Tratamento Térmico		Identificação do Experimento
Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	
1250	6	-	-	1250/6
		685	6	1250/6+685/6
			60	1250/6+685/60
			600	1250/6+685/600
		560	6	1250/6+560/6
			60	1250/6+560/60
			600	1250/6+560/600
		400	6	1250/6+400/6
			60	1250/6+400/60
			600	1250/6+400/600
	60	-	-	1250/60
		685	6	1250/60+685/6
			60	1250/60+685/60
			600	1250/60+685/600
		560	6	1250/60+560/6
			60	1250/60+560/60
			600	1250/60+560/600
		400	6	1250/60+400/6
			60	1250/60+400/60
			600	1250/60+400/600
	600	-	-	1250/600
		685	6	1250/600+685/6
			60	1250/600+685/60
			600	1250/600+685/600
		560	6	1250/600+560/6
			60	1250/600+560/60
			600	1250/600+560/600
		400	6	1250/600+400/6
			60	1250/600+400/60
			600	1250/600+400/600

4.5. SOLDAGEM DOS CORPOS DE PROVA

Foram utilizadas duas chapas de aço ASTM A553 Tipo I com dimensões de 11,5 mm de espessura, 300,0 mm de largura e 500,0 mm de comprimento para a soldagem de um corpo de prova. As dimensões do chanfro utilizado são descritas na Figura 4.4.

Figura 4.4. Dimensão do chanfro utilizado na soldagem.

4.5.1. PROCEDIMENTO DE SOLDAGEM

A soldagem do corpo de prova teve como objetivo analisar a influência dos passes de enchimento e acabamento sobre a zona afetada pelo calor do passe de raiz. Para tal, os cordões de solda tiveram diferentes comprimentos e foram escalonados por camadas. Como a junta foi preenchida por três camadas, o corpo de prova foi dividido em três partes iguais de 150,0 mm, descartando 25,0 mm no início e 25,0 mm no fim da soldagem.

O cordão de solda da raiz, primeira camada, teve o comprimento total da chapa utilizada (500,0 mm). O passe de enchimento, segunda camada, começou a partir de 175,0 mm do início do passe de raiz e teve comprimento de 325,0 mm. Os dois passes de acabamento, terceira e última camada, começaram depois de 150,0 mm do início da segunda camada e tiveram comprimento 175,0 mm. Na Figura 4.5 nota-se a distribuição das camadas de solda e a sequência de soldagem.

O processo de soldagem adotado foi o MIG com transferência metálica pulsada, utilizando o equipamento Kemppi® Pro Evolution 5200® com painel MXE®. A soldagem foi mecanizada, utilizando-se uma tocha reta. O corpo de prova foi soldado na posição plana e foi utilizado cobre junta metálico de cobre.

Figura 4.5. Esquema da sequência da soldagem do corpo de prova. a) junta antes de ser soldada. b) junta soldada apenas com o passe de raiz. c) junta soldada com o passe de raiz e o passe de enchimento. d) junta toda completa, com o passe de raiz, o passe de enchimento e os dois passes de acabamento.

4.5.2. PARÂMETROS DE SOLDAGEM UTILIZADOS

A junta soldada foi preenchida em três camadas e quatro cordões de solda. Somente a última camada, camada de acabamento, teve dois cordões de solda. Os parâmetros de soldagem utilizados são descritos na Tabela 4.10.

A soldagem teve os parâmetros de corrente e tensão monitorados pelo sistema de aquisição de dados de soldagem SAT V.30s da empresa IMC®. Na Figura 4.6 e na Figura 4.7 observam-se os gráficos de tensão e corrente utilizados no passe de raiz e nos passes de enchimento e acabamento, respectivamente, obtidos durante a soldagem dos corpos de prova.

O gás de proteção utilizado foi uma mistura comercial de gases inertes com 75 % argônio e 25 % de hélio. A vazão do gás de proteção foi controlada por meio de um fluxômetro direto no bocal da tocha e foi utilizado 20 l/min. A

distância do bico de contato e a peça utilizada foi de 22,0 mm. A frequência de pulsação utilizada foi de 30 Hz. A temperatura de inicial de soldagem foi de 37 °C e a temperatura interpasse foi menor que 150 °C.

Tabela 4.10. Parâmetros de soldagem médios utilizados na soldagem do experimento e monitorados com o sistema de aquisição de dados de soldagem SAT V.30s da empresa IMC®.

Camada	Cordão de Solda	Tensão (V)	Corrente (A)	Velocidade de Soldagem (mm/s)	Eficiência	Energia de Soldagem (kJ/mm)
1°	Passe de Raiz	26,4	185,9	4,22	0,8*	0,93
2°	Passe de Enchimento	34,2	263,8	6,46		1,12
3°	Primeiro Passe de Acabamento	34,6	212,9	4,53		1,30
3°	Segundo Passe de Acabamento	34,3	230,1	4,53		1,39

Nota: * baseado na referência [97].

Figura 4.6. Curva de tensão e corrente obtida durante a soldagem do passe de raiz com o sistema de aquisição de dados de soldagem SAT V.30s da empresa IMC®.

Figura 4.7. Curva de tensão e corrente obtida durante a soldagem dos passes de enchimento e acabamento com o sistema de aquisição de dados de soldagem SAT V.30s da empresa IMC®.

4.5.3. CONSUMÍVEIS DE SOLDAGEM UTILIZADOS

A soldagem do corpo de prova seguiu a especificação da norma Petrobras N133 Revisão K, que indica o consumível ER NiCrMo-3, comercialmente conhecido como Inconel 625®, classificado pela norma AWS 5.14 para a soldagem dos aços com 9 % níquel. O consumível possuía diâmetro de 1,2 mm e era um arame maciço. Observam-se na Tabela 4.11 e na Tabela 4.12 a composição química e as propriedades mecânicas do arame sólido utilizado na soldagem do corpo de prova.

Tabela 4.11. Composição química do arame sólido utilizado como metal de adição (ER NiCrMo-3) na soldagem do corpo de prova.

Elemento Químico (%)	Certificado do Consumível	Especificação
C	0,02	<0,030
Si	0,2	0,2
Mn	0,2	0,2
P	0,009	<0,015
S	0,007	<0,010
Cr	22	22
Ni	60	>60
Mo	9	9
Fe	0,5	<1,0
Nb	3,4	3,5
Ti	0,2	0,2

Nota: Análise executada com o processo de soldagem MIG utilizando argônio como gás de proteção.

Tabela 4.12. Propriedade mecânica do arame sólido utilizado como metal de adição (ER NiCrMo-3) na soldagem do corpo de prova.

Temperatura (°C)	20	-196
Limite de Escoamento (MPa)	430	-
Resistência a Tração	670	-
Alongamento (%)	42	-
Dureza Vickers (HV10)	220	-
Energia Absorvida no Ensaio Charpy V (J)	150	70

Nota: Análise executada com o processo de soldagem MIG utilizando argônio como gás de proteção.

4.5.4. IDENTIFICAÇÃO DOS EXPERIMENTOS

Os experimentos foram divididos em função da quantidade de camadas de solda. O corpo de prova identificado como MIG 1 possui apenas o passe de raiz, o MIG 2 possui o passe de raiz mais o passe de enchimento e o MIG 3 é a junta toda completa com três camadas e quatro cordões de solda. Nota-se na Figura 4.8 a identificação de cada corpo de prova em função da quantidade de cordões de solda executado.

Figura 4.8. Identificação dos corpos de prova soldados em função da quantidade de camadas e passes de solda executados.

4.6. SOLDAGEM POR ATRITO LINEAR COM MISTURA

Foram utilizadas duas chapas do aço ASTM A553 Tipo I (9 % Ni) com dimensões de 11,5 mm de espessura, 120,0 mm de largura e 250,0 mm de comprimento para a soldagem por atrito linear com mistura. O chanfro utilizado foi reto sem abertura.

As chapas tiveram ambas superfícies usinadas até a espessura de 11,0 mm para melhorar sua planicidade. Foram soldados dois corpos de prova com os mesmos parâmetros de soldagem. O primeiro corpo de prova só foi executado um cordão, no segundo corpo de prova foram executados dois

passos, um em cada lado do chanfro com os mesmos parâmetros de soldagem.

As amostras foram soldadas em um equipamento exclusivo para soldagem por atrito linear com mistura da marca Esab® e modelo Legio 5®. Esse equipamento permite o controle da ferramenta por controle de posição ou por controle de força. O primeiro, controla-se a penetração do pino da ferramenta na amostra em relação à superfície da amostra (posição da ferramenta no eixo z). O segundo, controla-se a força que a ferramenta é introduzida na amostra.

A soldagem por atrito linear com mistura utilizou uma ferramenta de composto de nitreto de boro cúbico policristalino (PCBN, em inglês). O ombro da ferramenta era convexo com diâmetro de 25,0 mm e comprimento do pino de 5,7 mm, Figura 4.9.

Os parâmetros utilizados foram: rotação de 400 RPM; $31,4 \pm 0,5$ kN de força em Z; 60 mm/min de velocidade de soldagem; 6,0 mm de controle de posição da ferramenta; “Dwell Time” de 3,2 s; resfriamento do *anvil* (*cobre junta*) com água na temperatura de 10 °C e vazão de 46 l/min; a ferramenta foi protegida com 100 % Ar e vazão de 20 l/min; e os cordões de solda foram executados paralelos a direção de laminação.

Todos os parâmetros de entrada foram definidos e mantidos ao longo da soldagem das amostras, como: os materiais a serem soldados, o tipo de junta, a espessura das chapas, a ferramenta de PCBN, a velocidade de soldagem, velocidade de rotação da ferramenta e o controle de posição da ferramenta. A única variável foi a quantidade de passos que foram executados.

Figura 4.9. Esquema da ferramenta de composto de nitreto de boro cúbico policristalino utilizada na soldagem. Modificado da referência [98].

4.7. ENSAIOS REALIZADOS

4.7.1. ENSAIO DE IMPACTO CHARPY “V”

O ensaio de impacto Charpy “V” foi realizado no equipamento da marca Tinus Olsen IT 406® com capacidade de 406 J e com incerteza da medição igual a mais ou menos ($\pm$) 0,2 J. O entalhe em “V” foi feito por usinagem com brochadeira com ângulo de 45 ° e raio de 0,25 mm.

Este ensaio foi executado nos corpos de prova simulados no equipamento Gleeble®, nos corpos de prova de tratamento térmico, nos corpos de prova soldados por MIG e soldados por atrito linear com mistura. Em todos os experimentos, o entalhe sempre foi posicionado transversal a laminação. Observa-se na Tabela 4.13 a quantidade de ensaios realizados em cada série de experimentos.

Na junta soldada por MIG, foi executado o ensaio apenas na zona afetada pelo calor do passe de raiz (ZAC). Na junta soldada por atrito linear com mistura, o ensaio foi realizado apenas na região misturada de cada experimento.

A temperatura em que os ensaios foram realizados foi de - 196 °C. Os corpos de prova foram preparados conforme a norma ASTM A370 e possuíam a dimensão reduzida de 2,5 mm X 10,0 mm X 55,0 mm. A exceção é o CP4 do experimento soldado por atrito linear com mistura. Todos os ensaios foram realizados seguindo as recomendações da norma ASTM E23.

Para cada corpo de prova simulado no equipamento Gleeble®, foi retirado dois corpos de prova Charpy “V”, após ser executado o corte por eletroerosão a fio na espessura do corpo de prova, identificado na Figura 4.10, cada peça foi usinada até a dimensão final de 2,5 mm X 10,0 mm X 55,0 mm utilizado no ensaio de impacto.

A retirada dos corpos de prova para o ensaio Charpy “V” da junta soldada por MIG é identificada na Figura 4.11, o entalhe em “V” de cada corpo de prova foi localizado a 1,0 mm da linha de fusão. Para realizar este ensaio no metal de base, o entalhe foi localizado no sentido longitudinal (MB-L) e transversal (MB-T) ao sentido da laminação da chapa.

Figura 4.10. Vista lateral e frontal do corpo de prova simulado no equipamento Gleeble®. A linha na cor vermelha indica onde foi executado o corte por eletroerosão a fio.

Tabela 4.13. Quantidade de ensaios de impacto Charpy "V" realizados por cada experimento.

Simulação Gleeble®		Tratamento Térmico		Soldagem MIG		Soldagem por Atrito Linear	
Experimento	Qtd.	Experimento	Qtd.	Experimento	Qtd.	Experimento	Qtd.
CP 1	5	TT 1	3	MIG 1	5	FSW 1	3
CP 2	5	TT 2	3	MIG 2	5	FSW 2	3
CP 3	5	TT 3	3	MIG 3	5	FSW 3	3
CP 4	5	-	-	MB-L	5	FSW 4*	3
CP 5	5	-	-	MB-T	5	MB-L*	3
CP 6	5	-	-	-	-	-	-
CP7	5	-	-	-	-	-	-
CP 8	5	-	-	-	-	-	-

Nota: *Corpo de prova com dimensão de 10x 10 mm.

A retirada dos corpos de prova para o ensaio Charpy "V" da junta soldada por atrito linear com mistura é identificada na Figura 4.12, o entalhe em "V" de cada corpo de prova foi localizado no centro da zona misturada.

Figura 4.11. Localização da retirada dos corpos de prova Charpy na junta soldada de cada experimento. DL-S, direção longitudinal a soldagem. DT-S, direção transversal a soldagem, DN-S, direção normal a soldagem.

Figura 4.12. Posição da retirada das amostras de Charpy V reduzidas e usinagem do entalhe. a) entalhe na zona misturada do primeiro cordão (FSW 1). b) entalhe na zona misturada do primeiro cordão após o segundo cordão (FSW 2). c) entalhe na zona misturada do primeiro cordão após o segundo cordão a 2,5 mm da face do primeiro cordão (FSW 3). d) amostra de dimensão padrão (10 x 10 mm) com entalhe na zona mistura dos dois cordões (FSW 4).

4.7.2. IDENTIFICAÇÃO DOS CICLOS TÉRMICOS TEÓRICOS EXECUTADOS NA SOLDAGEM DOS CORPOS DE PROVA

Devido não ter sido possível obter os ciclos térmicos de cada cordão de solda, em especial na posição onde foi usinado o entalhe do ensaio Charpy V, os mesmos foram identificados utilizando o método de fontes distribuídas. Este método foi desenvolvido por MYHR e GRONG [99, 100] e empregado em diversos trabalhos [99–104].

O modelo analítico de fontes distribuídas proposto por MYHR e GRONG [99, 100], uma expansão do modelo de fonte puntiforme de ROSENTHAL [105], considera uma distribuição arbitrária de fontes puntiformes de modo a reproduzir melhor o formato do cordão (zona fundida). A distribuição de temperaturas, no regime *quase estacionário* com velocidade constante das fontes, pode ser obtida através de uma série de fontes imaginárias, conforme descrito através da equação (04):

$$T(q_b) = \frac{q_i}{4\pi\lambda} e^{-\frac{vx}{2\alpha}} \left[\sum_{m=-\infty}^{m=\infty} \frac{-R_m \frac{v}{2\alpha}}{R_m} + \sum_{n=-\infty}^{n=\infty} \frac{-R_n \frac{v}{2\alpha}}{R_n} \right] \quad (04)$$

Onde,

$$R_m = \sqrt{x^2 + y_p^2 + (z_p - 2md - \Delta)^2} \quad (05)$$

$$R_n = \sqrt{x^2 + y_p^2 + (z_p - 2nd + \Delta)^2} \quad (06)$$

A Figura 4.11 representa a contribuição de uma fonte puntiforme q_b e suas respectivas fontes imaginárias sobre a temperatura em um ponto P na ZAC. As fontes imaginárias são necessárias à convergência da solução da equação (04) e são distribuídas a uma distância $\pm 2id$ na direção z a partir de $z=0$ [100].

Figura 4.13. Fonte de calor q_b deslocada de Δ no eixo z . Adaptada da referência [100].

Sendo λ e α são, respectivamente, a condutividade e a difusividade térmicas, v a velocidade de soldagem. Os vetores R_m e R_n , descritos nas equações (5) e (6), representam as distâncias das fontes reais e imaginárias em relação a um ponto P qualquer na ZAC.

O eixo x representa a direção de soldagem, y a direção da largura da ZAC e z representa a direção da espessura do corpo de prova e d representa a espessura da chapa [100].

A potência total q_0 é obtida através da soma de cada fonte puntiforme q^i , conforme equação (07).

$$q_0 = \sum_i q^i \quad (07)$$

Para a simulação da soldagem multipasse as fontes puntiformes foram todas elas deslocadas na direção z , de modo a se localizarem na região da zona fundida do passe de soldagem em estudo, cuja distribuição está representada esquematicamente na Figura 4.14 [104].

Figura 4.14. Distribuição das fontes de soldagem nas coordenadas y (largura) e z (altura) [104].

4.7.3. ANÁLISE DOS CORPOS DE PROVA ROMPIDOS NO ENSAIO

CHARPY V

Foi utilizado o MEV para examinar a superfície fraturada para cada experimento. Essa verificação foi realizada em um corpo de prova para cada condição estudada, com intuito de identificar qual o tipo de fratura predominante para cada experimento.

Outra etapa foi montar o corpo de prova analisado no MEV em baquelite, na direção normal a propagação da trinca, para verificar a localização da usinagem do entalhe em V e a propagação da trinca ao longo da profundidade do experimento. Esta etapa foi executada com intuito de verificar se durante a propagação da trinca, a mesma não propagou fora da região simulada no equipamento Gleeble®.

Esse mesmo procedimento foi realizado nos corpos de prova soldados pelo processo de soldagem MIG. O objetivo era identificar qual foi o caminho que a trinca percorreu na junta soldada.

4.7.4. ENSAIO DE TRAÇÃO

O ensaio de tração foi realizado apenas nas amostras soldadas pelo processo de soldagem MIG. Os corpos de prova para os ensaios de tração foram

retirados conforme o código ASME IX, que chama a norma ASTM A370, para a realização do ensaio. Nota-se na Tabela 4.14 as dimensões finais de cada corpo de prova.

Para qualificação de um procedimento de soldagem de um equipamento utilizado em processo onde envolve pressão é utilizado o código ASME IX. O procedimento de soldagem especifica a confecção de um conjunto de dois corpos de prova para cada condição a ser testada. Porém, por questões de disponibilidade de material e priorizando a realização dos ensaios de impacto, foi confeccionado apenas um corpo de prova de cada condição soldada.

Tabela 4.14. Dimensões dos corpos de prova de tração das amostras soldadas por MIG.

Amostra	Largura (mm)	Espessura (mm)	Área (mm)
MIG 1	18,4	5,7	104,88
MIG 2	19,9	8,8	175,12
MIG 3	17,9	11,8	211,22

4.7.5. ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

O ensaio de dureza foi realizado com a microdureza Vickers utilizando força de 0,5 kgf e espaçamento mínimo de 0,3 mm entre impressões, força de 0,05 kgf com espaçamento de 0,07 mm entre impressões, força de 0,025 kgf e força de 0,01 kgf. Foi utilizado um equipamento automatizado da marca Emco-Test® e modelo Durascan 70® com penetrador piramidal.

Para cada corpo de prova simulado no equipamento Gleeble®, foram executadas cinco impressões de microdureza Vickers. A força utilizada foi de 0,5 kgf e o espaçamento entre impressões foi maior que 0,3 mm.

Para os experimentos soldados pelo processo de soldagem MIG, foram executados mapas de microdureza com espaçamento de 0,3 mm entre impressões de microdureza. Também foram executados duas linhas para cada experimento, com oito impressões em cada linha, entre a ZAC e o metal de solda com força de 0,01 kgf.

Para as amostras soldadas pelo processo de soldagem por atrito linear com mistura, foram executados mapas de microdureza com força de 0,5 kgf e espaçamento de 0,3 mm entre impressões de microdureza. Também foram realizados mais três mapas com força de 0,05 kgf e espaçamento de 0,07 mm entre impressões.

4.7.6. CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA POR MACROGRAFIA

O equipamento utilizado para obter as imagens foi uma lupa estereoscópica da marca Carl Zeiss® e o software Axio Vision®. As macrografias realizadas nas juntas soldadas pelo processo de soldagem MIG utilizaram o reagente Keller. O objetivo do ensaio era identificar possíveis defeitos e os cordões de solda e a zona afetada pelo calor (ZAC) de cada experimento.

As amostras soldadas pelo processo de soldagem por atrito linear com mistura utilizaram o reagente Nital com concentração de 5 %. O objetivo era identificar possíveis defeitos e as regiões da zona afetada pelo calor (ZAC), da zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e da zona misturada de cada experimento.

4.7.7. CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA POR MICROSCOPIA

ÓPTICA

A realização da análise microestrutural dos diferentes corpos de prova foi realizada em seções embutidas em baquelite e a preparação nas faces analisadas utilizaram um sistema automatizado.

A sequência de polimento para cada amostra é descrita na Tabela 4.15. Para a revelação dessas microestruturas foi utilizado o reagente Nital com concentração de 2 %. As aquisições das imagens foram feitas utilizando a

câmera digital Opticam® OPT 10000® acoplada no microscópio de marca Olympus® BX60M®.

Tabela 4.15. Parâmetros utilizados na sequência de preparação metalográfica das amostras.

Sequência	1°	2°	3°	4°	5°
Etapas	Desbaste Grosseiro	Polimento de 9,0 Micrometros	Polimento de 3,0 Micrometros	Polimento de 1,0 Micrometros	Polimento com Sílica®
Tipo de Superfície	Prato de Mesh de 220	Prato Duro	Pano	Pano	Pano
Solução de Polimento	Água	Policristalina de 9,0 Micrometros	Policristalina de 3,0 Micrometros	Policristalina de 1,0 Micrometros	Sílica Coloidal de 0,02 Micrometros e PH de 10,5
Velocidade do Disco (RPM)	150	150	150	150	60
Velocidade do Porta Amostra (RPM)	150	150	150	150	60
Força (N)	30	30	30	15	10
Tempo (min.)	10~20*	20	30	15	5

Nota: * pode variar dependendo da qualidade do corte inicial que a superfície é submetida antes do embutimento. @ realizado apenas quando necessário. Todas as etapas ocorreram com sentido contra rotação (entre o porta amostra e o pano de polimento).

4.7.8. QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DO MICROCONSTITUINTE MARTENSITA-AUSTENITA POR MICROSCOPIA ÓPTICA

A realização da quantificação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) nos diferentes corpos de prova foi realizada nas mesmas amostras utilizadas na caracterização microestrutural óptica e a preparação foi similar à descrita na Tabela 4.15.

A medição da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) foi realizada com a técnica de metalografia colorida utilizando o reagente Klemm I. Este reagente colore os grãos martensíticos e não reage com a austenita. Pode colorir de azul a ferrita, tons de marrom a martensita e identifica o microconstituente MA com a cor branca.

As medições foram realizadas em cinco imagens para cada corpo de prova descritas na Tabela 4.16. As medições realizadas nas amostras soldadas pelo processo de soldagem por atrito linear com mistura são identificadas na Figura 4.15. A medida de fração volumétrica utilizou o software Axio Vision® da marca Carl Zeiss®.

Para as amostras soldadas pelo processo de soldagem MIG, a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) foi medida com o reagente Klemm I da linha de fusão em direção ao metal de base, Figura 4.16.

Tabela 4.16. Identificação da quantidade de imagens realizadas e a localização dessas imagens para quantificação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita.

Simulação Física da ZAC na Gleeble®		Tratamento Térmico		Soldagem por Atrito Linear com Mistura	
Experimento	Qtd. de Imagens	Experimento	Qtd. de Imagens	Experimento	Qtd. de Imagens
CP 1	5	TT 1	5	FSW 1	3
CP 2	5				
CP 3	5	TT 2	5	FSW 2	3
CP 4	5				
CP 5	5	TT 3	5	FSW 3	3
CP 6	5				
CP 7	5	Metal de Base	5	FSW 4	3
CP 8	5				
-	-

Figura 4.15. Área onde foi realizada as imagens para quantificação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita indicada pelo retângulo preto.

A Fração Volumétrica do Microconstituente martensita-austenita (MA) foi medida com o reagente Klemm I da linha de fusão em direção ao metal de base (seta em vermelho).

- Step size: 300 µm
- Aumento: 1000x
- Número de imagens por corpo de prova: 7
- Posição: 1,5 mm da face da raiz para o centro da chapa

Número da Imagem	Posição da linha de fusão até o ponto medido (mm)
1	0,1
2	0,4
3	0,7
4	1,0
5	1,3
6	1,6
7	1,9

Figura 4.16. Metodologia utilizada para quantificação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) nas amostras soldadas pelo processo de soldagem MIG.

4.7.9. QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DA AUSTENITA RETIDA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A quantificação da fração volumétrica de austenita retida por difração de raios-X foi realizado nas amostras do metal de base (sentido longitudinal de laminação, sentido transversal de laminação e na posição superior ao sentido de laminação), nas amostras onde foram simulados fisicamente a ZAC no equipamento Gleeble®, nas amostras de tratamento térmico e nas amostras soldadas por atrito linear com mistura.

O equipamento utilizado foi da marca Philips® modelo X-PERT® e com tubos de raios-X de cobre com comprimento de onda de 1,542 Angstroms do laboratório de caracterização Tecnológica (LCT) do Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo.

Os parâmetros utilizados nas medições da fração de austenita retida das amostras simuladas na Gleeble® estão descritos na Tabela 4.17. Apenas o CP2 teve mais uma quantificação utilizando parâmetros mais precisos, isso ocorreu porque a fração volumétrica de austenita retida nesta amostra está próxima do limite de identificação da técnica. A escolha da faixa dos ângulos que foram analisados, entre 40 ° e 100 °, foi baseada no trabalho de CHEN [106].

Os resultados obtidos nas medições das amostras simuladas na Gleeble®, serviram de parâmetro para reduzir a faixa dos ângulos analisados, entre 40° e 60°, nas amostras de tratamento térmico e nas amostras soldadas por atrito linear com mistura.

Essa redução ocorreu pelo motivo de utilizar a técnica apenas para quantificação da austenita retida. Assim, a faixa de ângulo escolhido foi devido ao fato do ângulo de intensidade de 100 % das fases austenita e martensita estar entre 40 ° e 60 °.

Os parâmetros adotados nas amostras soldadas por atrito linear com mistura estão na Tabela 4.18. Observa-se na Figura 4.17 a localização da retirada das amostras, por usinagem, soldadas por atrito linear com mistura. Os parâmetros utilizados nas amostras tratadas termicamente estão na Tabela 4.19.

A identificação das fases em função dos ângulos de intensidade dos picos e de cada plano cristalográfico foi realizada utilizando a ficha 00-033-0397 da austenita.

A quantificação da fração volumétrica da austenita retida a partir dos resultados da difração de raios-X, foi realizado utilizando as equações 8 e 9 e os valores da integral dos picos de 100 % da austenita e da martensita, respectivamente os planos (111) e (110) [92, 106].

$$V_{\gamma} + V_{\alpha'} = 1 \quad (8)$$

$$V_{\gamma} = \frac{1,4I_{\gamma}}{I_{\alpha'} + 1,4I_{\gamma}} \quad (9)$$

Tabela 4.17. Parâmetros utilizados para detectar a austenita retida em cada corpo de prova simulados na Gleeble®.

Experimento	Ângulo Inicial (°)	Ângulo Final (°)	Tamanho do Passo (°)	Tempo (s)
CP 1	40	100	0,01	300
CP 2	40	100	0,01	300
CP 2	40	55	0,005	1000
CP 3	40	100	0,01	300
CP 4	40	100	0,01	300
CP 5	40	100	0,01	300
CP 6	40	100	0,01	300
CP 7	40	100	0,01	300
CP 8	40	100	0,01	300
MB-L	40	100	0,01	300
MB-T	40	100	0,01	300
MB-S	40	100	0,01	300

Tabela 4.18. Parâmetros utilizados para detectar a austenita retida em cada corpo de prova das amostras soldadas por atrito linear com mistura.

Experimento	Ângulo Inicial (°)	Ângulo Final (°)	Tamanho do Passo (°)	Tempo (s)
FSW 1	40	60	0,005	1000
FSW 2	40	60	0,005	1000
FSW 3	40	60	0,005	1000

Figura 4.17. Indicação da região usinada para análise da fração volumétrica de austenita retida via difração de raios-X.

Tabela 4.19. Parâmetros utilizados para detectar a austenita retida em cada corpo de prova das amostras tratadas termicamente.

Primeiro Tratamento Térmico		Segundo Tratamento Térmico		Ângulo (°)	Passo (°)	Tempo (s)
Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)			
1250	6	-	-	40-100	0,01	300
		685	6	40-100	0,01	300
			60	40-100	0,01	300
			600	40-100	0,01	300
		560	6	40-55	0,005	1000
			60	40-100	0,01	300
			600	40-100	0,01	300
		400	6	40-55	0,005	1000
			60	40-55	0,005	1000
			600	40-55	0,005	1000
	60	-	-	40-100	0,01	300
		685	6	40-100	0,01	300
			60	40-100	0,01	300
			600	40-100	0,01	300
		560	6	40-55	0,005	1000
			60	40-100	0,01	300
			600	40-100	0,01	300
		400	6	40-55	0,005	1000
			60	40-55	0,005	1000
			600	40-55	0,005	1000
	600	-	-	40-100	0,01	300
		685	6	40-100	0,01	300
			60	40-100	0,01	300
			600	40-100	0,01	300
		560	6	40-55	0,005	1000
			60	40-100	0,01	300
			600	40-100	0,01	300
		400	6	40-55	0,005	1000
			60	40-55	0,005	1000
			600	40-55	0,005	1000

4.7.10. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A caracterização via microscopia eletrônica de varredura utilizou um equipamento (FEG-MEV) FEI Inspect F50®, com sistema EDS da marca EDAX® e sensor EBSD acoplados, disponível no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP.

Também foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (FEG-MEV) Zeiss® Ultra 55® com coluna GEMINI®, com sistema EDS da marca Bruker e sensor de EBSD da marca Oxford Instruments, modelo Nordlys F® e software Channel 5®. Disponível no departamento de engenharia mecânica da universidade Aalto na Finlândia.

A utilização destes equipamentos foi na análise das fractografias dos corpos de prova Charpy “V”, análises químicas por espectroscopia de raio-X por dispersão de energia (EDS) e nas análises de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) para identificação das fases presentes nas diversas amostras.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1. RESULTADOS DOS EXPERIMENTOS SIMULADOS FISICAMENTE NO EQUIPAMENTO GLEEBLE®

5.1.1. CICLOS TÉRMICOS TEÓRICOS EXECUTADOS NA GLEEBLE®

Os tempos entre cada faixa de temperatura executada nos ciclos térmicos no equipamento Gleeble® estão descritos na Tabela 5.1, Tabela 5.2, Tabela 5.3, Tabela 5.4 e na Tabela 5.5. Na Tabela 5.6 estão o tempo de resfriamento entre a temperatura A_{c3} (723 °C) e a temperatura A_{c1} (590 °C) para cada experimento. Na Figura 5.1 , Figura 5.2, Figura 5.3, Figura 5.4, Figura 5.5, Figura 5.6, Figura 5.7 e Figura 5.8 observam-se os ciclos térmicos executados no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor para cada experimento.

Ao analisar os gráficos que representam os ciclos térmicos simulados fisicamente, observa-se que durante o resfriamento do CP 1, Figura 5.1, ocorre uma deflexão na curva entre 350 °C e 300 °C. Esta deflexão está dentro da faixa de transformação martensítica, que tem a temperatura M_s em 394,0 °C e a temperatura M_f em 166,0 °C.

Essa deflexão que é evidenciada nos ciclos térmicos com temperatura máxima de 1250 °C também é identificada durante o resfriamento dos ciclos térmicos com temperatura máxima de 985 °C. Porém, são mais evidentes que nos ciclos térmicos de 1250 °C, há também uma alteração na faixa de temperatura que ocorre essa transformação para valores entre 400 °C e 250 °C. A deflexão que caracteriza a transformação martensítica não é evidente para os ciclos térmicos que tiveram as temperaturas de pico abaixo da A_{c3} (723 °C).

Tabela 5.1. Relação tempo e temperatura executado nos ciclos térmicos dos experimentos CP 1 (1250°C), CP 2 (1250 °C + 985 °C) e CP3 (1250 °C + 985 °C + 580 °C).

Relação entre Tempo e Temperatura dos Ciclos Térmicos dos Experimentos CP 1 (1250°C), CP 2 (1250 °C+985 °C) e CP3 (1250 °C+985 °C+580 °C).		
Primeiro Ciclo Térmico		
Temperatura de Início (°C)	Temperatura de Fim (°C)	Tempo (s)
1250	1250	3,00
1250	1200	0,43
1200	800	5,42
800	500	10,05
500	300	18,88
300	120	84,96
Segundo Ciclo Térmico		
Temperatura de Início (°C)	Temperatura de Fim (°C)	Tempo (s)
985	985	3,00
985	800	1,80
800	500	3,64
500	300	6,84
300	120	30,76
Terceiro Ciclo Térmico		
Temperatura de Início (°C)	Temperatura de Fim (°C)	Tempo (s)
580	580	3,00
580	500	2,66
500	300	6,84
300	120	30,76

Tabela 5.2. Relação tempo e temperatura executado nos ciclos térmicos do experimento CP 6 (1250 °C + 685 °C).

Relação entre Tempo e Temperatura dos Ciclos Térmicos do Experimento CP 6 (1250 °C+685 °C).		
Primeiro Ciclo Térmico		
Temperatura de Início (°C)	Temperatura de Fim (°C)	Tempo (s)
1250	1250	3
1250	1200	0,43
1200	800	5,42
800	500	10,05
500	300	18,88
300	120	84,96
Segundo Ciclo Térmico		
Temperatura de Início (°C)	Temperatura de Fim (°C)	Tempo (s)
685	685	3,00
685	500	4,97
500	300	6,84
300	120	30,76

Tabela 5.3. Relação tempo e temperatura executado nos ciclos térmicos dos experimentos CP 4 (1250 °C + 825 °C) e CP 5 (1250 °C + 825 °C + 530 °C).

Relação entre Tempo e Temperatura dos Ciclos Térmicos dos Experimentos CP 4 (1250°C+825 °C) e CP5 (1250 °C+825 °C+530 °C).		
Primeiro Ciclo Térmico		
Temperatura de Início (°C)	Temperatura de Fim (°C)	Tempo (s)
1250	1250	3,00
1250	1200	0,43
1200	800	5,42
800	500	10,05
500	300	18,88
300	120	84,96
Segundo Ciclo Térmico		
Temperatura de Início (°C)	Temperatura de Fim (°C)	Tempo (s)
825	825	3
825	800	0,3
800	500	3,64
500	300	6,84
300	120	30,76
Terceiro Ciclo Térmico		
Temperatura de Início (°C)	Temperatura de Fim (°C)	Tempo (s)
530	530	3
530	500	1,08
500	300	6,84
300	120	30,76

Tabela 5.4. Relação tempo e temperatura executado nos ciclos térmicos do experimento CP 7 (1250 °C + 560 °C).

Relação entre Tempo e Temperatura dos Ciclos Térmicos do Experimento CP 7 (1250 °C+560 °C).		
Primeiro Ciclo Térmico		
Temperatura de Início (°C)	Temperatura de Fim (°C)	Tempo (s)
1250	1250	3,00
1250	1200	0,43
1200	800	5,42
800	500	10,05
500	300	18,88
300	120	84,96
Segundo Ciclo Térmico		
Temperatura de Início (°C)	Temperatura de Fim (°C)	Tempo (s)
558	558	3,00
558	500	2,01
500	300	6,84
300	120	30,76

Tabela 5.5. Relação tempo e temperatura executado nos ciclos térmicos do experimento CP 8 (1250 °C + 400 °C).

Relação entre Tempo e Temperatura dos Ciclos Térmicos do Experimento CP 8 (1250 °C+400 °C).		
Primeiro Ciclo Térmico		
Temperatura de Início (°C)	Temperatura de Fim (°C)	Tempo (s)
1250	1250	3
1250	1200	0,43
1200	800	5,42
800	500	10,05
500	300	18,88
300	120	84,96
Segundo Ciclo Térmico		
Temperatura de Início (°C)	Temperatura de Fim (°C)	Tempo (s)
400	400	3
400	300	4,8
300	120	30,76

Tabela 5.6. Tempo entre as temperaturas Ac_3 e Ac_1 durante o resfriamento dos ciclos térmicos simulados na Gleeble®.

Tempo entre as Temperaturas Ac_3 e Ac_1 ($\Delta T_{Ac_3\ 723\ ^\circ C - Ac_1\ 590\ ^\circ C}$)			
Experimento	1° Ciclo Térmico	2° Ciclo Térmico	Soma do 1° e do 2° Ciclo
CP 1 (1250 °C)	4,56	-	4,56
CP 2 (1250 °C + 985 °C)	4,52	1,86	6,38
CP 3 (1250 °C + 985 °C + 580 °C)	4,51	2,05	6,56
CP 4 (1250 °C + 825 °C)	4,53	1,71	6,24
CP 5 (1250 °C + 825 °C + 530 °C)	4,54	1,87	6,41
CP 6 (1250 °C + 685 °C)	4,55	5,34	9,89
CP 7 (1250 °C + 580 °C)	4,53	-	4,53
CP 8 (1250 °C + 400 °C)	4,53	-	4,53

Nota: O terceiro ciclo térmico não apresentou temperaturas entre Ac_3 e a Ac_1 , sendo assim não foi calculado nenhum tempo entre essas temperaturas.

Figura 5.1. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 1 com temperatura máxima de 1250 °C.

Figura 5.2. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 2 com temperatura máxima de 1250 °C (1º ciclo térmico) e 985 °C (2º ciclo térmico).

Figura 5.3. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 3 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico), 985 °C (2° ciclo térmico) e 580 °C (3° ciclo térmico).

Figura 5.4. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 4 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico) e 825 °C (2° ciclo térmico).

Figura 5.5. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 5 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico), 825 °C (2° ciclo térmico) e 530 °C (3° ciclo térmico).

Figura 5.6. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 6 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico) e 685 °C (2° ciclo térmico).

Figura 5.7. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 7 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico) e 560 °C (2° ciclo térmico).

Figura 5.8. Ciclo térmico executado no equipamento Gleeble® durante a simulação física da zona afetada pelo calor do corpo de prova CP 8 com temperatura máxima de 1250 °C (1° ciclo térmico) e 400 °C (2° ciclo térmico).

5.1.2. ENSAIO CHARPY “V”

Na Tabela 5.7 observam-se os resultados obtidos no ensaio Charpy “V” para cada experimento. Baseado na Tabela 5.7 foram desenvolvido os gráficos apresentados na Figura 5.9, Figura 5.10, Figura 5.11, Figura 5.12 e a comparação estatística das médias é exposta, utilizando o método Tukey, no gráfico da Figura 5.13.

Todos os ciclos térmicos de soldagem reduziram a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V à - 196 °C. O primeiro ciclo térmico, de temperatura máxima de 1250 °C (CP 1), reduz a quantidade de energia absorvida em 13,9 % quando comparado ao metal de base (MB-L). Ao se comparar o efeito do segundo ciclo térmico sobre a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V, nota-se que todos os ciclos térmicos realizados influenciaram a quantidade de energia absorvida quando comparado com o CP 1 (1250 °C), com exceção do ciclo térmico de 825 °C (CP 4).

O CP 2, que teve temperatura máxima de 985 °C no segundo ciclo térmico, apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 1 e ao metal de base (MB-L). O CP 2 apresentou uma redução de 8,3 % na energia absorvida quando comparado com o CP 1 e 21,0 % quando comparado com MB-L.

O CP 4, que teve temperatura máxima de 825 °C no segundo ciclo térmico, não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 1 (1250 °C) e ao CP 2 (1250 °C+985 °C) e é 16,7 % menor que o MB-L.

Entre os corpos de prova que foram simulados com dois ciclos térmico, pode-se separá-los em dois grupos de acordo com a quantidade de energia absorvida. O primeiro grupo foi submetido à temperatura máxima do segundo ciclo térmico acima da temperatura A_{c3} (723 °C), CP2 (1250 °C+985 °C) e CP4 (1250 °C+985 °C), e o segundo grupo que foi submetido a ciclos térmicos abaixo da temperatura A_{c3} (723 °C), CP 6 (1250 °C+685 °C), CP 7 (1250 °C+560 °C) e CP 8 (1250 °C+400 °C).

No grupo que tem a ZAC simulada abaixo da temperatura A_{c3} , destaca-se o CP 6 (1250 °C+685 °C) por ter a temperatura máxima do segundo ciclo térmico entre a temperatura a A_{c3} e A_{c1} (condição intercrítica). A energia absorvida nessa condição é 37,5 % menor que o MB-L, 27,4 % menor que o CP 1, 20,8 % menor que o CP 2 e 24,9 % menor que o CP 4.

Com a menor quantidade de energia absorvida e com temperatura abaixo da temperatura A_{c1} (590 °C), o CP 7 (1250 °C+560 °C) teve energia absorvida 39,3 % menor que o MB-L, 29,4 % menor que o CP 1, 23,0 % menor que o CP 2, 27,0 % menor que o CP 4 e não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 6 (1250 °C+685 °C).

Entre os experimentos ciclados termicamente abaixo da temperatura A_{c3} , o CP 8 (1250 °C+400 °C) absorveu a maior quantidade de energia no ensaio Charpy V. Porém, a energia absorvida é 30,3 % menor que o MB-L, 19,1 % menor que o CP 1, 11,7 % menor que o CP 2, 16,3 % menor que o CP 4, 11,4 % maior que o CP 6 e 14,7 % maior que o CP 7.

Entre as faixas de temperaturas máximas utilizadas no segundo ciclo térmico, as temperaturas de 685 °C, 560 °C e de 400 °C apresentaram uma redução na quantidade de energia absorvida.

Os ciclos térmicos que tiveram a temperatura máxima abaixo da temperatura A_{c3} (723 °C) tem os piores desempenhos quando comparados com as amostras que foram submetidas a temperaturas máximas acima da A_{c3} . Dentre as amostras com baixa quantidade de energia absorvida, destacam-se o CP 6 e o CP 7 com os menores valores de energia média absorvida.

Ao se comparar os resultados obtidos da influência do segundo ciclo térmico sobre a energia absorvida com os trabalhos de JANG [21, 22], Figura 2.21, nota-se que os ciclos térmicos com temperaturas máximas abaixo da temperatura A_{c1} e na intercrítica (entre A_{c1} e A_{c3}) também geraram uma redução da quantidade de energia absorvida quando comparado com os demais ciclos térmicos.

No trabalho de RODRIGUES [28], o segundo ciclo térmico com temperatura máxima na região intercrítica (600 °C) apresentou maior valor de

energia absorvida quando comparado com os demais ciclos térmicos, inclusive quando comparado com os ciclos térmicos que tiveram a temperatura máxima acima da A_{c3} .

Tabela 5.7. Resultados do ensaio Charpy "V" com energia absorvida, expansão lateral e a quantidade de área frágil da superfície fraturada de cada corpo de prova.

Experimento	Resultado	Repetições					Média	
		1	2	3	4	5	Sem Descarte	Com Descarte
CP1 (1250°C)	Energia Absorvida (J)	24,1	24,5	23,7	25,1	20,6	24,1 ± 0,7	24,1 ± 0,4
	Expansão Lateral (mm)	0,90	0,92	1,09	0,85	1,20	0,99 ± 0,1	0,97 ± 0,1
CP2 (1250°C+985°C)	Energia Absorvida (J)	23,3	21,0	22,1	18,2	24,5	21,8 ± 2,4	22,1 ± 1,2
	Expansão Lateral (mm)	0,92	0,87	0,90	0,80	0,91	0,88 ± 0,05	0,90 ± 0,02
CP3 (1250°C+985°C+580°C)	Energia Absorvida (J)	23,7	22,7	23,1	18,8	24,9	22,6 ± 2,3	23,2 ± 0,5
	Expansão Lateral (mm)	1,00	0,89	0,95	1,3	0,82	0,99 ± 0,2	0,95 ± 0,1
CP4 (1250°C+825°C)	Energia Absorvida (J)	22,7	23,5	23,7	23,7	18,2	22,4 ± 2,4	23,3 ± 0,5
	Expansão Lateral (mm)	1,13	1,12	1,14	1,1	0,9	1,1 ± 0,1	1,13 ± 0,01
CP5 (1250°C+825°C+530°C)	Energia Absorvida (J)	23,1	23,0	23,3	4,6	24,5	19,7 ± 8,5	23,1 ± 0,2
	Expansão Lateral (mm)	1,00	1,12	1,13	0,21	1,22	0,93 ± 0,41	1,08 ± 0,1
CP6 (1250°C+685°C)	Energia Absorvida (J)	16,5	18,0	17,9	23,7	15,9	18,4 ± 3,1	17,5 ± 0,8
	Expansão Lateral (mm)	0,70	0,83	0,78	1,10	0,65	0,8 ± 0,2	0,77 ± 0,07
CP7 (1250°C+560°C)	Energia Absorvida (J)	17,8	16,0	17,3	20,5	15,8	17,5 ± 1,9	17,0 ± 0,9
	Expansão Lateral (mm)	0,77	0,65	0,72	0,80	0,65	0,72 ± 0,1	0,71 ± 0,1
CP8 (1250°C+400°C)	Energia Absorvida (J)	19,0	19,4	20,0	18,6	21,9	19,8 ± 1,3	19,5 ± 0,5
	Expansão Lateral (mm)	0,80	0,80	0,96	0,77	1,3	0,93 ± 0,22	0,85 ± 0,09
Metal de Base Longitudinal	Energia Absorvida (J)	28,0	28,0	28,0	32,0	28,0	28,8 ± 1,8	28,0 ± 0,0
	Expansão Lateral (mm)	1,2	1,2	1,2	1,0	1,1	1,1 ± 0,1	1,2 ± 0,2
Metal de Base Transversal	Energia Absorvida (J)	31,0	29,0	32,0	32,0	28,0	30,4 ± 1,8	30,7 ± 1,5
	Expansão Lateral (mm)	1,2	1,1	1,2	1,4	1,1	1,2 ± 0,1	1,2 ± 0,1

Nota: A média sem descarte utilizou todos os valores obtidos; a média com descarte **não** utilizou os valores marcados em vermelho.

Essa divergência pode estar ligada aos parâmetros utilizados durante a simulação dos ciclos térmicos e ou ao material utilizado ser oriundo de um tubo sem costura que foi temperado e revenido. Porém, ainda há similaridade entre ambos os trabalhos. Os ciclos térmicos do segundo ciclo que tiveram temperatura entre 450 e 550 °C apresentam uma redução na quantidade de energia absorvida, similar ao encontrado neste trabalho.

Analizando a influência do terceiro ciclo térmico sobre a quantidade de energia absorvida, Figura 5.10, nota-se que o terceiro ciclo térmico no CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C) não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 1 (1250 °C) e ao CP 2 (1250 °C+985 °C). O CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C) também não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 4 (1250 °C+825 °C) e ao CP 1 (1250 °C).

Assim, o terceiro ciclo térmico com temperaturas máximas de 580 °C e 530 °C, sobre uma região afetada por dois ciclos térmicos acima da temperatura A_{c3} (723 °C), não apresenta diferença significativa sobre a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V.

Observa-se na Figura 5.11 que nenhum experimento que foi submetido à simulação física da ZAC foi igual ou superior ao metal de base. Os melhores casos são o CP 1 (1250 °C), o CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C), o CP 4 (1250 °C+825 °C) e o CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C). Para as piores condições destacam-se o CP 6 (1250 °C+685 °C), o CP 7 (1250 °C+580 °C) e o CP 8 (1250 °C+400 °C).

A quantidade de energia absorvida em função da expansão lateral dos corpos de prova no ensaio Charpy V apresentam forte correlação linear, Figura 5.12, com um valor de R^2 igual a 0,878. As configurações de ciclos térmicos simulados não geram grandes alterações nessa relação.

Figura 5.9. Comparação da energia absorvida no ensaio Charpy V a -196°C entre o CP1 (1250°C), CP2 ($1250^{\circ}\text{C}+985^{\circ}\text{C}$), CP4 ($1250^{\circ}\text{C}+825^{\circ}\text{C}$), CP6 ($1250^{\circ}\text{C}+685^{\circ}\text{C}$), CP7 ($1250^{\circ}\text{C}+560^{\circ}\text{C}$), CP8 ($1250^{\circ}\text{C}+400^{\circ}\text{C}$) e o metal de base com entalhe longitudinal ao sentido de laminação (MB-L). Corpos de prova com espessura reduzida de 2,5 mm.

Figura 5.10. Comparação da energia absorvida no ensaio Charpy V a -196°C entre o CP1(1250°C), CP2($1250^{\circ}\text{C}+985^{\circ}$), CP3($1250^{\circ}\text{C}+985^{\circ}\text{C}+580^{\circ}\text{C}$), CP4($1250^{\circ}\text{C}+825^{\circ}\text{C}$), CP5($1250^{\circ}\text{C}+825^{\circ}\text{C}+530^{\circ}$) e o metal de base com entalhe longitudinal ao sentido de laminação (MB-L) Corpos de prova com espessura reduzida de 2,5 mm.

Figura 5.11. Comparação da energia absorvida no ensaio Charpy V à -196 °C entre todos os experimentos: o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C). Corpos de prova com espessura reduzida de 2,5 mm.

Figura 5.12. Relação entre a energia absorvida no ensaio Charpy V e os valores obtidos de expansão lateral dos experimentos ciclados na Gleeble®. Corpos de prova com espessura reduzida de 2,5 mm.

Figura 5.13. Comparação estatística entre as médias dos valores de energia absorvida no ensaio Charpy V -196 °C. CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB). Análise realizada no software comercial Minitab®. Intervalo de confiança (IC) igual a 95 %; n = 3; P-Valor = 0,000. Demais informações Apêndice A.

5.1.3. ANÁLISE DOS CORPOS DE PROVA ROMPIDOS NO ENSAIO CHARPY “V”

A análise dos corpos de prova rompidos no ensaio Charpy V à -196 °C está separada por experimento. A Figura 5.14 descreve a fractografia do metal de base, Figura 5.15 descreve a análise do CP 1 (1250 °C), a Figura 5.16 descreve a análise do CP 2 (1250 °C+985 °C), a Figura 5.17 descreve a análise do CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C), a Figura 5.18 descreve a análise do CP 4 (1250 °C+825 °C), a Figura 5.19 descreve a análise do CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C), a Figura 5.20 descreve a análise do CP 6 (1250 °C+685 °C), a Figura 5.21 descreve a análise do CP 7 (1250 °C+560 °C) e a Figura 5.22 descreve a análise do CP 8 (1250 °C+400 °C).

A fractografia do metal de base, Figura 5.14, tem comportamento dúctil com micromecanismo da fratura por coalescência de microcavidades e apresenta uma grande quantidade de microcavidades.

O CP 1 (1250 °C), Figura 5.15, ainda apresenta uma fractografia com uma grande quantidade de microcavidades, com grande arrancamentos localizados (setas e contorno em vermelho) com característica menos dúctil quando comparado com o metal de base.

O CP 2 (1250 °C+985 °C), Figura 5.16, apresenta uma maior redução na quantidade de microcavidades (contorno em amarelo), áreas com grandes arrancamentos com características menos dúcteis (setas em vermelho) e algumas regiões com fratura transgranular (contorno em vermelho).

O CP 4 (1250 °C+825 °C), Figura 5.18, apresenta uma concentração de microcavidades de menor tamanho (análise qualitativa) ao se comparar com o CP 2 (1250 °C+985 °C) em determinadas regiões (contorno em amarelo) e grandes regiões com arrancamento com característica menos dúctil (contorno e setas em vermelho).

O CP 6 (1250 °C+685 °C), Figura 5.20, e o CP 7 (1250 °C+560 °C), Figura 5.21, apresentam fractografia similares com fratura menos dúctil com característica transgranular e com condição mais frágil que os corpos de provas ciclados com temperatura acima da temperatura A_{c3} (723 °C). Quando comparados com o CP 8 (1250 °C+400 °C), Figura 5.22, este também apresenta uma fratura menos dúctil com característica transgranular, mas já se encontram regiões com microcavidades (contorno em amarelo).

Comparando o CP 1 (1250 °C), o CP 2 (1250 °C+985 °C) e o CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C), nota-se o efeito do terceiro ciclo térmico sobre uma ZAC-GG que foi reaquecida acima da temperatura A_{c3} . A fractografia do CP 3 apresenta uma fratura dúctil com microcavidades, Figura 5.17.

Ao comparar a evolução da característica da superfície da fratura entre o CP 1 (1250 °C), o CP 4 (1250 °C+825 °C) e o CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C), observa-se que é claro que o terceiro ciclo térmico, com temperatura máxima de

530 °C, também gera um aumento na quantidade dos microcavidades e reduz o seu tamanho. Porém, isso não é suficiente para aumentar a energia absorvida ao ponto de ultrapassar os valores obtidos pelo CP 1 (1250 °C). Esse comportamento é similar ao encontrado no CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C) com três ciclos térmicos.

Figura 5.14. Fractografia em MEV do corpo de prova Charpy V rompido à -196°C do metal de base.

O CP 1 (1250 °C) apresenta uma maior quantidade de microcavidades quando comparado com o CP 2 (1250 °C+985 °C) e o CP 4 (1250 °C+825 °C). O CP 2 (1250 °C+985 °C) e o CP 4 (1250 °C+825 °C) apresentam fractografias similares. O CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C) apresenta microcavidades mais refinados quando comparado com o CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C).

Analisando os corpos de prova rompidos no ensaio Charpy V, nota-se que a influência dos ciclos térmicos com temperaturas acima da temperatura A_{c3} (723 °C), CP 2 (1250 °C+985 °C) e CP 4 (1250 °C+985 °C), geram superfícies com característica menos frágeis que os ciclos térmicos com temperatura máxima abaixo da A_{c3} , CP 6 (1250 °C+685 °C), CP 7 (1250 °C+560 °C) e CP 8 (1250 °C+400 °C).

Figura 5.15. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 1 (1250 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.

Figura 5.16. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 2 (1250 °C+985 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.

Figura 5.17. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.

Figura 5.18. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 4 (1250 °C+825 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.

Figura 5.19. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.

Figura 5.20. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 6 (1250 °C+685 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.

Figura 5.21. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 7 (1250 °C+560 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.

Figura 5.22. Análise do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V do CP 8 (1250 °C+400 °C). a) Localização do entalhe em “V” e a propagação da trinca na vista superior. b) Superfície fraturada do CP analisada por lupa estereoscópica. c), d) e e) Superfícies fraturadas analisadas com diferentes aumentos no MEV.

5.1.4. ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

Os valores obtidos no ensaio de microdureza Vickers estão expostos na Tabela 5.8 e para melhorar a discussão destes resultados foi desenvolvido a Figura 5.23, a Figura 5.24 e a Figura 5.25. Na Figura 5.26 nota-se a relação entre os resultados de microdureza e a energia absorvida no ensaio Charpy V. Na Figura 5.27 observa-se o resultado da análise estatística Tukey entre as médias das condições ensaiadas.

Tabela 5.8. Resultado do ensaio de microdureza Vickers dos corpos de prova simulados fisicamente no equipamento Gleeble®. CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB).

Resultado de Microdureza Vickers (HV 0,5)									
Ponto	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6	CP7	CP8	MB
1° Ponto	357,0	362,0	284,0	375,0	297,0	340,0	294,0	326,0	251,0
2° Ponto	356,0	367,0	284,0	372,0	308,0	339,0	297,0	320,2	247,0
3° Ponto	352,0	360,0	285,0	361,0	304,0	333,0	286,0	338,0	251,0
4° Ponto	355,0	360,0	285,0	379,0	313,0	335,0	297,0	329,0	239,0
5° Ponto	357,0	355,0	286,0	367,0	313,0	333,0	291,0	324,0	250,0
Média	355,4 ± 2,1	360,8 ± 4,3	284,8 ± 0,8	370,8 ± 7,0	307,0 ± 6,7	336,0 ± 3,3	293,0 ± 4,6	327,4 ± 6,7	247,6 ± 5,1

O CP 1 (1250 °C) apresenta um aumento de 43 % na microdureza quando comparado com o metal base. Analisando a influência do segundo ciclo térmico sobre o primeiro, Figura 5.23, nota-se que o corpo de prova CP 2 (1250 °C+985 °C) não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 1 (1250 °C) e é 45 % maior que o metal de base. O segundo ciclo térmico de 985 °C não alterada a microdureza da região que já foi afeta por um ciclo térmico de 1250 °C.

O CP 4 (1250 °C+985 °C) possui microdureza 4 % superior ao CP 1 (1250 °C), é 49 % superior ao metal de base e não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 2 (1250 °C+985 °C). O segundo ciclo térmico com temperatura máxima acima da temperatura A_{c3} (723 °C) apresenta pouco ou nenhuma modificação da

propriedade mecânica de dureza. Assim, o primeiro ciclo térmico de 1250 °C apresenta grande importância na modificação desta propriedade mecânica.

Figura 5.23. Comparação da microdureza Vickers entre o CP1 (1250°C), CP2 (1250°C+985°C), CP4 (1250°C+825°C), CP6 (1250°C+685°C), CP7 (1250°C+560°C), CP8 (1250°C+400°C) e o metal de base (MB). Força utilizada de 0,5 kgf.

Figura 5.24. Comparação da microdureza Vickers entre o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°) e o metal de base (MB). Força utilizada de 0,5 kgf.

Figura 5.25. Comparação da microdureza Vickers entre todos os experimentos: o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB). Força utilizada de 0,5 kgf.

Figura 5.26. Correlação entre os resultados de microdureza Vickers e a energia absorvida no ensaio Charpy V. Curva ajustada pela equação da reta. $R^2 = 0,3024$

Entre os experimentos ciclados a temperaturas abaixo da A_{c3} , o CP 6 (1250 °C+685 °C), o CP 7 (1250 °C+560 °C) e o CP 8 (1250 °C+400 °C), nota-

se que o CP 6 possui o maior valor médio de microdureza. Porém, o CP 6 é 35 % superior ao metal de base, 5 % inferior ao CP 1 (1250 °C), 7 % inferior ao CP 2 (1250 °C+985 °C) e 9 % inferior ao CP 4 (1250 °C+985 °C).

Figura 5.27. Comparação estatística entre as médias dos valores de microdureza Vickers. CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB). Análise realizada no software comercial Minitab®. Intervalo de confiança (IC) igual a 95 %; n = 5; P-Valor= 0,000. Demais informações Apêndice B.

O CP 7 (1250 °C+560 °C) é 18 % superior ao metal de base, 17 % inferior ao CP 1 (1250 °C), 18 % inferior ao CP 2 (1250 °C+985 °C), 21 % inferior ao CP 4 (1250 °C+985 °C) e 13 % inferior ao CP 6 (1250 °C+685 °C). O CP 8 (1250 °C+400 °C) é 32 % superior ao metal de base, 8 % inferior ao CP 1 (1250 °C), 9 % inferior ao CP 2 (1250 °C+985 °C), 12 % inferior ao CP 4 (1250 °C+985 °C), não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 6 (1250 °C+685 °C) e é 11 % superior ao CP 7 (1250 °C+560 °C).

Ao comparar os valores médios de microdureza entre o CP 1 (1250 °C), CP 2 (1250 °C+985 °C) e CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C), Figura 5.24, observa-se que o terceiro ciclo térmico com temperatura máxima de 580 °C gera uma redução de 23 % quando comparado com o CP 1 e de 24 % quando comparado com o CP 2. O CP 3 não apresenta diferença significativa no intervalo de

confiança de 95 % quando comparado ao CP 7 (1250 °C+560 °C) e está 7 % acima do valor encontrado no metal de base.

Ao comparar a evolução dos valores médios de microdureza entre o CP 1 (1250 °C), o CP 4 (1250 °C+825 °C) e o CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C), Figura 5.24, observa-se que o terceiro ciclo térmico também altera os valores de microdureza. O CP 5 é 17 % inferior ao CP 4, 13 % inferior ao CP 1 (1250 °C) e 24 % superior ao metal de base. Esse comportamento é similar à série de experimentos com três ciclos térmico, CP 1, CP 2 e CP 3, porém o CP 5 possui dureza 12 % maior que o CP 3.

Entre todos os ciclos térmicos, os experimentos com temperatura abaixo da A_{c1} (590 °C) apresentam os menores valores de microdureza com exceção do CP 8 (1250 °C+400 °C). O CP 3 e o CP 7 apresentam os menores valores médios de dureza e são os que ficam mais próximo do metal de base.

Nota-se na Figura 5.26 que a correlação entre os valores médios de microdureza Vickers e os valores médios da energia absorvida no ensaio Charpy V à -196 °C é fraca.

5.1.5. CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA VIA MICROSCOPIA ÓPTICA

Nota-se na Figura 5.28 que a microestrutura do metal de base exibe forte bandejamento, tanto no sentido longitudinal como no sentido transversal de laminação, oriundo do processo de laminação da chapa. Observa-se na Figura 5.29 que a microestrutura é composta por pacotes de martensita (setas amarelas), podendo ter regiões com ferrita, carboneto e austenita (Figura 5.30) e linhas de microsegregações.

A região de microsegregação tem em média 14 % a mais de Ni e 30 % a mais de Mn, Figura 5.31. Esse tipo de microsegregação é encontrado em cordões de solda feitos por consumíveis de soldagem ricos em Ni e Mn.

Nesses casos, esse tipo de microsegregação gera uma redução na energia absorvida no ensaio Charpy devido a formação de bainita coalescida na região de grão grosseiro.

O metal de base não apresenta uma redução na energia absorvida devido ao tipo de tratamento térmico que é submetido, a quantidade média de Mn ser de 0,73 % e a quantidade de carbono ser suficiente para estabilizar a austenita em baixas temperaturas e manter a microestrutura martensítica [85, 86, 107].

A microsegregação encontrada no metal de base apresenta microdureza diferente quando comparada com as regiões sem microsegregação (comparação estatística disponível no apêndice D). A região microsegregada exibe microdureza de $170,3 \pm 6,5$ HV 0,025 que é 14,7 % maior que a região sem microsegregação, com microdureza de $148,5 \pm 6,5$ HV 0,025. As linhas de microsegregações e a diferença de microdureza também são encontradas em aços com 9 %Ni forjados [108]. Para forjados, essa diferença entre as regiões chega a 8 % na microdureza e apresenta susceptibilidade no teste com H₂S (concentração de 1 %) [108].

A microestrutura obtida para os ciclos térmicos é em grande parte composta por martensita. Nota-se na Figura 5.32 que só teremos uma maior fração volumétrica de bainita quando os tempos de resfriamento são superiores a 400 s. Contudo, como a composição química do material estudado não é homogenia, podemos ter uma determinada fração volumétrica de outras fases em microrregiões específicas.

Na Figura 5.33 nota-se que o CP 1 (1250 °C) mesmo sendo submetido a um ciclo térmico com temperatura máxima de 1250 °C, ainda possui o bandeamento oriundo do processo de fabricação da chapa (setas em amarelo). Observa-se na Figura 5.34 um possível contorno de grão da austenita anterior (delineado em vermelho) e blocos de ferrita (setas em amarelo).

O CP 2 (1250 °C+985 °C) ainda apresenta o bandeamento oriundo da fabricação da chapa e regiões com pacotes de martensita (setas em amarelo), Figura 5.35. O segundo ciclo térmico com temperatura máxima de 985 °C gera uma morfologia de ferrita alongada (seta em vermelho), exibe ferrita com

morfologia de dente de serra (seta laranja) e blocos de ferrita (setas em amarelo) Figura 5.36.

O CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C) ainda continua apresentando o bandeamento da microestrutura, Figura 5.37. Porém, o ciclo térmico de temperatura máxima de 580 °C gera placas de bainita (seta em azul), blocos de ferrita (seta em amarelo) e estrutura poligonal não identificada (setas em preto) localizada em contornos de grão que contornam as placas de ferrita e a bainita, Figura 5.38.

O CP 4 (1250 °C+825 °C) ainda exibe o bandeamento oriundo da fabricação da chapa, Figura 5.39. O segundo ciclo térmico com temperatura máxima de 825 °C também apresenta ferrita com morfologia alongada (seta em vermelho), blocos de ferrita (seta em amarelo) e bainita (seta em azul), Figura 5.40.

O CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C) não apresenta mais o bandeamento da microestrutura, Figura 5.41. Porém, o terceiro ciclo térmico de temperatura máxima de 530 °C gera uma matriz martensítica revenida, colônias de bainita (seta em azul) e uma estrutura poligonal não identificada (setas em preto) localizada em contornos de grão que contornam a bainita, Figura 5.42.

O CP 6 (1250 °C+685 °C) não exibe mais o bandeamento oriundo da fabricação da chapa, Figura 5.43. O segundo ciclo térmico com temperatura máxima de 685 °C também apresenta uma morfologia de ferrita alongada (seta em vermelho), com blocos de ferrita (seta em amarelo) e o contorno de grão da austenita anterior delineado, Figura 5.44.

O CP 7 (1250 °C+560 °C) também não exibe mais o bandeamento oriundo da fabricação da chapa, Figura 5.45. O segundo ciclo térmico com temperatura máxima de 550 °C também gera um efeito de revenimento sobre a microestrutura martensítica e exibe ferrita com morfologia alongada (seta em vermelho), blocos de ferrita (seta em amarelo) e o contorno de grão da austenita anterior delineado, Figura 5.46.

Figura 5.28. Microestrutura do metal de base. a) Orientação microestrutural do metal de base como recebido. b) Microestrutura do metal de base do sentido longitudinal a laminação da chapa. c) Microestrutura do metal de base na normal ao sentido de laminação da chapa. d) Microestrutura do metal de base do sentido transversal a laminação da chapa. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.

Figura 5.29. Microestrutura do metal de base no sentido transversal a laminação composta por martensita (setas em amarelo) e linhas de microsegregação (setas em vermelho). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.30. Diagrama temperatura, tempo e transformação (TTT) de um aço com 9% Ni [66].

Figura 5.31. Análise da composição química (via EDS) das linhas de microsegregação do metal de base (setas em vermelho da Figura 5.29) no sentido transversal a laminação em MEV. Mn1 e Ni1 composição química da microestrutura com microsegregação. Mn2 e Ni2 composição química da microestrutura sem microsegregação. Demais informações Apêndice C.

Figura 5.32. Diagrama de transformação por resfriamento contínuo de um aço com 9% Ni sobre uma ZAC simulada a 1350°C [109].

Figura 5.33. Microestrutura do CP1 (1250°C) composta por martensita (M) e linhas de bandeamento (setas em amarelo). Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.

Figura 5.34. Microestrutura do CP1 (1250°C) composta por matriz martensítica, contorno de grão da austenita anterior (vermelho) e blocos de ferrita (setas em amarelo). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.35. Microestrutura do CP2 (1250°C+985°C) matriz composta por martensita. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.

Figura 5.36. Microestrutura do CP2 (1250°C+985°C) matriz composta por martensita, ferrita com morfologia alongada (seta em vermelho), ferrita com dente de serra (seta alaranjada) e placas de ferrita (setas em amarelo). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.37. Microestrutura do CP3 (1250°C+985°C+580°C) matriz composta por martensita. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.

Figura 5.38. Microestrutura do CP3 (1250°C+985°C+580°C) bainita (seta em azul), placas de ferrita (seta em amarelo) e estrutura poligonal não identificada (setas em preto). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.39. Microestrutura do CP4 (1250°C+825°C) matriz composta por martensita. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.

Figura 5.40. Microestrutura do CP4 (1250°C+825°C) matriz composta por martensita, ferrita com morfologia alongada (seta em vermelho), blocos de ferrita (seta em amarelo) e bainita (seta em azul). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.41. Microestrutura do CP5 (1250°C+825°C+530°C) matriz composta por martensita revenida e bainita (setas em azul). Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.

Figura 5.42. Microestrutura do CP5 (1250°C+825°C+530°C) matriz composta por martensita revenida, bainita (setas em azul) e estrutura poligonal não identificada (setas em preto). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.43. Microestrutura do CP6 (1250°C+685°C) matriz composta por martensita reaquecida na temperatura intercrítica. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.

Figura 5.44. Microestrutura do CP6 (1250°C+685°C) matriz composta por martensita, blocos de ferrita (setas em amarelo) e ferrita com morfologia alongada (seta em vermelho). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.45. Microestrutura do CP7 (1250°C+560°C) matriz composta por martensita revenida. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.

Figura 5.46. Microestrutura do CP7 (1250°C+560°C) matriz composta por martensita, blocos de ferrita (setas em amarelo) e ferrita com morfologia alongada (setas em vermelho). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.47. Microestrutura do CP8 (1250°C 400°C) matriz composta por martensita. Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.

Figura 5.48. Microestrutura do CP8 (1250°C+400°C) matriz composta por martensita, blocos de ferrita (setas em amarelo) e ferrita com morfologia alongada (seta em vermelho). Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

O CP 8 (1250 °C+400 °C) exibiu o bandeamento oriundo da fabricação da chapa, Figura 5.47. O segundo ciclo térmico com temperatura máxima de 400 °C também apresenta ferrita com morfologia alongada (seta em vermelho), blocos de ferrita (seta em amarelo) e o contorno de grão da austenita anterior delineado, Figura 5.48.

O reaquecimento da zona afeta pelo calor de grão grosseiro (1250 °C) por ciclos térmicos com temperaturas máximas acima da temperatura A_{c3} (723 °C), 985 °C (CP2) e 825 °C (CP4), geram microestruturas similares, exibem fractografia similares com microcavidades e regiões com quase clivagem e apresentam microdureza e energia absorvida à -196 °C estatisticamente iguais.

O reaquecimento da ZAC de grão grosseiro pelo terceiro ciclo térmico, CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C) e CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C), com temperaturas máximas abaixo da temperatura A_{c1} (590 °C), apresentam microestrutura qualitativamente diferente. Isso pode ocorrer devido o ciclo térmico de 530 °C apresentar um maior efeito de revenimento que o ciclo térmico de 580 °C. Porém, essa diferença microestrutural não altera a energia absorvida à -196 °C e a microdureza.

O reaquecimento da ZAC de grão grosseiro (1250 °C) pelo ciclo térmico com temperatura máxima na região intercrítica, 685 °C (CP6), gera um delineamento do contorno de grão da austenita anterior similar ao encontrado no CP7 e CP8. As três amostras (CP6, CP7 e CP8) apresentam fractografia similares, o CP6 tem microdureza estatisticamente igual ao CP8 e energia absorvida à -196 °C igual ao CP7.

5.1.6. QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DO MICROCONSTITUINTE MARTENSITA-AUSTENITA VIA METALOGRAFIA COLORIDA ÓPTICA

As micrografias utilizadas na caracterização microestrutural e na quantificação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita

dos experimentos simulados fisicamente no equipamento Gleeble® são apresentadas na Figura 5.52, Figura 5.53, Figura 5.54, Figura 5.55, Figura 5.56, Figura 5.57, Figura 5.55, Figura 5.56 e Figura 5.57. Na Tabela 5.9 nota-se as frações volumétricas do microconstituente martensita-austenita (MA) que foram medidas a partir das micrografias apresentadas entre a Figura 5.52 e a Figura 5.57.

O microconstituente MA do metal de base como recebido apresenta uma certa dispersão na matriz, mas localiza-se preferencialmente nos contornos de grão. Realizando uma análise qualitativa, observa-se que este microconstituente apresenta uma concentração maior nas linhas de microsegregação do metal de base. Nessas regiões de microsegregações há maior quantidade dos elementos químicos austenitizantes Mn e Ni, conforme Figura 5.31.

Nota-se que a distribuição do microconstituente MA é modificada após a realização do ciclo térmico de 1250 °C (CP 1). Agora encontra-se localizado em contornos de grãos de alguns pacotes de martensita. Qualitativamente, torna-se de difícil identificação pelo seu tamanho e disposição.

Realizando uma comparação qualitativa da influência do segundo ciclo térmico sobre o CP 1 (1250 °C), observa-se que os experimentos que tiveram temperatura máxima acima da temperatura Ac_3 (723 °C) apresentam o mesmo padrão.

O CP 2 (1250 °C+985 °C) apresenta um menor tamanho do microconstituente MA e quando localizado na matriz está concentrada em pequenos locais. O CP 4 (1250 °C+825 °C) apresenta a mesma tendência que o CP 1 (1250 °C) e o CP 2 (1250 °C+985 °C), porém é mais difícil de localizar o MA pelo seu tamanho reduzido.

O CP 6 (1250 °C+685 °C) possui o maior tamanho do microconstituente MA, isso mostra que na faixa entre a temperatura Ac_3 (723 °C) e a temperatura Ac_1 (590 °C) existe um aumento da fração volumétrica deste microconstituente. Porém, esse MA apresenta regiões de concentração e não são tão dispersas como no metal de base. Esse padrão na dispersão pode estar ligado a microrregiões com composição química distinta.

O reaquecimento da ZAC-GG em uma temperatura máxima abaixo da temperatura Ac_1 (590 °C), CP 7 (1250 °C+560 °C), não apresenta o mesmo efeito na dispersão do microconstituente MA que o CP 6. Porém, exibe melhor influência na distribuição que os experimentos que tiveram o segundo ciclo térmico acima da temperatura Ac_3 .

O CP 8 (1250 °C+400 °C) apresenta uma distribuição do microconstituente MA inferior ao CP 7 (1250 °C+560 °C) e ao CP 6 (1250 °C+685 °C). Sua distribuição é similar aos experimentos que foram ciclados a temperatura acima da temperatura Ac_3 , CP 2 (1250 °C+985 °C) e CP 4 (1250 °C+825 °C).

O CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C) e o CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C), que tiveram o terceiro ciclo térmico com temperatura máxima abaixo da temperatura Ac_1 (590 °C), apresentam melhor distribuição e identificação do microconstituente MA quando comparados com os CP 2 (1250 °C+985 °C) e CP 4 (1250 °C+825 °C).

Para melhorar a discussão dos resultados qualitativos da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA), apresentados na Tabela 5.9, foram desenvolvidos os gráficos da Figura 5.58, Figura 5.59, Figura 5.60 e a comparação estatística das médias, utilizando o método Tukey, é apresentado na Figura 5.61.

Observa-se na Figura 5.58 que o CP 1 (1250 °C) reduz em 65 % a fração volumétrica do microconstituente MA quando comparado com o metal de base. O ciclo térmico de soldagem, com temperatura máxima na região de crescimento de grão, gera uma transformação deste microconstituente presente no metal de base.

O reaquecimento da ZAC-GG (CP 1 1250 °C) pelo ciclo térmico com temperatura máxima de 985 °C (CP 2) reduz a fração volumétrica do microconstituente MA em 94 % quando comparado ao metal de base e 82 % quando comparado ao CP 1 (1250 °C).

A fração volumétrica do microconstituente MA para o CP 4 (1250 °C+825 °C) apresenta uma redução de 78 % quando comparado ao metal de base. Não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança

de 95 % quando comparado ao CP 1 (1250 °C), Figura 5.61, e é três vezes maior que o CP 2 (1250 °C+985 °C).

Entre os ciclos térmico que tiveram a temperatura de pico acima da temperatura Ac_3 (723°C), todos apresentam uma tendência de reduzir a fração volumétrica do microconstituente MA. Porém, esse comportamento é menos evidente quando a temperatura de pico do ciclo térmico está mais próxima da temperatura Ac_3 , caso do CP4.

O CP 6 (1250 °C+685 °C) exibe uma redução de 42 % quando comparado ao metal de base, é 66 % maior que o CP 1 (1250 °C), é dez vezes maior que o CP 2 (1250 °C+985 °C) e três vezes maior que o CP 4 (1250 °C+825 °C).

O reaquecimento da ZAC-GG por um ciclo térmico com temperatura de pico na região intercrítica, aumenta a fração volumétrica do microconstituente MA quando comparado com os ciclos térmicos de temperatura de pico acima da temperatura Ac_3 . Porém, o CP 6 ainda apresenta uma redução deste microconstituente quando comparado com o metal de base.

A fração volumétrica do microconstituente MA para o CP 7 (1250 °C+560 °C) tem uma redução de 69 % quando comparado ao metal de base, não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 1 (1250 °C), é cinco vezes maior que o CP 2 (1250 °C+985 °C), é estatisticamente igual ao CP 4 (1250 °C+825 °C) e 47 % menor que o CP 6 (1250 °C+685 °C).

A fração volumétrica do microconstituente MA para o CP 8 (1250 °C+400 °C) apresenta uma redução de 86 % quando comparado ao metal de base, não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 2 (1250 °C+985 °C) e ao CP 4 (1250 °C+825 °C), é 77 % menor que o CP 6 (1250 °C+685 °C) e 56 % menor que o CP 7 (1250 °C+560 °C).

O reaquecimento da ZAC-GG com temperaturas máximas abaixo da temperatura Ac_1 (590 °C), CP 7 (1250 °C+560 °C) e CP 8 (1250 °C+400 °C), exibem a mesma tendência de reduzir a fração volumétrica de MA quando

comparados com os experimentos que tiveram o segundo ciclo térmico acima da temperatura A_{c3} (723 °C), CP 2 (1250 °C+985 °C) e CP 4 (1250 °C+825 °C).

A fração volumétrica do microconstituente MA para o segundo ciclo térmico de reaquecimento da ZAC-GG, com temperatura máxima abaixo da temperatura A_{c1} , CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C), reduz em 86 % quando comparado ao metal de base, é 61 % menor que o CP 1 (1250 °C) e não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 2 (1250 °C+985 °C).

Quando comparado com as amostras que tiveram dois ciclos térmicos, o CP 3 não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 4 (1250 °C+825 °C) e ao CP 8 (1250 °C+400 °C), é 77 % menor quando comparada ao CP 6 (1250 °C+685 °C) e 56 % menor quando comparado ao CP 7 (1250 °C+560 °C).

Figura 5.49. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do metal de base. Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.

Figura 5.50. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP1 (1250°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.

Figura 5.51. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP2 (1250°C+985°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.

Figura 5.52. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP3 (1250°C+985°C+580°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.

Figura 5.53. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP4 (1250°C+825°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.

Figura 5.54. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP5 (1250°C+825°C+530°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.

Figura 5.55. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP6 (1250°C+685°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.

Figura 5.56. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP7 (1250°C+560°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.

Figura 5.57. Microconstituente martensita-austenita (setas em amarelo) do CP8 (1250°C+400°C). Reagente: Klemm I. Aumento: 1000X.

A fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita para o CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C) apresenta uma redução de 76 % quando comparado ao metal de base, não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 1 (1250 °C), ao CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C) e ao CP 4 (1250 °C+825 °C). Sendo quatro vezes maior que o CP 2 (1250 °C+985 °C).

Quando comparado com as amostras que tiveram dois ciclos térmicos, o CP 5 é 59 % menor que o CP 6 (1250 °C+685 °C) e não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao CP 7 (1250 °C+560 °C) e ao CP 8 (1250 °C+400 °C).

Os ciclos térmicos acima da temperatura Ac_3 apresentam uma maior dissolução do microconstituente MA, CP 2 (1250 °C+985 °C) e CP 4 (1250 °C+985 °C), essa condição não consegue ser revertida com o terceiro ciclo térmico, CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C) e CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C), pois a temperatura de pico ainda está abaixo da faixa de temperatura Ac_1 e a temperatura que se mostrou mais favorável para o aumento da fração volumétrica do microconstituente foi a temperatura intercrítica adotada no CP 6 (1250 °C+685 °C).

Nenhum dos experimentos obteve valor de fração volumétrica médio igual ou superior ao metal de base. Porém, torna-se necessário ressaltar o CP 6 (1250 °C+685 °C) que apresentou maior fração volumétrica do microconstituente MA entre os experimentos.

Nota-se que a quantificação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita via análise de imagem gera uma grande dispersão dos valores médios. Essa dispersão pode estar ligada a concentração deste em locais específicos, ao seu pequeno tamanho e ou a limitação da técnica.

Tabela 5.9. Quantificação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) dos experimentos simulados fisicamente no equipamento Gleeble®. A quantificação utilizou as micrografias obtidas com o reagente Klemm I e aumento de 1000X.

Amostra	Amostra 1 (%)	Amostra 2 (%)	Amostra 3 (%)	Amostra 4 (%)	Amostra 5 (%)	Média (%)
Metal de Base	19,0	28,6	28,1	26,5	20,9	27,8 ± 1,1
CP1 (1250°C)	9,9	2,2	7,9	15,7	11,4	9,7 ± 1,7
CP2 (1250°C+985°C)	2,0	1,2	3,4	1,7	0,9	1,7 ± 0,4
CP3 (1250°C+985°C+580°C)	3,3	5,2	3,5	4,1	2,8	3,7 ± 0,4
CP4 (1250°C+825°C)	4,4	1,3	5,2	8,6	8,9	6,1 ± 2,2
CP5 (1250°C+825°C+530°C)	5,3	6,7	4,2	8,7	7,6	6,5 ± 1,1
CP6 (1250°C+685°C)	17,6	19,8	14,8	9,9	16,1	16,1 ± 1,4
CP7 (1250°C+560°C)	10,0	3,6	7,7	7,8	15,8	8,5 ± 1,3
CP8 (1250°C+400°C)	2,5	4,4	11,9	2,0	4,2	3,7 ± 1,0

Nota: Os valores em vermelho não foram utilizados no cálculo da média.

Figura 5.58. Comparação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) entre o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP4(1250°C+825°C), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8 (1250°C+400°C) e o metal de base (MB).

Figura 5.59. Comparação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) entre o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°) e o metal de base (MB).

Figura 5.60. Comparação da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) entre todos os experimentos: CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB).

Figura 5.61. Comparação estatística entre as médias da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita de cada amostra. CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB). Demais informações Apêndice E.

5.1.7. QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DE AUSTENITA RETIDA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Na Tabela 5.10 notam-se os ângulos obtidos de cada plano cristalográfico da austenita no ensaio de difração de raios-X para cada experimento incluindo o metal de base. A relação de Nelson-Riley da ficha 00-033-0397 utilizada e os difratogramas de cada experimento com os planos cristalográficos da martensita e austenita devidamente identificados estão no Apêndice F.

A quantificação da fração volumétrica da austenita retida a partir da integral da área do pico de 100% da austenita em função do pico de 100% da fase martensita é apresentado na Tabela 5.11. Na Figura 5.62, Figura 5.63 e Figura 5.64 observam-se a influência dos ciclos térmicos simulados fisicamente sobre a variação da austenita retida.

Tabela 5.10. Ângulos da austenita identificados no ensaio de difração de raios-X.

Plano Cristal. (h, k, l)	Intensidade (%)	Ângulos Obtidos de Cada Plano Cristalográfico Identificado											
		Ficha	CP 1	CP 2	CP 3	CP 4	CP 5	CP 6	CP 7	CP 8	MB DT-L	MB DN-L	MB DL-L
(1-1-1)	100	43,583	42,73	42,71	43,04	42,80	42,79	43,62	43,64	43,07	43,70	42,75	43,59
(2-0-0)	45	50,792	51,10	51,20	50,78	51,10	50,98	50,66	50,81	50,97	50,90	50,87	50,91
(2-2-0)	26	74,699	75,17	*	75,09	75,30	74,68	74,65	74,79	74,85	74,79	74,87	74,86
(3-1-1)	30	90,697	91,33	90,84	91,05	*	90,81	90,50	90,80	90,67	90,76	90,82	90,87
(2-2-2)	12	95,968	93,90	95,48	*	*	94,46	*	94,54	94,49	96,07	96,16	96,03

Nota: * Plano cristalino não identificado na amostra.

Nota-se na Tabela 5.12 a relação da fração volumétrica de austenita retida em função do tempo que cada experimento ficou entre as temperaturas A_{c3} (723 °C) e A_{c1} (590 °C), o tempo foi medido durante o resfriamento do ciclo térmico simulado fisicamente na Gleeble®. Para melhorar a discussão foi desenvolvido o gráfico indicado na Figura 5.65.

Tabela 5.11. Fração volumétrica da austenita retida em cada experimento.

Experimento	Quantidade (%)
CP 1 (1250°C)	5,30
CP 2 (1250°C + 985°C)	1,35
CP 3 (1250°C + 985°C + 580°C)	4,59
CP 4 (1250°C + 825°C)	2,94
CP 5 (1250°C + 825°C + 530°C)	3,83
CP 6 (1250°C + 685°C)	10,74
CP7 (1250°C+560°C)	7,21
CP8 (1250°C+400°C)	3,38
Metal de Base no Sentido Transversal a Laminação	13,37

Tabela 5.12. Relação da fração volumétrica de austenita retida em função do tempo que cada experimento ficou entre as temperaturas A_{c3} (723 °C) e A_{c1} (590 °C) durante o resfriamento do ciclo térmico simulado fisicamente na Gleeble®.

Experimento	Fração Volumétrica de Austenita Retida (%)	$\Delta T_{A_{c3} - A_{c1}}$ (s)
CP1 (1250°C)	5,30	4,56*
CP2 (1250°C+985°C)	1,35	1,86
CP3 (1250°C+985°C+580°C)	4,59	2,05
CP4 (1250°C+825°C)	2,94	1,71
CP5 (1250°C+825°C+530°C)	3,83	1,87
CP6 (1250°C+685°C)	10,74	5,34@
CP7 (1250°C+560°C)	7,21	4,53*
CP8 (1250°C+400°C)	3,38	4,53*

Nota: * tempo medido durante o resfriamento do ciclo térmico de 1250 °C; @ Tempo medido durante o ciclo térmico de 685 °C; os demais tempos de resfriamento foram medidos durante o segundo ciclo térmico.

Figura 5.62. Influência do segundo ciclo térmico sobre a fração volumétrica de austenita retida entre o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP4(1250°C+825°C), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8 (1250°C+400°C) e o metal de base (MB).

O CP 1(1250 °C) apresenta 60 % menos austenita retida que o metal de base, essa redução é gerada pela temperatura máxima que o ciclo térmico alcançou. Para aços com 9 % níquel, o primeiro ciclo térmico com temperatura acima da temperatura A_{c3} (723 °C) reduz a fração volumétrica da austenita retida. Isso ocorre devido a re-austenitização do material reduzir o efeito do

tratamento térmico feito após a têmpera (“*Lamellarizing*”) que precipita a austenita nos contornos de grão, esquemas do efeito do tratamento térmico, tempo e temperatura são observados na Figura 2.8 e Figura 2.9.

Figura 5.63. Influência do terceiro ciclo térmico sobre a fração volumétrica de austenita retida entre o CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°) e o metal de base (MB).

O CP 2 (1250 °C+985 °C) tem fração volumétrica de austenita retida 74 % menor que o CP 1 (1250 °C) e 90 % menor que o metal de base. O CP 4 (1250 °C+825 °C) apresenta uma redução na fração volumétrica de austenita retida de 45 % quando comparado com o CP 1, 78 % quando comparado com o metal de base e é duas vezes maior quando comparado com o CP 2 (1250 °C+985 °C).

O reaquecimento da ZAC-GG por ciclos térmicos com temperatura máxima acima da temperatura A_{c3} (723 °C) reduz a fração volumétrica de austenita retida. Esse comportamento é similar ao do primeiro ciclo térmico (CP 1) quando comparado ao metal de base. Porém, o ciclo térmico com temperatura máxima mais próximo da temperatura A_{c3} (CP 4) tem menor efeito de redução quando comparado ao CP 2.

Figura 5.64. Influência dos ciclos térmicos simulados fisicamente no equipamento Gleeble® sobre a fração volumétrica da austenita retida entre todos os experimentos: CP1(1250°C), CP2(1250°C+985°C), CP3(1250°C+985°C+580°C), CP4(1250°C+825°C), CP5(1250°C+825°C+530°), CP6(1250°C+685°C), CP7(1250°C+560°C), CP8(1250°C+400°C) e metal base (MB).

O efeito de redução da fração volumétrica de austenita que o CP 1 (1250 °C), CP 2 (1250 °C+985 °C) e CP 4 (1250 °C+825 °C) apresentam, está associado a relação de temperatura máxima do ciclo térmico e do tempo entre a faixa de temperatura Ac_3 (723 °C) e Ac_1 (590 °C) durante o resfriamento, Figura 5.65.

O CP 1 teve a maior temperatura de pico no ciclo térmico, mas teve o maior tempo entre as temperaturas Ac_3 e Ac_1 quando comparado com o CP 2 e o CP 4. Nesse caso, podemos indicar que o tempo na faixa de temperatura intercrítica, entre as temperaturas Ac_3 e Ac_1 , foi responsável pela maior fração volumétrica de austenita retida quando comparado ao CP 2 e ao CP 4.

Ao comparar a relação tempo e temperatura na Figura 5.65 entre o CP 2 e o CP 4, observa-se que a diferença de 8 % do tempo na faixa de temperatura intercrítica possui menor influência quando comparado com a temperatura de

pico do ciclo térmico. Assim, o CP 4 (1250 °C+825 °C) apresenta maior fração volumétrica de austenita retida que o CP 2 (1250 °C+985 °C).

A fração volumétrica de austenita retida encontrada no CP 6 (1250 °C+685 °C) é 20 % menor que o metal de base, duas vezes maior que o CP 1 (1250 °C), sete vezes maior que o CP 2 (1250 °C+985 °C) e três vezes maior que o CP 4 (1250 °C+825 °C). O CP 6 apresenta a maior fração volumétrica devido o segundo ciclo térmico ter sido executado dentro da faixa temperatura intercrítica.

O CP 7 (1250 °C+560 °C) tem 46 % menos austenita retida que o metal de base, é 36 % maior que o CP 1 (1250 °C), é cinco vezes maior que o CP 2 (1250 °C+985 °C), é duas vezes e meia maior que o CP 4 (1250 °C+825 °C) e 33 % menor que o CP 6 (1250 °C+685 °C). O CP 7 apresenta uma menor fração volumétrica de austenita retida que o CP 6 (1250 °C+685 °C) devido a temperatura máxima ter sido abaixo da temperatura A_{c1} (590 °C). Porém, quando comparado com os experimentos que tiveram dois ciclos térmicos apresenta a maior fração volumétrica.

A fração volumétrica de austenita retida encontrada no CP 8 (1250 °C+400 °C) é 75 % menor que o metal de base, 36 % menor que o CP 1 (1250 °C), duas vezes e meia maior que o CP 2 (1250 °C+985 °C), 17 % maior que o CP 4 (1250 °C+825 °C), 68 % menor que o CP 6 (1250 °C+685 °C) e 53 % menor que o CP 7 (1250 °C+560 °C).

A temperatura máxima do segundo ciclo térmico do CP 8 já se encontra distante da faixa de temperatura intercrítica para influenciar positivamente na fração de austenita retida. Além de que a temperatura de pico de 400 °C, pouco acima da temperatura M_s (394 °C), permite ativar apenas a transformação da austenita retida em martensita. Este ciclo térmico possibilita um maior tempo entre as temperaturas de início e fim de transformação martensítica, M_s (394 °C) e M_f (166 °C), e faz com que a austenita retida do primeiro ciclo térmico (1250 °C) tenha mais tempo para se decompor.

A fração volumétrica de austenita retida no CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C) é 66 % menor que o metal de base, 13 % menor que o CP 1 (1250 °C) e é duas vezes maior que o CP 2 (1250 °C+985 °C). Nota-

se que a temperatura máxima do terceiro ciclo térmico mesmo abaixo da faixa temperatura intercrítica aumenta a fração volumétrica.

O CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C) apresenta uma redução na quantidade de austenita de 71 % quando comparado com o metal de base e de 28 % quando comparado com o CP 1 (1250 °C). Porém aumenta a fração volumétrica de austenita retida em 32 % quando comparado com o CP 4 (1250 °C+825 °C).

Os ciclos térmicos que tem temperatura acima da temperatura Ac_3 apresentam uma maior dissolução da austenita retida, CP 2 (1250 °C+985 °C) e CP 4 (1250 °C+825 °C). Essa condição é melhorada com o terceiro ciclo térmico com temperatura abaixo da temperatura Ac_1 (590 °C).

Ao analisar a Figura 5.65, observa-se que conforme se altera o tempo de resfriamento entre as temperaturas Ac_3 (723 °C) e Ac_1 (590 °C) há uma tendência da fração volumétrica de austenita retida acompanhar tais tempos. Porém, estão ligados a relação da temperatura máximo do último ciclo térmico.

A exceção fica para o CP 8 (1250 °C+400 °C), nesse não há alteração da fração volumétrica de austenita em função da alteração do tempo de resfriamento entre as temperaturas Ac_3 e Ac_1 .

Figura 5.65. Relação da fração volumétrica de austenita retida em função do tempo que cada experimento ficou entre as temperaturas Ac_3 (723°C) e Ac_1 (590°C) durante o resfriamento do ciclo térmico simulado fisicamente na Gleeble®.

5.1.8. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR EBSD

A análise microestrutural utilizando a técnica de EBSD no metal de base, Figura 5.66, indica que a austenita retida está concentrada nas linhas de microsegregação do metal de base. Essa austenita retida é identificada na mesma região onde o reagente Klemm I revela o microconstituente martensita-austenita. Porém, nota-se que apenas uma parte da região indicada como microconstituente MA pelo reagente Klemm I é indexada como austenita no EBSD.

Observa-se que apenas uma pequena parte da região de baixa qualidade de imagem, regiões escuras indicadas por setas em amarelo (Figura 5.66 e) e localizada na região de microsegregação, é composta de austenita retida. O restante dessa região é composta por martensita com alta concentração de imperfeições no seu retículo cristalino, tais como discordâncias [110–114].

Nota-se na Figura 5.67 que o CP 1 (1250 °C) tem a microestrutura constituída basicamente por martensita (fase na cor azul de estrutura cristalina CCC) com uma fração de austenita retida de 0,36 %. No mapa de desorientação da microestrutura está em grande parte próximo de quatro graus e se apresenta dispersa na matriz.

O reaquecimento da ZAC-GG no CP 2 (1250 °C+985 °C), com temperatura de pico acima da temperatura A_{c3} (723 °C), não altera a matriz microestrutural CFC e a fração volumétrica de austenita retida é de 0,08%. O segundo ciclo térmico não apresenta desorientação, via mapa de desorientação, localizada em nenhuma parte específica da microestrutura.

O terceiro ciclo térmico com temperatura de pico abaixo da temperatura A_{c1} (590 °C), CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C), continua apresentando uma matriz composta basicamente por martensita (fase CCC na cor azul), com fração volumétrica de austenita retida de 0,33 % e não apresenta desorientação localizada em microestrutura preferencial.

Porém, observa-se que o terceiro ciclo térmico precipita uma fase, indicada por setas em amarelo, de menor tamanho que os pacotes de martensita nos contornos de grão da austenita anterior.

Na Figura 5.68 nota-se o detalhe de uma região do CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C) onde apresenta a precipitação dessa fase no contorno de grão da austenita anterior (setas em amarelo e em preto). Observa-se que esta fase possui morfologia equiaxial, precipitação preferencial em contornos de grão, cristalografia diferente dos pacotes de martensita (setas em preto), estrutura cristalina CCC com pouca ou nenhuma austenita retida e não apresenta desorientação preferencial. Provavelmente, essa fase precipitada seja ferrita.

Observa-se na Figura 5.69 que o CP 4 (1250 °C+825 °C) apresenta uma matriz composta basicamente por martensita (fase CCC na cor azul), com fração volumétrica de austenita retida de 0,22 % e não apresenta desorientação, via mapa de desorientação, localizada em microestrutura preferencial.

Diferente do CP 2 (1250 °C+985 °C), no qual o reaquecimento da ZAC-GG também foi feito com uma temperatura de pico acima da temperatura A_{c3} (723 °C), o CP 4 apresenta a precipitação de uma fase, indicada por setas em amarelo, de menor tamanho que os pacotes de martensita nos contornos de grão da austenita anterior.

Apresenta-se na Figura 5.70 o detalhe de uma região do CP 4 (1250 °C+825 °C) onde há a precipitação dessa fase no contorno de grão da austenita anterior (setas em amarelo e em preto).

Observa-se que esta fase possui morfologia equiaxial, com precipitação preferencial em contornos de grão, cristalografia diferente dos pacotes de martensita (setas em preto), estrutura cristalina CCC com pouca ou nenhuma austenita retida e não apresenta desorientação preferencial. Essa fase é similar a fase identificada no CP 3 como ferrita.

A análise microestrutural via EBSD do CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C) também identifica a matriz microestrutural da amostra como sendo martensítica (fase CCC na cor azul), a fração volumétrica de austenita retida é de 0,23 % e

não há concentração de desorientação. Contudo, assim como o CP 3 e o CP 4, o CP 5 também apresenta a precipitação de uma fase no contorno de grão da austenita anterior.

Na Figura 5.71 observa-se uma região do CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C) onde existe a precipitação da fase com morfologia equiaxial nos contornos de grãos (setas em amarelo), constituída basicamente por uma estrutura cristalina CCC (setas em amarelo), com cristalografia diferente dos pacotes de martensita (setas em preto) e sem indicação de desorientação preferencial.

Na Figura 5.72 nota-se os mapas de EBSD dos experimentos CP 6 (1250 °C+685 °C), CP 7 (1250 °C+560 °C) e CP 8 (1250 °C+400 °C). Em nenhum dos experimentos que tiveram dois ciclos térmicos, com a temperatura de pico do segundo ciclo térmico abaixo da temperatura A_{c3} , a precipitação da fase no contorno de grão é evidente como nos experimentos CP 3, CP 4 e CP 5.

A Figura 5.73 apresenta uma região específica do CP 6 (1250 °C+685 °C) onde é possível observar os contornos de grão da microestrutura bem marcados, a microestrutura é composta basicamente por martensita, a fração volumétrica de austenita retida é de 0,92 % e não há desorientação preferencial na microestrutura.

Na Figura 5.74 observa-se uma área específica na microestrutura do CP 7 (1250 °C+560 °C) com microestrutura martensítica, os pacotes de martensita bem delineados, a fração volumétrica de austenita retida igual a 0,67 % e sem desorientação preferencial na microestrutura.

Na Figura 5.75 nota-se uma área específica na microestrutura do CP 8 (1250 °C+400 °C) com microestrutura martensítica, os pacotes de martensita bem delineados, a fração volumétrica de austenita retida igual a 0,16 % e sem desorientação preferencial na microestrutura.

Figura 5.66. Microestrutura do metal de base. a) as setas vermelhas indicam a região com microsegregação e as setas amarelas indicam a martensita (MO-Nital 2%). b) mapa de qualidade de imagem do EBSD. c) mapa de fases do EBSD (azul é CCC e vermelho é austenita). d) os pontos brancos são o microconstituente MA (MO-Klemm I). e), f) e g) são os detalhes da caixa preta na figura b): e) mapa de qualidade de imagem do EBSD. f) mapa de fases do EBSD (azul é fase CCC e vermelho é austenita). g) figura de polo inversa de todas as fases.

Figura 5.67. Análise microestrutural via EBSD. Barra de escala de 100µm. Step size de 0,6µm. 1a), 1b) e 1c) CP 1 (1250 °C). 2a), 2b) e 2c) CP 2 (1250 °C+985 °C). 3a), 3b) e 3c) CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C). a) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). b) mapa de desorientação. c) figura de polo inversa de todas as fases.

Figura 5.68. Análise microestrutural via EBSD do CP 3 (1250 °C+985 °C+580 °C). Step size de 0,1 μm . a) mapa de qualidade de imagem. b) figura de polo inversa de todas as fases. c) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). d) mapa de desorientação.

Figura 5.69. Análise microestrutural via EBSD. Barra de escala de 100µm. Step size de 0,6µm. 1a), 1b) e 1c) CP 1 (1250 °C). 4a), 4b) e 4c) CP 4 (1250 °C+825 °C). 5a), 5b) e 5c) CP 5 (1250 °C+985 °C+530 °C). a) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). b) mapa de desorientação. c) figura de polo inversa de todas as fases.

Figura 5.70. Análise microestrutural via EBSD do CP 4 (1250 °C+825 °C). Step size de 0,1 μm. a) mapa de qualidade de imagem. b) figura de polo inversa de todas as fases. c) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). d) mapa de desorientação.

Figura 5.71. Análise microestrutural via EBSD do CP 5 (1250 °C+825 °C+530 °C). Step size de 0,1 μm . a) mapa de qualidade de imagem. b) figura de polo inversa de todas as fases. c) mapa de fase (azul é FCC e vermelho é austenita). d) mapa de desorientação.

Figura 5.72. Análise microestrutural via EBSD. Barra de escala de 100µm. Step size de 0,6µm. 1a), 1b) e 1c) CP 6 (1250 °C+685 °C). 2a), 2b) e 2c) CP 7 (1250 °C+560 °C). 3a), 3b) e 3c) CP 8 (1250 °C+400 °C). a) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). b) mapa de desorientação. c) figura de polo inversa de todas as fases.

Figura 5.73. Análise microestrutural via EBSD do CP 6 (1250 °C+685 °C). Step size de 0,1 μm . a) mapa de qualidade de imagem. b) figura de polo inversa de todas as fases. c) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). d) mapa de desorientação.

Figura 5.74. Análise microestrutural via EBSD do CP 7 (1250 °C+560 °C). Step size de 0,1 μm. a) mapa de qualidade de imagem. b) figura de polo inversa de todas as fases. c) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). d) mapa de desorientação.

Figura 5.75. Análise microestrutural via EBSD do CP 8 (1250 °C+400 °C). Step size de 0,1 μm. a) mapa de qualidade de imagem. b) figura de polo inversa de todas as fases. c) mapa de fase (azul é CCC e vermelho é austenita). d) mapa de desorientação.

5.1.9. CORRELAÇÕES LINEARES SIMPLES ENTRE OS RESULTADOS

Neste item são analisados a possível existência de alguma correlação linear entre os resultados mecânicos (ensaio Charpy V (Figura 5.76) e microdureza Vickers (Figura 5.77)) e a fração volumétrica de austenita retida (obtida via análise de DRX), fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (obtida via Klemm I), a desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA) e tamanho de grão (obtido via análise EBSD).

Na Figura 5.76 a) observa-se uma baixa correlação entre a energia absorvida no ensaio Charpy V à -196 °C e a fração volumétrica de austenita retida. Essa correlação apresenta um R^2 de 0,4295. Esse resultado segue o resultado exposta na Figura 2.6 ,onde expõe a fraca correlação linear entre energia absorvida no ensaio Charpy V e a fração volumétrica de austenita retida [12–19].

Porém, ao se remover os corpos de prova CP 6 (1250 °C+685 °C), CP 7 (1250 °C+560 °C) e CP 8 (1250 °C+400 °C) da correlação, o R^2 aumenta para 0,7918. Os experimentos com dois ciclos térmicos com temperatura máxima abaixo da temperatura A_{c3} (723 °C), apresentam uma tendência de reduzirem a correlação linear entre a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V e a fração volumétrica de austenita retida.

Na Figura 5.76 b) também há uma baixa correlação linear entre os resultados obtidos no ensaio Charpy V e a quantidade de microconstituente martensita-austenita (MA), R^2 de 0,2089. Porém, assim como na correlação com a austenita retida, ao se remover os corpos de prova CP 6 (1250 °C+685 °C), CP 7 (1250 °C+560 °C) e CP 8 (1250 °C+400 °C) da correlação, o R^2 aumenta para 0,8435.

A energia absorvida no Charpy V não apresenta correlação linear com a desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA), Figura 5.76 c). O valor do R^2 é de 0,0375. A correlação linear sem os corpos de prova CP 6, CP 7 e CP 8 apresentam influência, mas não chegam a mudar o tipo da correlação linear (R^2 de 0,4468).

Na Figura 5.76 d) nota-se que a correlação linear entre os valores obtidos no ensaio Charpy e o tamanho de grão é fraca (R^2 de 0,0722). A retirada dos experimentos CP 6, CP 7 e CP 8 mudam o tipo de correlação para forte (R^2 0,5273).

Figura 5.76. Correlação entre o resultado de Charpy V e: a) a fração volumétrica de austenita retida obtida por difração de raio-X; b) a fração volumétrica do microconstituente MA; c) a desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA); d) tamanho de grão.

A influência da desorientação de contorno de grão de alto ângulo é comum em aços onde a microestrutura é composta por pacotes de martensita e ocorre fratura por clivagem [115–117]. Porém, no caso das amostras que tiveram a ZAC simulada fisicamente, não há correlação de tais fatores [118].

Na Figura 5.77 a) observa-se uma baixa correlação entre a microdureza Vickers e a fração volumétrica de austenita retida. Essa correlação apresenta um R^2 de 0,0818.

Removendo-se os corpos de prova CP 6 (1250 °C+685 °C), CP 7 (1250 °C+560 °C) e CP 8 (1250 °C+400 °C) da correlação linear, o R^2 é

alterado para 0,2020. Tal modificação não chega a mudar o tipo fraco da correlação linear.

Na Figura 5.77 b) nota-se uma baixa correlação linear (R^2 de 0,0013) entre os resultados obtidos no ensaio de microdureza e a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA). Assim como na correlação com a austenita retida, ao se remover os corpos de prova CP 6, CP 7 e CP 8 da correlação, o novo valor R^2 (0,0245) não modifica o tipo fraco da correlação linear.

A microdureza não apresenta correlação linear com a desorientação de contorno de grão de alto ângulo (R^2 0,0006), Figura 5.77 c). A correlação linear sem os corpos de prova CP 6, CP 7 e CP 8 não chegam a mudar a correlação linear (R^2 de 0,1159).

Figura 5.77. Correlação entre o resultado de microdureza Vickers e: a) a fração volumétrica de austenita retida obtida por difração de raio-X; b) a fração volumétrica do microconstituente MA; c) a desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA); d) tamanho de grão.

Na Figura 5.77 d) nota-se que a correlação linear entre a microdureza e o tamanho de grão é fraca (R^2 de 0,2086). A retirada dos experimentos CP 6, CP 7 e CP 8 mudam o tipo de correlação para forte (R^2 0,5996).

As correlações lineares simples são fracas entre os valores de energia absorvida no ensaio Charpy V e os demais resultados. Este mesmo padrão ocorre entre os valores de microdureza Vickers e os demais resultados.

O CP6 (1250+685), o CP7 (1250+560) e o CP8 (1250+400) não apresentaram forte correlação linear simples entre os fatores analisados. Isso pode ser devido o segundo ciclo térmico com temperatura máxima abaixo da temperatura A_{c3} (723 °C), que intensifica o efeito da microsegregação de fósforo nos contornos de grão da austenita anterior e ou decompõe a austenita retida em microconstituente martensita-austenita e carbonetos de ferro [24, 28].

A Figura 5.78 apresenta um esquema das transformações que podem ocorrer durante o resfriamento. Acima da temperatura A_{c3} (723 °C), o contorno de grão austenítico fica segregado de fósforo. Conforme ocorre o resfriamento, a austenita começa a se decompor em ferrita, bainita e martensita dependendo das taxas de resfriamento. Porém, o contorno de grão da austenita anterior continua apresentando uma grande quantidade de fósforo.

O efeito dessa microsegregação no CP1 (1250 °C) não é observado. Isso pode estar relacionado com o bandeamento oriundo da laminação, que ainda está presente na microestrutura e pode reduzir o efeito de fragilização por microsegregação, Figura 5.79.

Os experimentos que tiveram o segundo ciclo térmico acima da temperatura A_{c3} (723 °C) não apresentam o efeito da fragilização por microsegregação no contorno de grão, CP2 (1250+985) e CP4 (1250+825). Isso pode ocorrer devido o segundo ciclo térmico gerar uma dispersão da microsegregação no antigo grão austenítico (primeiro ciclo térmico), causada pela alteração do tamanho de grão, Figura 5.80.

Como os experimentos com o segundo ciclo térmico abaixo da temperatura A_{c3} não chegam a deixar o material totalmente austenítico, o efeito dessa microsegregação no contorno de grão não é reduzido.

Os ciclos térmicos abaixo da temperatura A_{c3} também podem gerar uma fragilização pela decomposição da austenita retida em microconstituente martensita-austenita e carbonetos de ferro [24, 28].

Figura 5.78. Esquema da etapa de microsegregação de fósforo no contorno de grão da austenita, seguido da etapa de precipitação de ferrita nos contornos de grão da austenita com microsegregação de fósforo e a difusão do carbono para a austenita e a formação dos pacotes, blocos e sub-blocos martensíticos, com ferrita e os contornos de grão da austenita anterior com microsegregação de fósforo.

Figura 5.79. Microestrutura do CP1 (1250°C) composta por martensita e linhas de bandeamento (setas em amarelo). Reagente: Nital 2%. Aumento: 200X.

Figura 5.80. Esquema da dispersão da microsegregação no antigo grão austenítico (primeiro ciclo térmico) causado pela alteração do tamanho de grão austenítico que o segundo ciclo térmico gera.

A formação desses microconstituintes acontece na etapa de resfriamento dos ciclos térmicos e está relacionado com a temperatura máxima alcançada no térmico e a taxa de resfriamento. Nota-se na Figura 5.81 a localização da austenita retida e um esquema da sua decomposição. Esse aumento da fração volumétrica de MA e de carboneto de ferro nos contornos de pacotes, blocos e sub-blocos poderiam gerar um caminho preferencial a propagação de trincas. Observa-se na Figura 5.82 a superfície fratura do CP6.

Figura 5.81. Esquema da decomposição da austenita retida em microconstituinte martensita-austenita (MA) e em carboneto de ferro.

Os experimentos que tiveram o terceiro ciclo térmico realizado abaixo da temperatura Ac_1 (560 °C) não apresentam nenhum efeito de fragilização, CP3 (1250+985+580) e CP5 (1250+825+530). Isso acontece devido o segundo ciclo térmico reduzir tanto o efeito da fragilização por microsegregação no contorno de grão como a fração volumétrica de austenita retida, que pode se decompor em microconstituente MA e em carboneto de ferro.

A decomposição da austenita retida em microconstituente martensita-austenita e carbonetos de ferro também pode gerar um efeito de fragilização nos experimentos CP6 (1250°C+685°C), CP7 (1250°C+560°C) e CP8(1250°C+400°C). Isso pode ocorrer devido a austenita retida estar localizada nos contornos de pacotes, blocos e sub-blocos martensíticos e a decomposição gerar o microconstituente martensita-austenita e carbonetos de ferro.

Figura 5.82. Fractografia da superfície do corpo de prova rompido no ensaio Charpy V à -196°C do experimento CP6 (1250°C+685°C).

5.1.10. REGRESSÃO LINEAR MÚLTIPLA ENTRE OS RESULTADOS

Devido o resultado apresentado na correlação linear simples não exibir nenhuma correlação entre as variáveis analisadas e não apresentar, por característica da técnica, interações entre mais de dois fatores simultaneamente, foi realizado uma análise de regressão linear múltipla.

Nessa regressão linear múltipla, optou-se por escolher quais são os fatores que mais influenciam na energia absorvida no ensaio Charpy V à -196 °C e se há a possibilidade de propor uma equação empírica fundamentada nos fatores influenciadores. A opção pelo resultado do ensaio Charpy V é devido a aplicação do material estudado ser em condições criogênicas.

A análise da regressão linear múltipla teve início com o desenvolvimento dos melhores subconjuntos da regressão entre os valores de energia absorvida (Charpy) em função da fração volumétrica de austenita retida (DRX); da desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA); da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA); dos valores de microdureza Vickers (Dureza); e do tamanho de grão (TG). Os resultados dos melhores subconjuntos são apresentados na Tabela 5.13.

Foram escolhidos para a análise da regressão linear múltipla de dois a três subconjuntos, linhas marcadas nas cores verde, amarelo, azul e vermelho na Tabela 5.13, de números de preditores de acordo com: o maior R^2 ; o maior R^2 ajustado; o menor número PRESS; o maior R^2 Predito; o valor de CP de Mallows mais próximo da quantidade de preditores; o menor valor de S.

Os resultados das análises de regressão linear múltipla que apresentam maior influência são dos itens 1, 6, 11, 12 e 16 e são destacados na cor verde na Tabela 5.13. Esses resultados são descritos na Tabela 5.14. Todas as análises de regressão linear múltipla estão no apêndice G.

A regressão linear apenas com a fração volumétrica de austenita retida (DRX) apresenta um R^2 de 46 %, mas tem baixa qualidade de ajuste do modelo devido o valor do R^2 ajustado.

Tabela 5.13. Valores de melhores subconjuntos da regressão linear múltipla dos valores de Charpy vs a fração volumétrica de austenita retida (DRX); desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA); fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA); microdureza Vickers (Dureza); tamanho de grão (TG).

Item	Variáveis	R ²	R ² ajust	PRESS	R ² Pred.	CP Mallows	S	DRX	CGAA	MA	Dureza	TG
1	1	43,0	33,4	46,7	15,8	1,7	2,2962	X				
2	1	20,9	7,7	75,7	0,0	3,8	2,7040			X		
3	1	9,0	0,0	93,2	0,0	5,0	2,8998				X	
4	1	7,5	0,0	97,6	0,0	5,2	2,9246					X
5	1	3,7	0,0	111,9	0,0	5,5	2,9826		X			
6	2	55,7	38,0	71,9	0,0	2,4	2,2157	X		X		
7	2	44,3	22,1	67,1	0,0	3,5	2,4847	X				X
8	2	44,0	21,6	81,3	0,0	3,5	2,4923	X	X			
9	2	43,0	20,1	82,6	0,0	3,5	2,5152	X				X
10	2	30,9	3,3	98,0	0,0	3,7	2,7678			X	X	
11	3	62,2	33,8	85,4	0,0	3,7	2,2905	X		X	X	
12	3	62,2	33,5	183,8	0,0	3,8	2,2946	X		X		X
13	3	56,0	23,0	159,0	0,0	4,4	2,4706	X	X	X		
14	3	45,7	5,0	129,1	0,0	5,4	2,7434	X	X		X	
15	3	44,6	3,1	174,1	0,0	5,5	2,7703	X			X	X
16	4	70,2	30,5	215,7	0,0	5,0	2,3468	X		X	X	X
17	4	63,1	14,0	256,6	0,0	5,7	2,6109	X	X	X		X
18	4	62,4	12,4	258,3	0,0	5,7	2,6350	X	X	X	X	
19	4	45,7	0,0	348,8	0,0	7,4	3,1670	X	X		X	X
20	4	34,3	0,0	486,4	0,0	8,5	3,4821		X	X	X	X
21	5	79,8	29,3	236,7	0,0	6,0	2,3659	X	X	X	X	X

Nota: Os subconjuntos de cor verde apresentam resultado satisfatório; o subconjunto da cor amarela apresenta resultado igual ao item 12; o subconjunto da cor azul apresenta resultado igual ao item 16; os subconjuntos de cor vermelha apresentam resultado inferior ao anterior ou algum erro em uma das linhas da análise.

Essa regressão linear não exibe capacidade de predição das respostas para novas observações devido o valor R^2 predito e tem uma correlação indesejada entre preditores presentes na análise da regressão ($VIF > 10$).

A regressão linear múltipla com a fração volumétrica de austenita retida (DRX) e a fração volumétrica de microconstituente MA apresenta melhor qualidade de ajuste do modelo devido o valor do R^2 ajustado. Exibe baixa capacidade de predição das respostas para novas observações (R^2 predito) e não há correlação entre os preditores ($VIF = 1$).

A regressão linear múltipla do item 11, Tabela 5.13, apresenta um R^2 de 70,98 % e boa qualidade de ajuste do modelo (R^2 ajustado $> 50\%$). Exibe moderada capacidade de predição das respostas para novas observações

devido o valor R^2 predito. Tem uma correlação alta, mas aceitável, entre preditores ($VIF > 5$ e < 10).

A regressão linear múltipla do item 12, Tabela 5.13, apresenta um R^2 de 82,14 % e boa qualidade de ajuste do modelo (R^2 ajustado $> 50\%$). Exibe capacidade de predição das respostas para novas observações (R^2 predito). Tem uma correlação alta, mas aceitável, entre preditores ($VIF > 5$ e < 10).

A regressão linear múltipla do item 16, Tabela 5.13, apresenta os melhores valores absolutos de todos os resultados da Tabela 5.14. Porém, a melhor regressão linear múltipla que se ajusta a condição estudada é a do item 12.

Isso ocorre devido a regressão linear múltipla do item 16 utilizar mais variáveis e não apresentar grande diferença nos valores da Tabela 5.14 quando comparado com a regressão do item 12 expressa a melhor regressão linear múltipla.

Tabela 5.14. Resultado da análise de regressão linear múltipla dos itens 1, 6, 11, 12 e 16 da Tabela 5.13.

Item	S	R^2	R^2 ajustado	PRESS	R^2 Predito	VIF
1	2,4261	46,93%	25,70%	252,044	0,00%	18,60
6	2,2962	42,95%	33,44%	46,7122	15,77%	1,00
11	1,7941	70,98%	59,37%	33,1766	40,17%	6,70
12	1,40751	82,14%	74,99%	20,3131	63,37%	6,16
16	1,39147	82,54%	75,56%	18,8757	65,96%	4,30

O modelo da equação 1 corrobora a afirmação feita na Figura 2.6, onde expõe a fraca correlação linear simples entre energia absorvida no ensaio Charpy V e a fração volumétrica de austenita retida [12–19]. Atualmente a desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA) e a fração volumétrica do microconstituente MA também são confirmados como variáveis influenciadoras, porém através de correlações simples [22, 115–118].

Assim, o resultado da regressão linear múltipla mostra que a energia absorvida no ensaio Charpy V é correlacionada com: a fração volumétrica de austenita retida; o tamanho de grão; a fração volumétrica do microconstituente MA.

$$Charpy = 20,693 + 0,0905 * MA * TG - 0,002156 * DRX^2 * TG^2 \quad (10)$$

5.2. RESULTADO DO TRATAMENTO TÉRMICO

Os experimentos da Gleeble[®] que tiveram o segundo ciclo térmico com temperatura máxima abaixo da temperatura Ac_3 (723 °C), apresentam uma redução na energia absorvida no ensaio Charpy V. Entre esses experimentos: CP6 (1250°C+685°C), CP7 (1250°C+560°C) e CP8 (1250°C+400°C), observa-se que o CP6 e o CP7 apresentam a maior fração volumétrica de austenita retida.

Assim, quando há uma maior fração volumétrica de austenita retida a energia absorvida no ensaio Charpy V reduz? Para responder essa questão, foi desenvolvido uma série de tratamentos térmicos com temperaturas de patamar iguais as temperaturas de pico de cada experimento da Gleeble[®] (CP6, CP7 e CP8).

O tratamento térmico foi dividido em duas etapas. A primeira etapa deve responder qual o tempo que gera a maior fração volumétrica de austenita retida. A segunda etapa é replicar os tratamentos térmicos nas condições que apresentam a maior e a menor quantidade austenita retida e executar o ensaio de Charpy V à -196 °C.

5.2.1. PRIMEIRA ETAPA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS

Os resultados da primeira etapa dos tratamentos térmicos estão descritos na Tabela 5.15. A Figura 5.83, Figura 5.84 e Figura 5.85 foram desenvolvidas a partir dos dados da Tabela 5.15 para melhorar a discussão dos resultados.

Para o tratamento térmico com temperatura de 1250 °C, a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) apresenta redução quando comparada com o metal de base, Figura 5.83 a).

O tempo de seis minutos apresenta uma redução de 81,3 % na fração volumétrica de MA quando comparada com o metal de base. O tempo de sessenta minutos apresenta uma redução de 42,1% quando comparado com o metal de base e é três vezes maior que o tempo de seis minutos. O tempo de seiscentos minutos é igual ao tempo de sessenta minutos, 45% menor que o metal de base e três vezes maior que o tempo de seis minutos.

Para o tratamento térmico com temperatura de 1250 °C, a fração volumétrica de austenita retida também apresenta redução quando comparada com o metal de base, Figura 5.83 b).

O tempo de seis minutos apresenta uma redução de 67,9 % na fração volumétrica de austenita quando comparada com o metal de base. O tempo de sessenta minutos apresenta uma redução de 66,4 % quando comparado com o metal de base e é um pouco maior (0,2 %) ao tempo de seis minutos.

A fração de austenita retida no tempo de seiscentos minutos é 39 % maior que o tempo de seis minutos, 33 % maior que o tempo de sessenta minutos e 55 % menor que o metal de base.

O segundo ciclo térmico com temperatura de patamar de 400 °C apresenta uma redução da fração volumétrica de microconstituente MA em função do tempo, Figura 5.84 a). A fração volumétrica de austenita retida também segue esse mesmo padrão de redução, Figura 5.85 a).

Tabela 5.15. Identificação das temperatura e tempos de patamar para cada tratamento térmico e as frações volumétricas do microconstituente MA (via Klemm I) e austenita retida (via DRX).

Primeiro Tratamento Térmico		Segundo Tratamento Térmico		Fração Volumétrica MA (%)	Fração Volumétrica Austenita (%)
Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)		
1250	6	-	-	5,2	4,3
		685	6	18,9	1,7
			60	24,8	2,5
			600	43,5 / 62,6 *	3,4
		560	6	2,6	1,0
			60	6,0	1,4
			600	14,9	1,6
		400	6	2,0	2,3
			60	0,8	1,7
			600	1,0	1,6
	60	-	-	16,1	4,5
		685	6	4,4	1,4
			60	21,2	1,5
			600	37,0 / 45,1 *	1,8
		560	6	1,5	0,9
			60	4,4	1,4
			600	7,7	1,5
		400	6	1,8	1,6
			60	0,6	1,3
			600	0,4	1,1
	600	-	-	15,2	6,0
		685	6	18,5	3,7
			60	34,4	4,6
			600	44,5 / 69,6 *	28,0
		560	6	3,5	3,1
			60	7,6	3,2
			600	22,6	6,9
		400	6	3,1	4,9
			60	1,6	2,6
			600	1,4	1,8

Nota: *possui dois valores devido a microestrutura apresentar regiões com maior e menor concentração de microconstituente MA; O tempo de tratamento térmico é o tempo de patamar que as amostras ficaram submetidas a temperatura indicada; Todas as amostras tiveram o tempo de encharque definido em 27,5 min.

Figura 5.83. Resultado dos tratamentos térmicos na temperatura de 1250°C variando o tempo. a) Fração volumétrica de microconstituente martensita-austenita (MA) via reagente Klemm I. b) Fração volumétrica de austenita retida obtida via difração de raio-X.

Figura 5.84. Fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) após o segundo tratamento térmico. a) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 400°C. b) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 560°C. c) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 685°C da região com maior microsegregação do MA. d) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 685°C da região com menor microsegregação do MA.

Figura 5.85. Fração volumétrica de austenita retida após o segundo tratamento térmico. a) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 400°C. b) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 560°C. d) Resultado do tratamento térmico com temperatura de patamar de 685°C.

Observa-se na Figura 5.86, linha tracejada na cor vermelha, que ao elevar a temperatura dos corpos de prova um pouco acima da temperatura M_s ($394\text{ }^{\circ}\text{C}$), a amostra entra no campo de transformação ferrítica e bainítica. Conforme o tempo aumenta nesta faixa de temperatura, a austenita retida vai reduzindo a fração volumétrica em função do aumento da fração de fases mais estáveis.

Figura 5.86. Diagrama de transformação isotérmico (TTT) de um aço com 9% níquel. A linha tracejada na cor vermelha representa a temperatura de tratamento térmico de 400°C . A linha tracejada na cor azul representa a temperatura de tratamento térmico de 560°C . A linha tracejada na cor verde representa a temperatura de tratamento térmico de 685°C [66].

O segundo ciclo térmico com temperatura de patamar de $560\text{ }^{\circ}\text{C}$ apresenta um aumento da fração volumétrica de microconstituente MA para todos os experimentos em função do tempo. Quanto maior for o tempo de permanência nessa temperatura, maior será a quantidade de MA, Figura 5.84 b). Porém, há uma tendência de ter menores valores que o metal de base e que as amostras submetidas apenas ao tratamento térmico de $1250\text{ }^{\circ}\text{C}$.

A fração volumétrica de austenita retida também segue esse mesmo padrão de aumento da quantidade para todos tempos testados, Figura 5.85 b). Esse padrão é mais visível para a amostra de 1250/600 min. Porém, há uma

tendência de ter menores valores que o metal de base e que as amostras submetidas apenas ao tratamento térmico de 1250 °C.

O aumento da fração volumétrica de austenita retida pode estar relacionado ao tempo de permanência dentro da região austenítica e ferrítica, linha tracejada na cor azul da Figura 5.86.

O terceiro ciclo térmico, com temperatura de patamar de 685 °C, apresenta os maiores valores da fração volumétrica do microconstituente MA para todos os experimentos em função do tempo. Quanto maior for o tempo de permanência nessa temperatura, maior será a quantidade de MA, Figura 5.84 c) e d). Há uma tendência de ter valores iguais ou maiores ao metal de base e maiores que as amostras submetidas apenas ao tratamento térmico de 1250 °C.

As amostras de 1250/60min. e 1250/600min. que foram submetidas ao tratamento térmico de 685/600min. apresentam regiões com grande microsegregação do microconstituente MA, Figura 5.87. Assim, a quantificação foi dividida na região de maior e menor microsegregação e é apresentada em dois gráficos separados na Figura 5.84 c) e Figura 5.84 d).

A fração volumétrica de austenita retida também exibe um aumento da quantidade em função do tempo de permanência na temperatura de 685 °C. Esse padrão é mais evidente para a amostra de 1250/600min. Sendo a amostra de 1250/600min. submetida a 685/600min com o maior valor de austenita retida (28,0%), Figura 5.85 c).

Porém, a fração volumétrica de austenita retida exibe uma tendência de ter menores valores que o metal de base e que as amostras submetidas apenas ao tratamento térmico de 1250 °C. Com a exceção da amostra 1250/600min. submetida a 685/600min.

Da mesma forma que as amostras submetidas ao tratamento térmico de 560°C, o aumento da fração volumétrica de austenita retida pode estar relacionado ao tempo de permanência dentro da região austenítica e ferrítica, linha tracejada na cor verde da Figura 5.86.

Figura 5.87. Microestrutura da amostra submetida ao tratamento térmico de 1250°C/600min. + 685°C/600min. com microsegregações (setas em preto) do microconstituente martensita-austenita (MA). Reagente: Klemm I. a) aumento de 25X. b) aumento de 100X.

5.2.2. SEGUNDA ETAPA DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS

Sabendo qual o tempo que gera a maior fração volumétrica de austenita retida. Pode-se iniciar a segunda etapa, que é replicar os tratamentos térmicos nas condições que apresentam a maior e a menor quantidade de austenita retida e executar o ensaio de Charpy V à -196 °C.

Entre os resultados obtidos na etapa anterior, adotou-se por escolher o tratamento térmico que apresenta a maior quantidade de austenita retida e, na

mesma temperatura, o que exibe a menor fração de austenita. A Tabela 5.16 apresenta os tratamentos térmicos escolhidos para a segunda etapa. O tratamento de 1250/600 (TT 1) foi escolhido para poder comparar o efeito do segundo tratamento térmico.

Tabela 5.16. Tratamentos térmicos escolhidos para a segunda etapa.

Experimento	Primeiro Tratamento Térmico		Segundo Tratamento Térmico		Fração Volumétrica Austenita (%)
	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	
TT 1	1250	600	-	-	6,0
TT 2			685	6	3,7
TT 3				600	28,0

Nota: O tempo de tratamento térmico é o tempo de patamar que as amostras ficaram submetidas a temperatura indicada; Todas as amostras tiveram o tempo de encharque definido em 27,5 min.

Na Figura 5.88 a), b) e c) nota-se que a microestrutura do TT 1 (1250/600) exibe um crescimento de grão da austenita anterior, é composta de uma morfologia mais alongada de martensita e possui algumas placas de martensita.

A microestrutura do TT 2 (1250/600+685/6) ainda apresenta o contorno de grão da austenita anterior delineado, é composta de regiões com uma morfologia de martensita alongada, porém menos grosseira que o TT 1 (1250/600), e tem maior quantidade de placas de martensita, Figura 5.88 d), e) e f).

A microestrutura do TT 3 (1250/600+685/600) exibe o contorno de grão da austenita anterior delineado, tem regiões com placas martensíticas bem delineadas (setas em preto) e grãos onde não é possível identificar as placas martensíticas claramente, Figura 5.88 g), h) e i).

O microconstituente martensita-austenita apresenta-se alinhado com as placas de martensita e exibem uma morfologia fina e alongada no TT 1 (1250/600), Figura 5.89 a). Após o segundo tratamento térmico, TT 2 (1250/600+685/6), o microconstituente MA ainda se apresenta alinhado com as placas de martensita, mas tem maior fração volumétrica, Figura 5.89 b).

Figura 5.88. Microestrutura das amostras: a), b) e c) do TT 1 (1250°C/600min.); d), e) e f) do TT 2 (1250°C/600min.+685°C/6min.); g), h) e i) do TT 3 (1250°C/600min.+685°C/600min.). Aumento: a), d) e g) 50X; b), e) e h) 100X; c), f) e i) 200X. Reagente: Nital com concentração de 2%.

Figura 5.89. Microconstituente martensita-austenita na cor branca (indicado por setas em preto) das amostras: a) TT 1 (1250°C/600min.); b) TT 2 (1250°C/600min.+685°C/6min.); c) TT 3 (1250°C/600min.+685°C/600min.). Aumento: 1000X. Reagente: Klemm I.

O TT 3 (1250/600+685/600) ainda exhibe o alinhamento com as placas de martensíticas, mas com uma fração volumétrica que chega a valores de mais de 62,6 % e são grandes ilhas ou placas, Figura 5.89 c).

O resultado do ensaio Charpy V à -196 °C é apresentado na Tabela 5.17 e a Figura 5.90 foi desenvolvida a partir da energia média absorvida para melhorar a discussão dos resultados.

Tabela 5.17. Valores de energia absorvida no ensaio Charpy V à -196°C. Corpos de prova reduzidos (2,5x10,0 mm) segundo ASTM A370. Demais informações Apêndice H.

Experimento	Amostra 1 (J)	Amostra 2 (J)	Amostra 3 (J)	Média (J)
TT 1 (1250/600)	15,6	18,6	15,0	16,4 ± 1,9
TT 2 (1250/600 + 685/6)	29,4	21,6	22,4	24,5 ± 4,3
TT 3 (1250/600 + 685/600)	21,3	22,2	20,1	21,2 ± 1,1

Figura 5.90. Valores médios de energia absorvida no ensaio Charpy V à 196°C. TT 1 (1250°C/600min.); TT 2 (1250°C/600min.+685°C/6min.); TT 3 (1250°C/600min.+685°C/600min.). Corpos de prova reduzidos (2,5x10,0 mm) segundo ASTM A370. Demais informações Apêndice H.

A energia absorvida no ensaio Charpy V do TT 1 (1250/600) é 41 % menor que o metal de base. O TT 2 (1250/600+685/6) é estatisticamente igual ao metal de base e 49,4 % maior que o TT 1 (1250/600).

A energia absorvida do TT 3 (1250/600+685/600) é 24 % menor que o metal de base, não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao TT 1 (1250/600) e ao TT 2 (1250/600+685/6). O apêndice H apresenta a comparação das médias entre os resultados de Charpy V.

A fractografia do TT 1 (1250/600) apresenta o início da fratura com característica dúctil com microcavidades, Figura 5.91. Porém, exibe a partir do meio da fratura de característica frágil com propagação de trinca transgranular, Figura 5.92. O TT 2 (1250/600+685/6) tem a mesma característica do TT 1 (1250/600), mas com uma menor área de fratura frágil e com microcavidades menores, Figura 5.93.

Figura 5.91. Fractografia da região dúctil do corpo de prova Charpy V rompido à -196°C do TT1 (1250°C/600min.).

A fractografia do TT 3 (1250/600+685/600) apresenta no início da trinca uma fratura dúctil com microcavidades maiores que as outras amostras e com

grandes arrancamentos com características menos dúcteis (setas em amarelo), Figura 5.94. A partir do meio da fratura, há regiões com clivagem, as microcavidades são maiores que no início e os arrancamento com características menos dúcteis ficam mais evidentes.

Figura 5.92. Fractografia da região frágil do corpo de prova Charpy V rompido à -196°C do TT 1 ($1250^{\circ}\text{C}/600\text{min.}$).

A Figura 5.96 exibe a correlação linear entre a energia absorvida no ensaio Charpy V à -196°C e a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita. Há uma correlação fraca (R^2 0,1821) entre esses dois fatores, pois não é possível identificar se o microconstituente MA reduz ou aumenta a energia absorvida.

A Figura 5.97 exibe a correlação linear entre a energia absorvida no ensaio Charpy V à -196°C e a fração volumétrica da austenita retida obtida via ensaio de difração de raios-X. Também há uma correlação fraca (R^2 0,0207) entre esses dois fatores, pois não é possível identificar se a austenita retida reduz ou aumenta a energia absorvida.

Figura 5.93. Fractografia do corpo de prova Charpy V rompido à -196°C do TT 2 (1250°C/600min. + 685°C/6min.).

Figura 5.94. Fractografia do corpo de prova Charpy V rompido à -196°C do TT 3 (1250°C/600min. + 685°C/600min.).

Figura 5.95. Fractografia da região menos dúctil do corpo de prova Charpy V rompido à -196°C do TT 3 ($1250^{\circ}\text{C}/600\text{min.} + 685^{\circ}\text{C}/600\text{min.}$).

Figura 5.96. Correlação linear entre os valores médios de energia absorvida no ensaio Charpy V à 196°C e as frações volumétricas de austenita retida. TT 1 ($1250^{\circ}\text{C}/600\text{min.}$); TT 2 ($1250^{\circ}\text{C}/600\text{min.} + 685^{\circ}\text{C}/6\text{min.}$); TT 3 ($1250^{\circ}\text{C}/600\text{min.} + 685^{\circ}\text{C}/600\text{min.}$).

Figura 5.97. Correlação linear entre os valores médios de energia absorvida no ensaio Charpy V à 196°C e as frações volumétricas de microconstituente martensita-austenita. TT 1 (1250°C/600min.); TT 2 (1250°C/600min.+685°C/6min.); TT 3 (1250°C/600m.+685°C/600min.).

5.3. RESULTADOS DOS EXPERIMENTOS SOLDADOS COM O PROCESSO DE SOLDAGEM POR ATRITO LINEAR COM MISTURA

5.3.1. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR MICROSCOPIA ÓPTICA COM O REAGENTE NITAL

Observa-se na Figura 5.98 as principais regiões da junta soldada com um passe pelo processo de soldagem de atrito linear com mistura. A microestrutura da zona misturada pela ferramenta de soldagem, Figura 5.98 1, não apresenta o bandeamento do metal de base devido ter sido alterada pelo trabalho mecânico da ferramenta de soldagem.

Nota-se na região 2 da Figura 5.98 a microestrutura de transição entre o metal de base e a zona afetada pelo calor (ZAC). Na região 3 da Figura 5.98, observa-se a transição entre a zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e a zona misturada pela ferramenta do lado de retrocesso.

A região 4 da Figura 5.98 também apresenta a região de transição entre a zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e a zona misturada pela ferramenta, mas do lado de avanço.

Como a junta soldada não apresenta penetração total por um lado, devido o comprimento da ferramenta ser de 5,7 mm, há uma propagação da trinca a partir do chanfro não soldado, região 5 da Figura 5.98.

A microestrutura da zona misturada pela ferramenta de soldagem é composta por placas de martensita, bainita (setas em azul), produtos alongados (seta em vermelho) e alguns produtos poligonais (setas em amarelo), Figura 5.99 a1) e b1).

A microestrutura da zona afetada pelo calor (ZAC) exhibe pequenas placas de martensita com microsegregação oriunda do metal de base. Há placas com poucos precipitados e microrregiões com uma maior quantidade de precipitados, Figura 5.99 c2) e d2). A microestrutura da zona termomecanicamente afetada (ZTMA) do primeiro passe é composta por linhas com pequenas placas de martensita, apresentando um forte fluxo de deformação causado pelo trabalho mecânico da ferramenta de soldagem, Figura 5.100 a3) e b3).

Entre as linhas de martensita, notam-se microrregiões com grande fluxo de deformação onde há poucos precipitados e pacotes de martensita (setas em preto), Figura 5.100 a3) e b3). Esse padrão de microestrutura é comum tanto para o lado de retrocesso como para o lado de avanço da ferramenta.

O segundo passe de soldagem, no lado oposto ao primeiro passe, executado pelo processo de soldagem por atrito linear com mistura gera um reaquecimento do primeiro passe. Entre as regiões que apresentam grande modificação microestrutural destacam-se a zona misturada (região 1 da Figura 5.98) e a ZTMA (região 3 e 4 da Figura 5.98).

Após o segundo passe, a microestrutura da zona misturada do primeiro passe apresenta três microestruturas distintas, Figura 5.101. A microrregião 1 da Figura 5.101 localiza-se mais próximo da face do primeiro cordão, a microrregião 3 da Figura 5.101 localiza-se mais próximo do segundo passe e a microrregião da Figura 5.101 é intermediária entre as microrregiões 1 e 3.

Figura 5.98. Microestrutura da junta soldada com um passe por atrito linear. 1) zona misturada. 2) transição entre o metal de base e a ZAC. 3) transição entre a zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e a zona misturada do lado de retrocesso. 4) transição entre a zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e a zona misturada do lado de avanço. 5) trinca propagada a partir do chanfro que não foi soldado.

Figura 5.99. a1) aumento de 500X e b1) aumento de 1000X da microestrutura da zona misturada do primeiro passe. C2) aumento de 500X e d2) aumento de 1000X da microestrutura da ZAC. Bainita (setas em azul); produtos poligonais (setas em amarelo); microestrutura com morfologia alongada (seta em vermelho).

Figura 5.100. a3) aumento de 500X e b3) aumento de 1000X da microestrutura da zona termomecanicamente afetada (ZTMA) com as linhas de deformação (setas em preto). c5) aumento de 500X e d5) aumento de 1000X da trinca propagada a partir do chanfro que não foi soldado.

Figura 5.101. Macrografia da junta soldada por atrito linear com dois passes. O efeito dos ciclos térmicos do segundo passe sobre a microestrutura da zona misturada do primeiro passe apresenta três regiões com microestruturas distintas. Ataque: Nital 2%. Aumento: 25X.

Figura 5.102. Microestrutura da região 1, Figura 5.101, da zona misturada do primeiro passe afetada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.103. Microestrutura da região 1, Figura 5.101, da zona misturada do primeiro passe afetada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 1000X.

Figura 5.104. Microestrutura da região 2, Figura 5.101, da zona misturada do primeiro passe afetada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.105. Microestrutura da região 2, Figura 5.101, da zona misturada do primeiro passe afetada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 1000X.

Figura 5.106. Microestrutura da região 3, Figura 5.101, da zona misturada do primeiro passe afetada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.107. Microestrutura da região 3, Figura 5.101, da zona misturada do primeiro passe afetada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 1000X.

A microestrutura da microrregião 1 da Figura 5.101 exibe contornos de grão da austenita anterior e dos pacotes bainíticos bem delineados, Figura 5.102. O reaquecimento realizado pelo ciclo térmico do segundo passe reduz a quantidade de precipitados na microestrutura, Figura 5.103.

A microestrutura da microrregião 2 da Figura 5.101 tem aproximadamente 400 μm de espessura, contornos bem delineados da bainita e algumas placas de ferrita, Figura 5.104. Também se nota que os contornos de grão entre os pacotes de bainita apresentam uma microestrutura de cor cinza mais escuro e morfologia poligonal (setas em amarelo), Figura 5.105.

A microestrutura da microrregião 3 da Figura 5.101 apresenta um maior refino quando comparado com as demais e é composto por placas poligonais de ferrita e carbonetos, Figura 5.106 e Figura 5.107.

O reaquecimento causado pelo segundo passe, modifica a microestrutura da zona termomecanicamente afetada (ZTMA) do primeiro passe em três microrregiões distintas, Figura 5.108. As microestruturas são observadas com mais detalhes entre a Figura 5.109 e a Figura 5.114.

Figura 5.108. Macrografia da junta soldada por atrito linear com dois passes. O efeito dos ciclos térmicos do segundo passe sobre a microestrutura da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe apresenta três regiões com microestruturas distintas.

A microrregião 1 da Figura 5.108 localiza-se mais próximo da face do primeiro cordão, a microrregião 3 da Figura 5.108 localiza-se mais próximo do segundo passe e a microrregião da Figura 5.108 é intermediária entre as

microrregiões 1 e 3. Esse efeito é idêntico tanto para o lado de retrocesso como para o lado de avanço.

A microestrutura da microrregião 1 da Figura 5.108 exibe linhas de fluxo de deformação da ZTMA e pacotes bainíticos bem delineados, Figura 5.109. O reaquecimento realizado pelo ciclo térmico do segundo passe não gera grandes modificações na microestrutura, Figura 5.110.

A microestrutura da microrregião 2 da Figura 5.108 exibe linhas de fluxo de deformação da ZTMA mais evidente que as demais regiões da ZTMA. Essa região possui aproximadamente 400 μm de espessura, a bainita está localizada entre as linhas do fluxo de deformação e entre as faixas de bainita há uma microestrutura de cor cinza mais escura, Figura 5.111 e Figura 5.112.

A microestrutura da microrregião 3 da Figura 5.108 exibe as linhas de deformação sem presença de carbonetos (seta em preto), apresenta um maior refino quando comparado com as demais regiões e é composto por placas poligonais de ferrita e carbonetos, Figura 5.113 e Figura 5.114.

Figura 5.109. Microestrutura da região 1, Figura 5.108, da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.110. Microestrutura da região 1, Figura 5.108, da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 1000X.

Figura 5.111. Microestrutura da região 2, Figura 5.108, da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.112. Microestrutura da região 2, Figura 5.108, da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 1000X.

Figura 5.113. Microestrutura da região 3, Figura 5.108, da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 500X.

Figura 5.114. Microestrutura da região 3, Figura 5.108, da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo ciclo térmico do segundo passe. Reagente: Nital 2%. Aumento: 1000X.

5.3.2. QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DO MICROCONSTITUINTE MARTENSITA-AUSTENITA VIA METALOGRAFIA COLORIDA ÓPTICA

O microconstituente martensita-austenita (MA) do metal de base apresenta uma certa dispersão na matriz, mas localiza-se preferencialmente nas linhas de microsegregação do metal de base, Figura 5.115. Nessas regiões de microsegregações há maior quantidade dos elementos químicos austenitizantes Mn e Ni.

A zona afetada pelo calor (ZAC) da junta soldada com um passe, apresenta regiões de maior concentração do microconstituente MA que o metal de base. Essas linhas de segregação são oriundas do metal de base e mais evidenciadas pelo efeito do ciclo térmico do processo de soldagem, Figura 5.115.

O ataque colorido com o reagente Klemm I torna as linhas do fluxo de deformação da ZTMA mais evidentes. Nota-se que essas linhas são oriundas da microsegregação do metal de base que são intensificadas na ZAC, Figura 5.116. Devido esse reagente revelar essas linhas de deformação, fica difícil identificar na região da ZTMA a fração volumétrica do microconstituente MA.

Na região da zona misturada do primeiro passe, o microconstituente MA está localizado nos contornos de grão e apresenta uma boa homogeneidade, diferente do encontrado no metal de base, na ZAC e na ZTMA, Figura 5.117.

O segundo passe gera um reaquecimento sobre o primeiro passe. As regiões que apresentam grande modificação microestruturais são a zona misturada e a ZTMA do primeiro passe, Figura 5.118 e Figura 5.119.

O microconstituente MA na microrregião 1 da Figura 5.118 da zona misturada se localiza nos contornos de grão, apresenta boa homogeneidade na microestrutura e tem tamanho muito pequeno.

O microconstituente MA na microrregião 2 da Figura 5.118 se localiza nos contornos de grão, tem grande concentração em contornos e apresenta o maior tamanho quando comparado com as demais microrregiões. A microestrutura observada na Figura 5.105 com o reagente Nital 2 % possui a mesma localização e morfologia.

Entre as três regiões a microrregião 3 da Figura 5.118 possui a condição onde o microconstituente MA é mais fino e disperso na matriz. Assim, torna-se difícil de indicar sua localização na microestrutura.

A microrregião 1 da Figura 5.119 tem o microconstituente MA distribuído entre os contornos de grão, apresenta tamanho pequeno e o reagente também colore de branco as linhas de fluxo de deformação.

A microrregião 2 da Figura 5.119 apresenta o microconstituente MA entre as linhas de fluxo de deformação e em alguns contornos de grão. Essa condição é similar a condição da microrregião 1 da Figura 5.119, mas com uma menor intensidade nas linhas de deformação.

Figura 5.115. Distribuição do microconstituente MA (cor branco) na região de transição entre o metal de base e a ZAC. a) aumento de 25X; b) aumento de 200X; c) aumento de 500X. Reagente: Klemm I.

Figura 5.116. Distribuição do microconstituente MA (cor branco) na região de transição entre a zona termomecanicamente afetada e a zona misturada. a) aumento de 25X; b) aumento de 200X; c) aumento de 500X. Reagente: Klemm I.

Figura 5.117. Microconstituente martensita-austenita (MA) da zona misturada do primeiro passe. Aumento de 1000X. Reagente Klemm I.

Observa-se que a microrregião 3 da Figura 5.119 também exibe o microconstituente MA entre as linhas de deformação. Contudo, as linhas de deformação também são coloridas de branco tornando o microconstituente de difícil identificação. Essa condição é similar a apresentada na Figura 5.116.

A quantificação da fração volumétrica do microconstituente MA foi realizada apenas na zona de mistura do primeiro passe, com e sem o reaquecimento do segundo passe, devido ser a região que foi submetida ao ensaio Charpy V.

A Tabela 5.18 apresenta os valores de fração volumétrica para cada condição e a Figura 5.120 foi desenvolvida usando as médias da fração volumétrica do MA para: o FSW 1 (zona misturada do primeiro passe, Figura 5.117); o FSW 2 (zona misturada do primeiro passe reaquecida pelo segundo passe, região 1 da Figura 5.118); o FSW 3 (zona misturada do primeiro passe reaquecida pelo segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.118).

Figura 5.118. Microconstituente martensita-austenita (MA) da zona de mistura do primeiro passe modificado pelo segundo passe. a) micrografia com aumento de 25X com as três regiões da zona de mistura do primeiro passe que foram modificadas pelo ciclo térmico do segundo passe, reagente Nital 2%. 1), 2) e 3) Aumento de 1000X. Reagente Klemm I.

Figura 5.119. Microconstituente martensita-austenita (MA) da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificado pelo segundo passe. a) micrografia com aumento de 25X com as três regiões do primeiro passe que foram modificadas pelo ciclo térmico do segundo passe, reagente Nital 2%. 1), 2) e 3) Aumento de 1000X. Reagente Klemm I.

Tabela 5.18. Fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita da zona misturada do primeiro passe. FSW 1 (antes do segundo passe, Figura 5.117); FSW 2 (depois do segundo passe, região 1 da Figura 5.118); FSW 3 (depois do segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.118). Demais informações Apêndice I.

Fração Volumétrica do Microconstituente Martensita-Austenita (%)		
FSW 1	FSW 2	FSW 3
9,4	7,3	10,9
11,6	3,5	10,8
12,7	4,8	9,2
$11,2 \pm 1,7$	$5,2 \pm 1,9$	$10,3 \pm 1,0$

A fração volumétrica do FSW 1 (zona misturada do primeiro passe, Figura 5.117) é 59,7 % menor que o metal de base. O FSW 2 (zona misturada do primeiro passe reaquescida pelo segundo passe, região 1 da Figura 5.118) é 81,3 % menor que o metal de base e 53,6 % menor que o FSW 1.

Figura 5.120. Fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita na zona misturada do primeiro passe. FSW 1 (antes do segundo passe, Figura 5.117); FSW 2 (depois do segundo passe, região 1 da Figura 5.118); FSW 3 (depois do segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.118). Demais informações Apêndice I.

O FSW 3 (zona misturada do primeiro passe reaquescida pelo segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.118) é 62,9 % menor que o metal base, estatisticamente igual ao FSW 1 (zona misturada do primeiro passe, Figura 5.117) e 49 % maior que o FSW 2 (zona misturada do primeiro passe reaquescida

pelo segundo passe, região 1 da Figura 5.118). A comparação estatística entre as médias está no apêndice I.

5.3.3. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR EBSD

A zona afetada pelo calor (ZAC) da junta soldada com um passe, apresenta regiões de maior concentração do microconstituente MA que o metal de base, setas em amarelo da Figura 5.121 b). Porém, a fração volumétrica média da austenita retida é 38% menor que o metal de base (4,5 %) e o tamanho de grão é de 2,9 μm . As linhas de microsegregação da austenita na ZAC são oriundas do metal de base seguem o padrão do microconstituente MA, Figura 5.121 d).

O ataque colorido com o reagente Klemm I torna as linhas do fluxo de deformação da ZTMA mais evidentes, Figura 5.122 d). Nota-se que essas linhas, oriundas da microsegregação do metal de base e intensificadas na ZAC, apresentam uma baixa fração volumétrica de austenita retida (1,7 %), Figura 5.122 a).

A fração volumétrica de austenita retida na zona misturada do primeiro passe é de 0,97 % e o tamanho de grão é de 4,6 μm . O efeito do trabalho mecânico da ferramenta de soldagem reduz a austenita em 86,7% quando comparado com o metal de base, 78,4 % quando comparado com a ZAC e 42,9 % quando comparado com a ZTMA, Figura 5.123. Nota-se na Figura 5.124 a baixa fração de austenita retida na microestrutura da zona misturada.

O reaquecimento do primeiro passe gera modificações microestruturais na zona misturada e na ZTMA, Figura 5.125. Os mapas de EBSD foram executados nessas regiões e são observados na Figura 5.126, Figura 5.127, Figura 5.128 e Figura 5.129.

Figura 5.121. Microestrutura de transição entre o metal de base e a ZAC da amostra com um passe. Barra de escala de 100μm. Step size de 0,1μm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita com setas em amarelo). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 200X.

Figura 5.122. Microestrutura de transição entre a ZAC e a zona misturada da amostra com um passe. Barra de escala de 100μm. Step size de 0,1μm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 200X.

Figura 5.123. Microestrutura da zona misturada da amostra com um passe. Barra de escala de 60 μm . Step size de 0,1 μm . a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 200X. d) figura de polo inversa de todas as fases.

Figura 5.124. Microestrutura da zona misturada do primeiro passe. Barra de escala de $10\mu\text{m}$. Step size de $0,1\mu\text{m}$. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) mapa de qualidade de imagem com a localização da região analisada em a), b) e c). e) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 1000X.

Figura 5.125. Macrografia indicando as regiões A e B onde foram realizados os mapas de EBSD. A) Micrografia da zona misturada do primeiro passe afetada pelo segundo passe com as três regiões onde foram realizados os mapas de EBSD. B) Micrografia da zona termomecanicamente afetada do primeiro passe modificada pelo segundo passe com a região onde foi realizado o mapa de EBSD. Aumento de 25X. Reagente: Nital 2%.

Figura 5.126. Microestrutura da zona de mistura do primeiro passe afetada pelo segundo passe. Barra de escala de 10µm. Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) micrografia da localização da região analisada, aumento de 25X e Nital 2%. e) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 1000X.

Figura 5.127. Microestrutura da zona misturada do primeiro passe afetada pelo segundo passe. Barra de escala de 10µm. Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) micrografia da localização da região analisada, aumento de 25X e Nital 2%. e) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 1000X.

Figura 5.128. Microestrutura da zona misturada do primeiro passe afetada pelo segundo passe. Barra de escala de 10µm. Step size de 0,1µm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) micrografia da localização da região analisada, aumento de 25X e Nital 2%. e) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 1000X.

Figura 5.129. Microestrutura da ZTMA do primeiro passe afetada pelo segundo passe. Barra de escala de 10 μm . Step size de 0,1 μm . a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) figura de polo inversa de todas as fases. d) micrografia da localização da região analisada, aumento de 25X e Nital 2%. e) micrografia revelando o MA por microscopia óptica, reagente Klemm I e aumento de 1000X.

A fração volumétrica de austenita retida na microrregião 1 da Figura 5.126 é 0,61 % e o tamanho de grão é de 4,7 μm . A quantidade de austenita é 91,6 % menor que o metal de base e 37 % menor que a zona misturada sem o reaquecimento do segundo passe, Figura 5.124.

A microrregião 2 da Figura 5.127 apresenta grande parte das regiões identificadas como microconstituente MA, pelo reagente Klemm I, sem a indexação austenita. Essa microestrutura tem baixa qualidade de imagem nos mapas de EBSD (setas em amarelo). Assim como o metal de base, essa microestrutura é composta por martensita com alta concentração de imperfeições no seu retículo cristalino, tais como discordância e defeitos puntiformes [110–114].

A microrregião 2 da Figura 5.127 tem 0,94 % de austenita retida e tamanho de grão de 5,0 μm . A quantidade de austenita nessa região é 87 % menor que o metal de base, igual a zona misturada do primeiro passe (Figura 5.124) e 35 % menor que a microrregião 1 da Figura 5.126.

A microrregião 3 da Figura 5.128 tem 1,1 % de austenita retida e tamanho de grão de 3,1 μm . A quantidade de austenita nessa região é 84,9% menor que o metal de base, 13,4 % menor que a zona misturada do primeiro passe (Figura 5.124), 80 % maior que a microrregião 1 da Figura 5.126 e 17 % maior que a microrregião 2 da Figura 5.127.

Similar ao que ocorre no metal de base e na microrregião 2 da Figura 5.127 quando reaquecida pelo segundo passe. A ZTMA do primeiro passe, Figura 5.129, também apresenta a formação de martensita com alta concentração de imperfeições no seu retículo cristalino e baixo volume de austenita retida [110–114].

5.3.4. ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

Observa-se no mapa de microdureza Vickers da Figura 5.130 que a microdureza média da zona misturada do primeiro passe é 45 % (350 HV 0,5) maior que o metal base (240 HV 0,5).

Os maiores valores de microdureza estão localizados entre a zona termomecanicamente afetada (ZTMA) e a zona afetada pelo calor (ZAC), nessas regiões os valores chegam a ser 75 % (420 HV 0,5) maiores que o metal base. Essa região, entre a ZTMA e a ZAC, apresenta valores similares a zona misturada (350 HV 0,5) e regiões com 300 HV 0,5 de microdureza, 25 % superior ao metal de base.

Nota-se que esse padrão é similar para o lado de retrocesso e o lado de avanço. Porém, o lado de retrocesso apresenta uma maior quantidade de pontos de dureza entre 400 e 420 HV 0,5 quando comparado com o lado de avanço. Essa diferença é mais perceptível na ZAC.

Nota-se na Figura 5.131 que a zona misturada do segundo passe tem dureza similar a zona mistura do primeiro passe (Figura 5.130). A região da zona misturada do segundo passe apresenta dureza aproximada de 350 HV 0,5 e as regiões da ZTMA e da ZAC apresentam os maiores valores de dureza (420 HV 0,5).

A microdureza entre o lado de retrocesso e o lado de avanço são similares. Porém, o lado de avanço passa a apresentar uma maior quantidade de pontos de microdureza entre 400 e 420 HV 0,5 quando comparado com o lado de retrocesso.

Essa inversão nos valores de microdureza pode ser explicada pela maior dureza que a ferramenta de soldagem encontra durante a execução do segundo cordão, quando comparada com a dureza que a ferramenta encontrou para realizar o primeiro cordão.

Após a execução do segundo passe, a zona misturada do primeiro passe apresenta quatro regiões com diferentes durezas, Figura 5.131. A grande parte

da zona misturada do primeiro passe (cor azul na Figura 5.131 e posição 1) apresenta uma redução de aproximadamente 23 % quando comparado com a mesma região antes do segundo passe, porém ainda é 12,5 % (270 HV 0,5) maior que o metal de base.

Figura 5.130. a) Mapa de microdureza Vickers da amostra com um cordão com 3.492 impressões de microdureza (força 0,5 kgf). b) Macrografia da junta soldada.

A segunda região da zona misturada do primeiro passe (cor verde na Figura 5.131 e posição 2) apresenta dureza de 310 HV 0,5 que é 11 % menor que a mesma região antes do segundo passe e 29 % superior ao metal de base.

A terceira região da zona misturada do primeiro passe (cor amarela na Figura 5.131 e posição 3) possui dureza similar (345 HV 0,5) a mesma região antes do segundo passe e 41 % superior ao metal de base.

A quarta região da zona misturada do primeiro passe (cor vermelha na Figura 5.131 e posição 4) possui dureza com valores máximos de 400 HV 0,5, sendo 14 % superior a mesma região antes do segundo passe e 66 % superior

ao metal de base. Essa região apresenta dureza similar a ZTMA e a ZAC, porém 4,7 % inferior.

Figura 5.131. a) Mapa de microdureza Vickers da amostra com dois cordões com 3.639 impressões de microdureza (força 0,5 kgf). b) Macrografia da junta soldada.

A microdureza da ZTMA e da ZAC do primeiro passe estavam entre 350 HV 0,5 e 420 HV 0,5, após o segundo passe foi reduzido para valores entre 280 HV 0,5 e 350 HV 0,5.

Observa-se que os valores de microdureza são menores na região mais próxima da zona misturada do segundo passe, região onde o ciclo térmico do segundo cordão obteve maior temperatura de pico, e maiores nas regiões mais próximas da face do primeiro passe, região onde o ciclo térmico do segundo passe teve menor temperatura de pico.

A microdureza da ZTMA e da ZAC do primeiro passe próximo da face do cordão, região influenciada pelo ombro da ferramenta, continua a apresentar valores de dureza superiores após o segundo passe, Figura 5.132.

A ZAC do lado de retrocesso apresenta os maiores valores de microdureza, entre 340 e 378 HV 0,05, quando comparado com o lado de avanço. Porém, observa-se que na região da zona misturada, próximo da face do cordão, a dureza apresenta valores que estão próximos de 315 HV 0,05. Esses valores de microdureza são mais evidentes no lado de avanço quando comparado com o lado de retrocesso.

A Figura 5.132 mostra que a zona misturada não tem microdureza totalmente homogênea. O lado de avanço possui microdureza próxima de 320 HV 0,05 enquanto o lado de retrocesso possui dureza próxima de 300 HV 0,05, essa diferença nos valores de microdureza também é observada para a ZTMA e a ZAC. Está relacionada com a quantidade de calor gerado no segundo passe, que não foi suficiente para transformar toda a região processada durante o primeiro passe.

A Figura 5.132 apresenta as microdurezas das diferentes regiões da zona de mistura do primeiro passe. Nota-se que além das quatro regiões descritas utilizando a Figura 5.131, destaca-se a faixa de dureza de 400 HV 0,05 entre duas regiões com dureza de 340 HV 0,05.

Figura 5.132. Mapa de microdureza Vickers da amostra com dois cordões. O lado de retrocesso (LR) tem 3.129 impressões de microdureza Vickers, o cordão de solda (CS) tem 6.935 impressões de microdureza Vickers e o lado de avanço (LA) tem 3.129 impressões de microdureza Vickers (força 0,05 kgf).

5.3.5. ENSAIO CHARPY “V”

O resultado da energia absorvida no ensaio Charpy V à -196 °C está na Tabela 5.19 e a Figura 5.133 foi desenvolvida para facilitar a discussão dos resultados no ensaio Charpy.

A energia absorvida no ensaio Charpy V do corpo de prova reduzido do FSW 1 (entalhe na zona misturada do primeiro passe antes do segundo passe, região 1 da Figura 5.98) apresentou $19,9 \pm 0,8$ J de energia média e é aproximadamente 29 % menor que o metal de base (28 J), Figura 5.133.

O FSW 2 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, região 1 da Figura 5.101) teve energia de $24,1 \pm 2,5$ J e não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao metal de base.

O FSW 3 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.101), apresentou energia absorvida média de $20 \pm 1,3$ J e é 28,5 % menor que o metal de base.

As amostras FSW 1 e FSW 3 não apresentam diferença significativa no intervalo de confiança de 95 %. O FSW 2 apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado com as amostras FSW 1 e FSW 3. Assim, o FSW 2 é 17,4 % maior que o FSW 1 e o FSW 3. As comparações estatísticas entre as médias encontram-se no apêndice J.

A energia média absorvida no ensaio Charpy V nos corpos de prova com tamanho padrão (FSW 4 10x10 mm) foi de $163,6 \pm 7,6$ J, sendo 23 % menor que o metal de base ($214,5 \pm 16,4$ J).

Entre os processos de soldagem e junção já testados para unir aços ligados ao níquel sem metal de adição, o processo de soldagem por feixe de elétrons se apresenta como opção e é encontrado no trabalho de KIM [10].

Os resultados obtidos com o processo de soldagem por atrito linear com mistura é 72 % superior a energia absorvida no metal de solda produzido por

soldagem com feixe de elétrons sem adição de níquel e 27 % superior a energia absorvida no metal de solda produzido com adição de níquel [10].

Tabela 5.19. Resultados do ensaio Charpy V à -196°C. FSW 1 (entalhe na zona misturada do primeiro passe antes do segundo passe, região 1 da Figura 5.98); FSW 2 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, região 1 da Figura 5.101); FSW 3 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.101). Corpos de prova reduzidos (2,5x10,0 mm) segundo ASTM A370.

Repetição	Charpy reduzido (2,5 mm)				Charpy (10x10 mm)	
	FSW 1	FSW 2	FSW 3	MB-L	FSW 4	MB-L
1	19,5 J	23,9 J	19,6 J	28,0 J	171,8 J	231,2 J
2	20,7 J	26,8 J	18,9 J	28,0 J	162,2 J	213,7 J
3	19,3 J	21,7 J	21,4 J	28,0 J	156,8 J	198,4 J
Média (J)	19,9±1,5	24,1±5,1	20,0±2,5	28,0±0,0	163,6±7,6	214,5±32

Figura 5.133. Resultados do ensaio Charpy V à -196°C. TT 1 (entalhe na zona misturada do primeiro passe antes do segundo passe, região 1 da Figura 5.98); TT 2 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, região 1 da Figura 5.101); TT 3 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.101). Demais informações no apêndice J. Corpos de prova reduzido (2,5x10,0 mm) segundo ASTM A370.

5.3.6. ANÁLISE DOS CORPOS DE PROVA ROMPIDOS NO ENSAIO CHARPY “V”

As fractografias de todas as amostras, FSW 1 (entalhe na zona misturada do primeiro passe antes do segundo passe, região 1 da Figura 5.98), FSW 2 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, região 1 da Figura 5.101), FSW 3 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.101) e FSW 4 (tamanho padrão de 10x10 mm), apresentam comportamento dúctil com micromecanismo da fratura por coalescência de microcavidades.

As amostras FSW 1 e FSW 3 apresentam fractografias similares com diâmetro médio das microcavidades de $19,4 \pm 10,6 \mu\text{m}$ e $17,0 \pm 12,1 \mu\text{m}$ respectivamente. Não apresentam diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % e possuem as maiores microcavidades quando comparado com as demais amostras, Figura 5.134 e Figura 5.136.

A fractografia do FSW 2 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, região 1 da Figura 5.101) é similar ao metal de base, com diâmetro médio das microcavidades de $4,6 \pm 1,7 \mu\text{m}$ e $5,1 \pm 1,7 \mu\text{m}$, respectivamente, Figura 5.135. As amostras com menores microcavidades apresentam maior quantidade de energia absorvida e não apresentam diferença significativa no intervalo de confiança de 95 %. O apêndice K apresenta as demais informações das comparações entre as médias das microcavidades.

A fractografia do FSW 4 (tamanho padrão de 10x10 mm) apresenta quatro regiões com características distintas, Figura 5.137. Essa superfície apresenta uma grande trinca transversal (seta preta) que localiza-se próximo da região entre os dois cordões.

O tipo de fratura mais comum em toda superfície da amostra são as indicadas pelos números 1 e 4 da Figura 5.137. Nessa região há áreas com deformações plásticas e microcavidades, Figura 5.138.

Figura 5.134. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V do FSW 1 (entalhe na zona misturada do primeiro passe antes do segundo passe, região 1 da Figura 5.98).

Figura 5.135. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V do FSW 2 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, região 1 da Figura 5.101).

Figura 5.136. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V do FSW 3 (entalhe na zona misturada do primeiro passe após o segundo passe, regiões 2 e 3 da Figura 5.101).

Figura 5.137. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V, FSW 4 com dimensão de 10X10 mm, entalhe no centro da zona misturada. Trincas transversal a trinca principal (seta em preto).

A região 2 da Figura 5.137 apresenta fratura com característica dúctil por coalescência de microcavidades, Figura 5.139. As microcavidades dessa área são menores que as microcavidades das regiões 1 e 4.

Figura 5.138. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V nas regiões 1 e 4 da Figura 5.137.

Figura 5.139. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V na região 2 da Figura 5.137.

Figura 5.140. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V na região 3 da Figura 5.137.

O tipo de fratura na trinca transversal, seta preta da Figura 5.137, também tem característica dúctil também e coalescência de microcavidades, Figura 5.140. Essa região apresenta outras trincas transversais menores e com menores microcavidades quando comparado com as outras regiões.

5.3.7. CORRELAÇÕES LINEARES SIMPLES ENTRE OS RESULTADOS

Neste item são analisados a possível existência de alguma correlação linear entre o resultado do ensaio Charpy V e a microdureza Vickers, a fração volumétrica de austenita retida (obtida via análise de difração de raios-X), fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (obtida via Klemm I), a desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA) e o tamanho de grão

(obtido via análise EBSD). Nota-se na Tabela 5.20 os valores utilizados nas correlações lineares simples.

Na Figura 5.141 a) observa-se uma alta correlação linear entre a energia absorvida no ensaio Charpy V à - 196 °C e a microdureza Vickers com um R^2 de 0,9163.

Na Figura 5.141 b) também se nota uma alta correlação linear entre os resultados obtidos no ensaio Charpy V e a quantidade de microconstituente martensita-austenita (MA), R^2 de 0,9929.

A energia absorvida no Charpy V não apresenta correlação linear com a desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA), Figura 5.141 c). O valor do R^2 é de 0,3669.

A influência da desorientação de contorno de grão de alto ângulo é comum em aços onde a microestrutura é composta por pacotes de martensita e ocorre fratura por clivagem [115–117]. Porém, no caso das amostras das zonas misturadas processadas via soldagem por atrito linear com mistura, não há correlação de tais fatores [118].

Na Figura 5.141 d) nota-se uma baixa correlação linear (R^2 de 0,1684) entre a energia absorvida no ensaio Charpy V e a fração volumétrica da austenita retida. Esse resultado segue o resultado exposta na Figura 2.6 ,onde expõe a fraca correlação linear entre energia absorvida no ensaio Charpy V e a fração volumétrica de austenita retida [12–19].

Na Figura 5.141 e) observa-se que a correlação linear entre os valores obtidos no ensaio Charpy e o tamanho de grão é forte (R^2 de 0,5299). Porém, não apresenta um alto valor R^2 como as correlações com os fatores de microdureza e quantidade de microconstituente MA.

Tabela 5.20. Valores médios dos resultados de cada experimento utilizados nas correlações lineares.

Amostra	Charpy (J)	Microdureza (HV 0,5)	MA (%)	CGAA (%)	Austenita (%)	Tamanho de Grão (μm)
FSW 1	19,9	350,0	11,2	19,5	1,5	4,6
FSW 2	24,1	270,0	5,2	22,0	1,7	4,7
FSW 3	20,0	400,0	10,3	37,7	2,1	3,1

Figura 5.141. Correlações lineares entre os resultados de: a) Charpy V e microdureza Vickers; b) Charpy V e fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita obtida via Klemm I; c) Charpy V e desorientação de contorno de grão de alto ângulo (CGAA) obtido via EBSD; d) Charpy V e fração volumétrica de austenita obtida via difração de raios-X; e) Charpy V e tamanho de grão obtido via EBSD.

5.4. RESULTADOS DOS EXPERIMENTOS SOLDADOS COM O PROCESSO DE SOLDAGEM MIG

5.4.1. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL COM MICROSCOPIA ÓPTICA COM REAGENTE NITAL

Nota-se na Figura 5.142 (MIG 1- apenas passe de raiz), Figura 5.144 (MIG 2- passe de raiz mais passe de enchimento) e Figura 5.146 (MIG 3- junta com todos os passes de solda) que a zona afetada pelo calor foi caracterizada na região de grão grosseiro (ZAC-GG) e na região de refino de grão (ZAC-RG). Todas as amostras soldadas apresentaram bandejamento oriundo do metal de base na zona afeta pelo calor de grão grosseiro.

Na Figura 5.143 a) e b) observa-se que a ZAC-GG apresenta é composta por martensita, blocos de ferrita e ferrita com morfologia alongada com carboneto (setas em vermelho). Na região da zona afetada pelo calor de refino de grão há regiões com grande aglomeração de carbonetos e blocos de ferrita com pouca aglomeração de carbonetos (seta em preto) e com alta concentração de carbonetos (círculo em preto).

Observa-se que a ZAC-GG do MIG 2 (passe de raiz mais passe de enchimento) é composta por blocos de ferrita (setas em amarelo), ferrita com morfologia alongada (setas em vermelho) e ferrita com carbonetos (seta em azul), Figura 5.145 a) e b).

A ZAC-RG do MIG 2 apresenta microestrutura similar a ZAC-RG do MIG 1, com microrregiões com concentração de carbonetos (círculo preto) e microrregiões com pouca concentração de carbonetos, Figura 5.145 c) e d).

Na ZAC-GG do MIG 3 (junta com todos os passes de solda) nota-se uma tendência de alinhamento com o bandejamento do metal de base da ferrita com morfologia alongada (setas em vermelho), blocos de ferrita e blocos de ferrita com carbonetos alinhados (setas em azul), Figura 5.147 a) e b).

Figura 5.142. Localização da zona afeta pelo calor de grão grosseiro (ZAC-GG) e da zona afetada pelo calor de grão refinado (ZAC-RG). MIG 1 (apenas passe de raiz). Macrografia feita com reagente Keller. Micrografias feitas com reagente Nital 2%.

Figura 5.143. Microestrutura do MIG 1 (passe de raiz) com blocos de ferrita (setas em amarelo), ferrita com morfologia longa (setas em vermelho), regiões com baixa concentração de carbonetos (seta em preto) e regiões com alta concentração de carbonetos (círculos em preto). a) ZAC-GG com de aumento 500X. b) ZAC-GG com aumento de 1000X. c) ZAC-RG com de aumento 500X. b) ZAC-RG com aumento de 1000X. Reagente: Nital 2%.

Figura 5.144. Localização da zona afeta pelo calor de grão grosseiro (ZAC-GG) e da zona afetada pelo calor de grão refinado (ZAC-RG). MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento). Macrografia feita com reagente Keller. Micrografias feitas com reagente Nital 2%.

Figura 5.145. Microestrutura do MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) com blocos de ferrita (setas em amarelo), ferrita com morfologia alongada (setas em vermelho) e regiões com alta concentração de carbonetos (círculo em preto). a) ZAC-GG com de aumento 500X. b) ZAC-GG com aumento de 1000X. c) ZAC-RG com de aumento 500X. b) ZAC-RG com aumento de 1000X. Reagente: Nital 2%.

Figura 5.146. Localização da zona afeta pelo calor de grão grosseiro (ZAC-GG) e da zona afetada pelo calor de grão refinado (ZAC-RG). MIG 3 (junta com todos os passes de solda). Macrografia feita com reagente Keller. Micrografias feitas com reagente Nital 2%.

A ZAC-RG do MIG 3 (junta com todos os passes de solda) apresenta similaridade com a mesma região do MIG 1 e MIG 2. Esta região é composta por microrregiões com concentração de carbonetos e microrregiões com baixa concentração de carbonetos (setas em preto), Figura 5.147 c) e d).

Figura 5.147. Microestrutura do MIG 3 (junta com todos os passes de solda) com blocos de ferrita (setas em amarelo), ferrita com morfologia alongada (setas em vermelho), regiões com baixa concentração de carbonetos (seta em preto) e regiões com alta concentração de carbonetos (círculo em preto). a) ZAC-GG com de aumento 500X. b) ZAC-GG com aumento de 1000X. c) ZAC-RG com de aumento 500X. b) ZAC-RG com aumento de 1000X. Reagente: Nital 2%

5.4.2. QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO VOLUMÉTRICA DO MICROCONSTITUINTE MARTENSITA-AUSTENITA VIA METALOGRAFIA COLORIDA ÓPTICA

Observa-se na Figura 5.148 a) que o ciclo térmico de soldagem simulado na distância de 1,0 mm da linha de fusão possui temperatura máxima de 917 °C para o passe de raiz. Nessa posição, a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) é 37,1 % menor que o metal de base, Figura 5.149.

Nota-se na Figura 5.148 b) que o ciclo térmico de soldagem simulado na distância de 1,0 mm da linha de fusão, tem temperatura máxima de 736 °C para o experimento MIG 2 (passe de raiz mais passe de enchimento).

Figura 5.148. Ciclos térmicos de soldagem teóricos baseados nos parâmetros de soldagem reais das amostras. Os ciclos térmicos de soldagem estão localizados na ZAC do passe de raiz. Os ciclos térmicos de soldagem teórico estão localizados a 1,0 mm de distância da zona de ligação. a) MIG 1 (passe de raiz). b) MIG 2 (primeiro passe de enchimento). c) MIG 3 (primeiro passe de acabamento). d) MIG 3 (segundo passe de acabamento).

Nessa posição, a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) é 4 % menor que o metal de base e 52,6 % maior que o MIG 1 (apenas passe de raiz), Figura 5.149.

O segundo ciclo térmico com temperatura 13 °C acima da temperatura Ac_3 (723 °C) aumenta a quantidade deste microconstituente. Isso ocorre devido o tempo de 4,7 s na faixa de temperatura intercrítica, entre as temperaturas Ac_1 (590°C) e Ac_3 (723 °C), gerar uma reversão desse microconstituente.

A Fração Volumétrica do Microconstituente martensita-austenita (MA) foi medida com o reagente Klemm I da linha de fusão em direção ao metal de base (seta em vermelho).

- Step size: 300 μm
- Aumento: 1000x
- Número de imagens por corpo de prova: 7
- Posição: 1,5 mm da face da raiz para o centro da chapa

Número da Imagem	Posição da Medida (mm)	Fração Volumétrica de MA (%)		
		MIG 1	MIG 2	MIG 3
1	0,1	6,8	4,1	10,8
2	0,4	5,4	4,6	15
3	0,7	14,9	14,2	25,2
4	1,0	17,5	26,7	22,7
5	1,3	25,1	25,9	24,3
6	1,6	24,6	24,1	21,8
7	1,9	33,1	35,4	24,8

Figura 5.149. Montagem da metodologia da medida da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) para os experimentos. Tabela com os valores de fração volumétrica MA para cada experimento. MIG 1 (passe de raiz); MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento); MIG 3 (junta com todos os passes de solda).

O MIG 3 (junta com todos os passes de solda) apresenta a influência de dois cordões de solda na distância de 1,0 mm da linha de fusão. Nota-se na Figura 5.148 c) que o ciclo térmico de soldagem simulado do primeiro passe de acabamento tem temperatura máxima de 444 °C.

Na Figura 5.148 d), observa-se que o ciclo térmico simulado do segundo passe de acabamento possui temperatura máxima de 641 °C. Essa diferença nas temperaturas de pico ocorre devido ao posicionamento dos cordões alterar a distância do ponto onde está sendo simulado.

Nessa posição, a fração volumétrica do microconstituente (MA) é 18,3 % menor que o metal de base, 26,3 % maior que o MIG 1 (apenas passe de raiz) e

17,2 % menor que o MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento), Figura 5.149.

O ciclo térmico com temperatura máxima de 444 °C possivelmente reduziu a fração volumétrica de MA no MIG 3 quando comparado ao MIG 2. Isso ocorre devido estar fora da faixa de temperatura intercrítica, que aumenta a quantidade de MA, e acima da temperatura M_s , que aumenta o tempo para esse microconstituente se transformar.

O fato da quantidade de MA no MIG 3 estar acima do MIG 1 (apenas o passe de raiz), deve ser devido ao último ciclo térmico de soldagem apresentar a temperatura máxima na faixa de temperatura intercrítica. Fazendo com que parte desse microconstituente seja recuperado.

Nota-se na Figura 5.150 que todos os experimentos apresentam uma tendência de aumentarem a fração volumétrica de MA conforme se distanciam da linha de fusão. Esse mesmo gráfico pode ser analisado na Figura 5.151 sobre uma micrografia do MIG 1 e ambos estão em escala.

Figura 5.150. Fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita (MA) para os experimentos: MIG 1 (passe de raiz); MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento); MIG 3 (junta com todos os passes de solda).

Figura 5.151. Gráfico da fração volumétrica do microconstituente MA em escala sobre a micrografia do MIG 1. MIG 1 (passe de raiz); MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento); MIG 3 (junta com todos os passes de solda).

A fração volumétrica de MA para o MIG 1 apresenta uma tendência a ter maiores valores até 0,7 mm de distância da linha de fusão quando compara com o MIG 2. Nessa mesma distância, o MIG 3 apresenta os maiores valores para o microconstituente MA entre todos os experimentos.

Tanto o MIG 1 como o MIG 2 apresentam os maiores valores do microconstituente MA a partir de 0,7 mm. O MIG 2 apresenta uma tendência a ter valores similares ao MIG 1 com exceção do ponto à 1,0 mm. A partir de 0,7 mm a quantidade de MA terá uma pequena redução e apresenta uma característica de estabilidade até 1,9 mm de distância da linha de fusão.

5.4.3. CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL POR EBSD

Os mapas de EBSD foram realizados na região de transição entre a ZAC e o metal de solda (MS), a fim de identificar se há a zona não misturada nas amostras soldadas [119, 120]. A Figura 5.152, a Figura 5.153 e a Figura 5.154 apresentam a região de transição entre a ZAC e o MS do MIG 1, MIG 2 e MIG 3, respectivamente. Na Figura 5.155 é comparada uma parte da zona afetada pelo calor entre os três experimentos.

Nota-se na Figura 5.152 que o MIG 1 (apenas passe de raiz) exhibe entre a ZAC e o metal de solda da raiz, uma estrutura cristalina CCC (azul) dentro do MS, indicada com seta em vermelho.

Essa zona não misturada do MIG 1 está próxima da linha de fusão, possui cristalografia similar a ZAC e diferente do metal de solda. Próximo da linha de fusão, dentro do metal de solda, há grãos austeníticos com cristalografia diferente do MS (seta em amarelo).

Observa-se na Figura 5.153 que o MIG 2 (passe de raiz mais passe de enchimento), também apresenta na região de transição entre a ZAC e o metal de solda da raiz uma zona não misturada (setas em vermelho).

Figura 5.152. Microestrutura do MIG 1 (passe de raiz) da região de transição entre a ZAC e o metal de solda com a zona não mistura (seta em vermelho). Barra de escala de 100μm. Step size de 0,6μm. a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) Figura de polo inversa de todas as fases. d) Figura de polo inversa da fase austenita.

Figura 5.153. Microestrutura do MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) da região de transição entre a ZAC e o metal de solda com a zona não mistura (setas em vermelho). Barra de escala de 100 μm . Step size de 0,6 μm . a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) Figura de polo inversa de todas as fases. d) Figura de polo inversa da fase austenita.

Figura 5.154. Microestrutura do MIG 3 (junta com todos os passes de solda) da região de transição entre a ZAC e o metal de solda (MS). Barra de escala de 100 μm . Step size de 0,6 μm . a) mapa de qualidade de imagem. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita). c) Figura de polo inversa de todas as fases. d) Figura de polo inversa da fase austenita.

Figura 5.155. Figura de polo inversa de parte das juntas soldadas do MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) e MIG 3 (junta com todos os passes de solda). Zona não misturada (setas em preto).

O MIG 3 (junta com todos os passes de solda) não apresenta na região de transição entre a ZAC e o metal de solda da raiz uma zona não misturada, Figura 5.154. A transição entre essas regiões é uma linha bem delineada onde há a separação da ZAC, com estrutura cristalina CCC (azul), e o metal de solda, com estrutura cristalina CFC (vermelho).

O metal de solda não é uma região homogênea para o MIG 1 e MIG 2, consiste em duas regiões distintas. Uma dessas regiões, apresenta a grande parte do metal de solda e parece ser homogênea com estrutura cristalina CFC. A outra região, próxima da linha de fusão, é a zona não misturada que apresenta estrutura cristalina similar a ZAC [119].

Observa-se na Figura 5.155 a diferença de cristalografia e de tamanho dos pacotes martensíticos que os passes de enchimento e acabamento causam na ZAC da raiz. Também é possível comparar, para o MIG 1 e MIG 2, a semelhança da cristalografia das regiões parcialmente misturadas (setas em preto) com a ZAC.

5.4.4. MICROANÁLISE QUÍMICA POR EDS DA ZONA NÃO MISTURADA

Observa-se na Figura 5.156 a linha de EDS no MIG 1, dentro da área retangular, que a zona não misturada apresenta uma alta quantidade do elemento químico ferro. Esses valores de ferro chegam a 80 % (massa) seguido de níquel, cromo e molibdênio.

Mesmo a região mais afastada da ZAC e da zona não misturada, apresenta valores de ferro que chegam a 20 % (massa). Isso ocorre devido o passe de raiz apresentar a maior diluição do metal de base no metal de solda.

Nota-se na Figura 5.157 que o mapa de análise química qualitativo entre a ZAC e a zona não misturada exhibe que os grãos austeníticos juntos da linha de fusão apresentam uma baixa concentração de ferro e uma maior concentração de molibdênio.

Nessa região, entre a ZAC e zona não misturada, observa-se que os elementos químicos cromo e níquel não apresentam grandes alterações. Também há pontos de concentração de molibdênio e o ferro tende a aumentar conforme se aproxima da zona não misturada.

Nota-se na Figura 5.158 que nas regiões onde ocorrem uma queda da quantidade de ferro há um aumento na quantidade dos elementos Ni, Cr e Mo. Mesmo a região austenítica entre a ZAC e a zona não misturada, apresenta uma alta concentração de ferro. Porém, na região de transição entre a ZAC e o MS observa-se uma queda abrupta da quantidade de ferro.

Nas bordas da zona não misturada observa-se microestruturas com morfologia diferente, Figura 5.159. As análises químicas dessas microestruturas estão na Tabela 5.21.

Essas microestruturas são compostas por aproximadamente 70 % de ferro, 19 % de níquel, mais cromo e molibdênio. Ainda apresentam valores de 1,5 % Mn e valores de carbono que chegam a 1,2 %.

Observa-se na Figura 5.160 a linha de EDS no MIG 2, dentro da área retangular, que a zona não misturada também apresenta uma alta quantidade do elemento químico ferro. Esses valores de ferro chegam a 80 % (massa) seguido de níquel, cromo e molibdênio.

Mesmo a região mais afastada da ZAC e da zona não misturada, apresentam valores de ferro que chegam a 20 % (massa). Isso ocorre devido o passe de raiz apresentar a maior diluição do metal de base no metal de solda.

Nota-se na Figura 5.161 que o mapa de análise química qualitativo entre a ZAC e a zona não misturada exibe grãos austeníticos juntos da linha de fusão, apresentam uma baixa concentração de ferro e uma maior concentração de molibdênio.

Nessa região, entre a ZAC e zona não misturada, observa-se que os elementos químicos cromo e níquel não apresentam grandes alterações. Também há pontos de concentração de molibdênio e o ferro tende a aumentar conforme se aproxima da zona não misturada.

Figura 5.156. Microestrutura do MIG 1 (passe de raiz) na região de transição entre a ZAC e o metal de solda (MS) com a região parcialmente mistura. Barra de escala de 100 μm . Step size de 0,6 μm . a) mapa de qualidade de imagem do EBSD. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita) do EBSD. Gráfico com a composição química entre a ZAC e o metal de solda obtido por EDS.

Figura 5.157. Mapa da microanálise química por EDS do MIG 1 (passe de raiz) na região parcialmente mistura. a) área com detalhe da região analisada (sensor SE). b) imagem da região onde foram executados os mapas de microanálise química (sensor SE). Mapa da distribuição do elemento químico: c) cromo; d) níquel; e) molibdênio; f) ferro. Escala de 20µm para todas as figuras.

Figura 5.158. Microanálise química por EDS em forma de linha na área onde foi executado o mapa de composição química do MIG 1 (passe de raiz). a) área com detalhe da região analisada (sensor SE).

Assim como no MIG 1, o MIG 2 apresenta regiões onde ocorre uma queda da quantidade de ferro e há um aumento na quantidade dos elementos Ni, Cr e Mo, Figura 5.162. Na região austenítica entre a ZAC e a zona não misturada, apresenta uma alta concentração de ferro, porém, na região de transição entre a ZAC e o MS observa-se uma queda abrupta da quantidade de ferro.

Observa-se na Figura 5.163 a linha de EDS no MIG 3, dentro da área retangular, que a partir da linha de fusão a quantidade do elemento químico ferro

é reduzido. O valor de ferro é reduzido a uma faixa de 20 % (massa), seguido de um aumento dos elementos químicos níquel, cromo e molibdênio.

Nota-se na Figura 5.164 que o mapa de análise química qualitativo entre a ZAC e o metal de solda apresenta uma baixa concentração de ferro e uma maior concentração de molibdênio, níquel e cromo. Porém, logo após a linha de fusão há uma faixa de maior concentração de ferro.

Figura 5.159. Microanálise química pontual por EDS.

Tabela 5.21. Composição química dos pontos indicados na Figura 5.159.

Elemento Químico	Porcentagem Mássica (%)			Porcentagem Atômica (%)		
	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3	Ponto 1	Ponto 2	Ponto 3
Fe	71,7	72,2	71,5	70,4	70,3	69,2
Ni	19,5	19,2	20,0	18,2	17,8	18,4
Cr	3,9	3,8	3,9	4,1	4,0	4,1
Mo	2,1	1,9	1,9	1,2	1,1	1,1
Mn	1,8	1,8	1,5	1,8	1,7	1,4
C	0,9	1,1	1,2	4,3	5,1	5,8
Total	99,9	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Figura 5.160. Microestrutura do MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) na região de transição entre a ZAC e o metal de solda (MS) com a região parcialmente mistura. Barra de escala de 100 μm . Step size de 0,6 μm . a) mapa de qualidade de imagem do EBSD. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita) do EBSD. Gráfico com a composição química entre a ZAC e o metal de solda obtido por EDS.

Figura 5.161. Mapa da microanálise química por EDS do MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) na região parcialmente mistura. a) área com detalhe da região analisada (sensor SE). b) imagem da região onde foram executados os mapas de microanálise química (sensor SE). Mapa da distribuição do elemento químico: c) cromo; d) níquel; e) molibdênio; f) ferro. Escala de 20μm para todas as figuras.

Figura 5.162. Microanálise química por EDS em forma de linha na área onde foi executado o mapa de composição química do MIG 2 (passe de raiz mais passe de enchimento). a) área com detalhe da região analisada (sensor SE).

Observa-se na Figura 5.165 que a transição entre a ZAC e o metal de solda apresenta uma diminuição da quantidade de ferro que chega a uma extensão aproximada de 6 µm. Assim como os demais experimentos, a redução da quantidade de ferro é seguida de um aumento da quantidade dos demais elementos químicos medidos.

Figura 5.163. Microestrutura do MIG 3 (junta com todos os passes de solda) na região de transição entre a ZAC e o metal de solda (MS). Barra de escala de 100 μm . Step size de 0,6 μm . a) mapa de qualidade de imagem do EBSD. b) mapa de fases (azul é CCC e vermelho é austenita) do EBSD. Gráfico com a composição química entre a ZAC e o metal de solda obtido por EDS.

Figura 5.164. Mapa da microanálise química por EDS do MIG 3 (junta com todos os passes de solda) na região de transição entre a ZAC e o metal de solda. a) área com detalhe da região analisada (sensor SE). b) imagem da região onde foram executados os mapas de microanálise química (sensor SE). Mapa da distribuição do elemento químico: c) cromo; d) níquel; e) molibdênio; f) ferro. Escala de 20µm para todas as figuras.

Figura 5.165. Microanálise química por EDS em forma de linha na área onde foi executado o mapa de composição química do MIG 3 (junta com todos os passes de solda). a) área com detalhe da região analisada (sensor SE).

Os resultados da análise química por EDS na zona não misturada, apresentam um gradiente de composição entre a ZAC, a maior parte do metal de solda e a zona não misturada [119].

A homogeneização da zona não misturada com o metal de solda ocorre devido a diferença de composição química local, que altera a temperatura liquidus, juntamente com o movimento que a poça de fusão [120].

5.4.5. ENSAIO DE TRAÇÃO

Nota-se na Figura 5.166 o resultado do ensaio de tração entre os experimentos analisados. Observa-se que o MIG 1 (passe de raiz) e o MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) apresentam uma tendência a terem os maiores valores de resistência. Porém, estão próximo do valor mínimo exigido para o metal de base (690 MPa) e para o consumível (670 MPa).

A exceção fica para o experimento MIG 3 (junta com todos os passes de solda) que apresenta uma tendência a ter o menor valor de resistência entre todos os experimentos. Observa-se na Figura 5.167 que todos os experimentos romperam no metal de solda.

Figura 5.166. Limite de resistência a tração do MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento), MIG 3 (junta com todos os passes de solda) e o mínimo exigido pela norma ASTM A553 para o metal de base (MB).

Figura 5.167. Corpos de prova do ensaio de tração rompidos no metal de solda (setas em vermelho). MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) e MIG 3 (junta com todos os passes de solda).

5.4.6. ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

A Figura 5.168, a Figura 5.169 e a Figura 5.170 apresentam os mapas de microdurezas dos três corpos de prova soldados, respectivamente MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) e MIG 3 (junta com todos os passes de solda).

Verifica-se valores de microdureza na ZAC que chegam a 400 HV 0,5 no mapa de microdureza do MIG 1. Esses maiores valores de microdureza estão localizados a partir de 1,2 mm da linha de fusão. Essa maior microdureza está localizada na ZAC de refino de grão (ZAC-RG) e não na ZAC de grão grosseiro (ZAC-GG). A ZAC-GG apresenta valores de microdureza próximos de 290 HV 0,5.

Existe ainda no MIG 1 uma região no lado esquerdo do chanfro, próximo da face, que exhibe valores de microdureza de 440 HV 0,5. Esses altos valores de dureza fora da região soldada, pode estar ligado com a influência do arco

elétrico durante a soldagem e ocorrem apenas no lado esquerdo do chanfro devido a um desalinhamento da pistola de soldagem.

A microdureza Vickers apresenta uma redução dos seus valores após a realização do primeiro cordão de solda de enchimento, Figura 5.169. Os maiores valores de microdureza são de 343 HV 0,5 e estão localizadas próximas da face da raiz (cor amarela).

A ZAC-RG não apresenta os maiores valores de microdureza. A ZAC do MIG 2 apresenta uma microdureza que varia entre 290 e 343 HV 0,5. Porém, ainda há uma região com valores de 440 HV 0,5 fora da região soldada e é mais evidente o desalinhamento do cordão de solda de enchimento.

Os dois cordões de solda que foram executados no MIG 3, geram um efeito de homogeneização na microdureza da ZAC. Os valores da ZAC tendem a ficar próximos de 290 HV 0,5, Figura 5.170.

Nota-se no MIG 3 que toda região que exibía microdureza de 440 HV 0,5 sofreu uma redução, inclusive a ZAC da raiz. Assim, os ciclos térmicos dos passes de acabamento alteram a microdureza da ZAC da raiz.

Figura 5.168. Mapeamento de microdureza Vickers do MIG 1 (passe de raiz). Quantidade de pontos: 1.737 pontos. Espaçamento entre impressões de microdureza: 0,3 mm. Força: 0,5 kgf.

Todos os experimentos apresentaram no metal de solda a região de menor microdureza. Isso corrobora o resultado do ensaio de tração, onde todos os corpos de prova romperam no metal de solda.

Figura 5.169. Mapeamento de microdureza Vickers do MIG 2 (passe de raiz mais o primeiro passe de enchimento). Quantidade de pontos: 2.656 pontos. Espaçamento entre impressões de microdureza: 0,3 mm. Força: 0,5 kgf.

Figura 5.170. Mapeamento de microdureza Vickers do MIG 3 (junta com todos os passes de solda). Quantidade de pontos: 2.656 pontos. Espaçamento entre impressões de microdureza: 0,3 mm. Força: 0,5 kgf.

A pequena diferença que existe entre os experimentos no ensaio de tração, pode ser devido a diferença de microdureza na ZAC que ambos apresentam. O MIG 1 e o MIG 2 que exibem o maior limite de tração, possuem os maiores valores de microdureza na ZAC. O MIG 3 apresenta a menor microdureza na ZAC e o menor limite de tração.

A Tabela 5.22 apresenta os valores das linhas de microdureza Vickers feitas na região entre a ZAC e a zona não misturada com força de 10 gf para todos os experimentos. Para melhor discutir os resultados, foi desenvolvido a Figura 5.171, a Figura 5.172 e a Figura 5.173 a partir dos dados da Tabela 5.22.

Nota-se na Figura 5.171 a diferença de microdureza Vickers entre a ZAC e a zona não misturada do CP1. A região entre a ZAC e a zona não misturada apresenta a menor microdureza (mínimo de 178 HV 0,01), nos mapas de EBSD essa região é austenítica.

A zona não mistura apresenta a maior microdureza da região analisada (máximo de 387 HV 0,01). Essa região é 117 % maior que região austenítica entre a ZAC e a zona não misturada e 22,5 % maior que o maior valor encontrado na ZAC (316 HV 0,01).

Observa-se na Figura 5.172 a diferença de microdureza Vickers entre a ZAC e a zona não misturada do MIG 2. A região da ZAC apresenta os maiores valores de microdureza Vickers (máximo de 454 HV 0,01).

A zona não mistura apresenta valores de microdureza menores (máximo de 382 HV 0,01) que a ZAC, tais valores de são similares aos encontrados no CP1. Essa região é 15,9 % menor a ZAC e 34,6 % maior que a região austenítica do metal de solda (250 HV 0,01).

Nota-se na Figura 5.173 a diferença de microdureza Vickers entre a ZAC e o metal de solda do CP3. A ZAC apresenta os menores valores de microdureza entre os experimentos e o metal de solda não apresenta grandes variações. A baixa variação da microdureza está ligada a não existência da zona não misturada nessa amostra.

Tabela 5.22. Valores das linhas de microdureza Vickers feitas na região entre a ZAC e a zona não misturada com força de 10 gf. MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) e MIG 3 (junta com todos os passes de solda).

N° da Impressão	MIG 1 (HV 0,01)		MIG 2 (HV 0,01)		MIG 3 (HV 0,01)	
	Linha 1	Linha 2	Linha 1	Linha 2	Linha 1	Linha 2
1	250	316	376	425	247	244
2	247	316	354	454	273	253
3	190	227	217	227	299	233
4	178	188	247	250	308	288
5	236	161	303	382	256	303
6	344	387	227	241	280	325
7	201	263	236	250	256	316
8	201	250	220	201	295	303

Figura 5.171. Linha de microdureza Vickers na região de transição entre a ZAC e o metal de solda com a região parcialmente misturada. MIG 1 (passe de raiz). Força de 10 gf.

Figura 5.172. Linha de microdureza Vickers na região de transição entre a ZAC e o metal de solda com a região parcialmente mistura. MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento). Força de 10 gf.

Figura 5.173. Linha de microdureza Vickers na região de transição entre a ZAC e o metal de solda com a região parcialmente mistura. MIG 3 (todos os passes de solda). Força de 10 gf.

5.4.7. ENSAIO CHARPY “V”

Os resultados do ensaio Charpy V estão descritos na Tabela 5.23. Para melhorar a discussão dos resultados a Figura 5.174 apresenta a variação de energia absorvida em função da quantidade de camadas de cordões de solda e a Figura 5.175 apresenta a relação linear entre energia absorvida e expansão lateral.

Nota-se na Figura 5.174 que ao se realizar o cordão de solda da raiz (MIG1) a energia absorvida no ensaio Charpy V não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao metal de base com entalhe no sentido longitudinal à laminação (MB-L) e ao metal de base com entalhe no sentido transversal à laminação (MB-T).

Figura 5.174. Energia absorvida no ensaio Charpy V na ZAC da junta soldada. MIG 1 - Apenas com o passe de raiz. MIG 2 - passe de raiz mais o primeiro passe de enchimento. MIG 3 - Junta toda preenchida. Demais informações no apêndice L. Corpos de prova reduzidos (2,5x10,0 mm) segundo ASTM A370.

Tabela 5.23. Resultado do ensaio Charpy “V” à -196°C na ZAC da junta soldada. MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento) e MIG 3 (junta com todos os passes de solda). Os valores na cor vermelho foram descartados para o cálculo da média. Corpos de prova reduzidos (2,5x10,0 mm) segundo ASTM A370.

Experimento	Resultado	1	2	3	4	5	Média sem Descarte (J)	Média com Descarte (J)
MIG 1	Energia Absorvida (J)	64,0	29,0	28,0	25,0	27,0	34,6 ± 16,5	28,0 ± 1,0
	Expansão Lateral (mm)	0,0	3,3	3,1	3,1	3,1	2,5 ± 1,4	3,2 ± 0,1
MIG 2	Energia Absorvida (J)	21,0	26,0	29,0	23,0	34,0	26,6 ± 5,1	26,0 ± 3,0
	Expansão Lateral (mm)	3,0	3,1	3,3	3,1	3,1	3,1 ± 0,1	3,2 ± 0,1
MIG 3	Energia Absorvida (J)	16,0	18,0	18,0	15,0	34,0	20,2 ± 7,8	17,3 ± 1,2
	Expansão Lateral (mm)	2,9	2,9	2,9	2,8	3,3	3,0 ± 0,2	2,9 ± 0,0
MB-L	Energia Absorvida (J)	32,0	28,0	28,0	28,0	28,0	28,8 ± 1,8	28,0 ± 0,0
	Expansão Lateral (mm)	3,5	3,7	3,7	3,7	3,6	3,7 ± 0,1	3,7 ± 0,0
MB-T	Energia Absorvida (J)	31,0	29,0	32,0	32,0	28,0	30,4 ± 1,8	30,7 ± 1,5
	Expansão Lateral (mm)	3,7	3,6	3,9	3,7	3,6	3,7 ± 0,1	3,7 ± 0,1

Figura 5.175. Relação linear entre a quantidade de energia absorvida e a expansão lateral dos corpos de prova rompidos no ensaio Charpy V.

Ao realizar o primeiro cordão de solda de enchimento (MIG 2), a energia absorvida na ZAC da raiz não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao MIG 1 e ao MB-L. Porém, o MIG 2 é 15,3 % menor que o MB-T.

A energia absorvida na ZAC do MIG 3 (todos os passes de solda) é 43,6 % menor o MB-T, é 38 % menor que o MB-L e o MIG 1 é 7 % menor que o MIG 2. A princípio, os passes de acabamento apresentam uma tendência a reduzir a energia absorvia na ZAC da raiz.

Verifica-se na Figura 5.175 que a relação linear entre a energia absorvida no ensaio Charpy V e a expansão lateral apresenta uma tendência a ter forte correlação, o valor do R^2 é igual a 0,8625.

5.4.8. ANÁLISE DOS CORPOS DE PROVA ROMPIDOS NO ENSAIO CHARPY “V”

As fractografias dos corpos de provas rompidos no ensaio Charpy V são apresentadas na Figura 5.176, na Figura 5.177 e na Figura 5.178. Utilizando as imagens das fractografias foi medido o tamanho médio das microcavidades, a Tabela 5.24 apresenta os valores individuais e a Figura 5.179 foi desenvolvida para melhorar a discussão sobre o tamanho médio das microcavidades.

Todos os experimentos apresentam fractografia com característica dúctil por coalescência de microcavidades. A fractografia do MIG 1 (passe de raiz) apresenta grande similaridade com a fractografia do MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento). Porém, o MIG 2 apresenta algumas poucas regiões com arrancamentos maiores (setas em amarelo), Figura 5.177.

A fractografia do MIG 3 (junta com todos os passes de solda) também apresenta uma grande quantidade de microcavidades. Contudo, existe regiões de grandes arrancamento (setas em amarelo) maiores que as encontradas no MIG 2.

Tabela 5.24. Área dos microcavidades do MIG 1 (passe de raiz), MIG 2 (passe de raiz mais o primeiro passe de enchimento), MIG 3 (junta com todos os passes de solda) e metal de base.

Área dos Microcavidades (μm^2)				
Quantidade	MIG 1	MIG 2	MIG 3	Metal Base
1	96,7	95,0	23,3	6,3
2	51,1	65,8	32,4	15,0
3	52,3	50,2	28,0	20,5
4	92,9	72,9	33,0	26,8
5	93,0	36,0	38,9	13,0
Média	77,2 $\pm$ 23,3	64,0 $\pm$ 22,5	31,1 $\pm$ 5,8	16,3 $\pm$ 7,7

Figura 5.176. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V do MIG 1 (passe de raiz).

Figura 5.177. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V do MIG 2 (passe de raiz mais passe de enchimento).

Figura 5.178. Fractografia da superfície do corpo de prova Charpy V do MIG 3 (junta com todos os passes de solda).

O MIG 1 apresenta área média de microcavidade igual a $77,2 \mu\text{m}^2$ e é 370 % maior que o metal de base ($16,3 \mu\text{m}^2$). A área das microcavidades do MIG 2 não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao MIG 1 e é 290 % maior que o metal de base.

A área das microcavidades do MIG 3 não apresenta diferença significativa no intervalo de confiança de 95 % quando comparado ao metal de base, é 59,7 % menor que o MIG 1 e 51,5 % menor que o MIG 2.

Figura 5.179. Comparação das áreas média dos microcavidades dos experimentos: MIG 1 (passe de raiz); MIG 2 (passe de raiz mais o primeiro passe de enchimento); MIG 3 (junta com todos os passes de solda); MB é metal de base. Demais informações no apêndice M.

Observa-se na Figura 5.180, na Figura 5.181 e na Figura 5.182 o caminho que a trinca percorreu nos corpos de prova rompidos no ensaio Charpy V. No MIG 1 (passe de raiz), mesmo o entalhe sendo usinado a 1,0 mm da linha de fusão, a trinca propaga dentro do metal de solda. Porém, o caminho que a trinca percorre é sempre próximo da linha de fusão.

A trinca no MIG 2 (passe de raiz mais o primeiro passe de enchimento) apresenta a mesma tendência que o MIG 1. A propagação da trinca ocorre dentro do metal de solda e sempre próximo da linha de fusão.

Figura 5.180. Montagem do corpo de prova Charpy V identificando o caminho percorrido pela trinca na junta soldada do MIG 1 (passe de raiz).

Figura 5.181. Montagem do corpo de prova Charpy V identificando o caminho percorrido pela trinca na junta soldada do MIG 2 (passe de raiz mais o passe de enchimento).

- Metalografia por microscopia óptica com Nital 2%.
- O Entalhe foi usinado na ZAC, mas a trinca propagou para o metal de solda.

Figura 5.182. Montagem do corpo de prova Charpy V identificando o caminho percorrido pela trinca na junta soldada do MIG 3 (junta com todos os passes de solda).

Figura 5.183. Comparação do caminho que a trinca percorreu no corpo de prova de Charpy V com a identificação de fases no EBSD no MIG 1 (passe de raiz).

Figura 5.184. Comparação do caminho que a trinca percorreu no corpo de prova de Charpy V com a identificação de fases no EBSD no MIG 3 (junta com todos os passes de solda).

No MIG 3 (junta com todos os passes de solda), mesmo o entalhe sendo usinado a 1,0 mm da linha de fusão, a trinca propaga em grande parte na linha de fusão. Apenas em uma pequena região é identificado que a trinca percorre o metal de solda próxima da linha de fusão.

No MIG 1 a trinca é propagada dentro do metal de solda, mas a uma distância que varia entre 42 e 517 μm da linha de fusão. Ao analisar o mapa de EBSD da Figura 5.183 nota-se que essa faixa onde houve propagação da trinca está dentro da região parcialmente mistura.

Neste caso, a trinca pode percorrer a região austenítica, junta da linha de fusão, as regiões com estrutura cristalina CCC dentro do metal de solda e as regiões mais distantes da linha de fusão, mas com grande quantidade do elemento químico ferro e baixa quantidade dos elementos químicos níquel, molibdênio e cromo, Figura 5.156.

No MIG 2 a trinca também propaga dentro do metal de solda, mas a uma distância que varia entre 82 e 292 μm da linha de fusão. Ao analisar o mapa de EBSD da Figura 5.153, nota-se que essa faixa onde houve propagação da trinca está dentro da região parcialmente mistura. O MIG 2 apresenta o mesmo padrão que o MIG 1.

O MIG 3 apresenta uma propagação da trinca, em sua grande parte, na linha de fusão. Esse comportamento é similar as regiões onde não foram detectadas zonas parcialmente misturadas, Figura 5.184. Porém, existe pequenas regiões (entre 2,6 e 18 μm da linha de fusão) onde a trinca apresenta o mesmo comportamento que o MIG 1 e o MIG 2.

6. CONCLUSÕES

Com base nos materiais e métodos utilizados neste trabalho, pode-se concluir que:

- a) Experimentos simulados fisicamente na Gleeble:
 - i. Ocorre o efeito da redução da energia absorvida no ensaio Charpy V em ZACs simuladas fisicamente com dois e três ciclos térmicos?
 1. O efeito de redução da energia absorvida no ensaio Charpy V é identificado para as amostras que tiveram o segundo ciclo térmico com temperatura máxima abaixo da temperatura Ac_3 (723°C).
 2. As amostras que tiveram a temperatura máxima abaixo da temperatura Ac_1 (590 °C), no terceiro ciclo térmico, não apresentaram o efeito de redução da energia absorvida no ensaio Charpy V.
 3. A fração volumétrica de austenita retida não aumenta a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V para as amostras que tiveram a temperatura máxima do segundo ciclo térmico abaixo da temperatura Ac_3 (723°C).
 4. Os valores de energia absorvida no ensaio Charpy V não apresentam correlações lineares simples com a microdureza, a fração volumétrica de austenita retida, a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita, o tamanho de grão e a desorientação de contorno de alto ângulo.
 5. A correlação linear múltipla sugere uma equação empírica, baseada nos dados deste trabalho, onde os fatores de fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita, fração volumétrica de austenita retida e tamanho de grão são mais

relevantes para a quantidade de energia absorvida no ensaio Charpy V.

b) Experimentos da soldagem por atrito linear com mistura:

ii. Seria possível realizar a soldagem autógena com processo de soldagem por atrito linear com mistura?

1. É possível utilizar o processo de soldagem no estado sólido por atrito linear com mistura para a soldagem de juntas do aço ASTM A553 Tipo I.
2. O efeito termomecânico da ferramenta de soldagem na zona misturada reduz em 88,8% a fração volumétrica de austenita retida quando comparada ao metal de base.
3. A junta soldada por atrito linear com misturada apresenta uma microdureza 75% maior que o metal de base.
4. A energia absorvida no ensaio Charpy V da zona misturada do primeiro cordão (FSW 1) é 29% menor que o metal de base.

ii'. Quais os efeitos da soldagem com duplo passe?

5. O segundo cordão de solda, na soldagem multipasse, gera na zona misturada do primeiro cordão uma região com 87,3% e uma outra região com 84,3% menos austenita retida que o metal de base.
6. O segundo cordão de solda reduz a microdureza do primeiro cordão para valores máximos de 350 HV 0,5, porém ainda é 45% superior ao metal de base.
7. O segundo cordão gera duas regiões na zona misturada do primeiro cordão, com diferentes energias absorvidas: a primeira região (FSW 2) é 17,4% maior que o CP1 e não apresenta diferença significativa quando comparada ao metal de base; a segunda região (FSW 3) é 28,5% menor que o metal de base,

17,4% menor que o FSW 2 e não apresenta diferença significativa quando comparado ao FSW 1.

8. A energia absorvida no ensaio Charpy V à -196°C para os corpos de prova padrão (10X10 mm) é 23% menor que o metal de base.

9. Os valores de energia absorvida no ensaio Charpy V, tanto para a soldagem com um passe como multipasse, apresentam correlações lineares simples com a microdureza, com a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita e com o tamanho de grão.

c) Experimentos da soldagem MIG:

iii. Qual é o efeito que os passes de enchimento e acabamento causam sobre a ZAC da raiz? Nessa condição, existe algum efeito de fragilização dos ciclos térmicos de reaquecimento sobre a ZAC de grão grosseiro da raiz?

1. O passe de raiz reduz a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita em 37,1% quando comparada ao metal de base.

2. O passe de enchimento aumenta a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita em 52,6% quando comparada ao passe de raiz e reduz 4% quando comparado ao metal de base.

3. O passe de acabamento aumenta a fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita em 26,3% maior que o passe de raiz, é 17,2 % menor que o passe de enchimento e 18,3 % menor que o metal de base.

4. O experimento com o passe de raiz e com passe de raiz mais o passe de enchimento, apresentam uma zona não misturada entre a ZAC e o metal de solda.

5. A zona não misturada apresenta estrutura cristalina CCC igual a ZAC e tem 80% do elemento químico ferro e altos valores de cromo, níquel e molibdênio.
6. A zona não misturada apresenta valores de microdureza iguais ou superiores a ZAC e ao metal de solda.
7. Todos os experimentos romperam no metal de solda durante o ensaio de tração.
8. Os experimentos com apenas a raiz (MIG 1) e a raiz mais o passe de enchimento (MIG 2) apresentaram energia absorvida no ensaio Charpy V iguais entre si e quando comparado ao metal de base também.
9. O experimento com todos os passes de solda (MIG 3) é 38% menor que o metal de base, é 7% menor que o FSW 2 e 38% menor que o FSW 1, no ensaio Charpy V.
10. Os experimentos FSW 1 e FSW 2 apresentam as maiores energias absorvidas no ensaio Charpy V e as maiores microcavidades na superfície fraturada quando comparados com o FSW 3.
11. A trinca propaga na zona não misturada no FSW 1 e no FSW 2, que tiveram as maiores energias absorvidas no ensaio Charpy. O FSW 3 apresenta propagação de trinca na linha de fusão e possui a menor energia absorvida no ensaio Charpy V.

7. TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados obtidos nesta tese, sugere-se os seguintes trabalhos futuros:

- Continuar a caracterização das ZACs simuladas fisicamente que apresentam uma redução da energia absorvida no ensaio Charpy V por MET (microscopia eletrônica de transmissão) e APT (Atom Probe Tomography) para identificar a fragilização por formação de carbonetos de ferro e por contorno de grão.
- Realizar um estudo com simulação física da ZAC com um terceiro ciclo térmico sobre os experimentos que apresentam uma redução da energia absorvida no ensaio Charpy V.
- Continuar o estudo do tratamento térmico nas temperaturas que apresentam uma redução da energia absorvida no ensaio Charpy V.
- Realizar um estudo sobre o efeito do reprocessamento, da zona misturada em juntas soldadas por atrito linear com mistura, por outro cordão com diferentes rotações.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AMBIENTE, M. D. M. **Gás Natural. Acessado: <http://www.mma.gov.br/clima/energia/fontes-convenc>.**
2. SINAVAL (SINDICATO NACIONAL DA INDÚSTRIA DA CONSTRUÇÃO E REPARO NAVAL E OFFSHORE). **Cenário da Construção Naval 1º Trimestre de 2013**. Disponível em: <<http://sinaval.org.br/wp-content/uploads/SINAVAL-Cenario2013-1tri.pdf>>. Acesso em: 26 nov. 2015.
3. INCO (THE INTERNATIONAL NICKEL COMPANY INC). Low Temperature Properties of Nickel Alloy Steels. p. 36, 1975.
4. AVERY, R. E.; PARSONS, D. Welding Stainless and 9% Nickel Steel Cryogenic Vessels. p. 9, 1995.
5. PERSHAD, H. et al. **Economic Impacts of CO₂-enhanced oil recovery for Scotland**. [s.l.: s.n.]. Disponível em: <[http://www.scottish-enterprise.com/~media/SE/Resources/Documents/DEF/Economic Potential of CO₂ EOR in Scotland.pdf](http://www.scottish-enterprise.com/~media/SE/Resources/Documents/DEF/Economic%20Potential%20of%20CO2%20EOR%20in%20Scotland.pdf)>.
6. TZIMAS, E.; GEORGAKAKI, A. **Enhanced oil recovery using carbon dioxide in the European energy system** Report EUR. [s.l.: s.n.]. Disponível em: <[http://science.uwaterloo.ca/~mauriced/earth691-duss/CO₂_General CO₂ Sequestration materilas/CO₂_EOR_Miscible in Europe21895EN.pdf](http://science.uwaterloo.ca/~mauriced/earth691-duss/CO2_General_CO2_Sequestration%20materilas/CO2_EOR_Miscible%20in%20Europe21895EN.pdf)>.
7. ELDEVİK, F. et al. Development of a Guideline for Safe, Reliable and Cost Efficient Transmission of CO₂ in Pipelines. **Energy Procedia**, v. 1, n. 1, p. 1579–1585, 2009.
8. KNOOPE, M. M. J.; RAMÍREZ, A.; FAAIJ, A. P. C. International Journal of Greenhouse Gas Control A state-of-the-art review of techno-economic models predicting the costs of CO₂ pipeline transport. **International Journal of Greenhouse Gas Control**, v. 16, p. 241–270, 2013.
9. WU, Y. et al. Microstructure and properties of high-power laser welding of SUS304 to SA553 for cryogenic applications. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 225, p. 56–66, 2015.
10. KIM, S. H.; KANG, C. Y.; BANG, K. S. Weld metal impact toughness of electron beam welded 9% Ni steel. **Journal of Materials Science**, v. 36, n. 5, p. 1197–1200, 2001.
11. KHODIR, S. et al. Microstructural evolution and mechanical properties of high strength 3–9% Ni-steel alloys weld metals produced by electron beam welding. **Materials & Design**, v. 60, p. 391–400, 2014.
12. SYN, C. K.; JIN, S.; MORRIS JR., J. W. Cryogenic fracture toughness of 9Ni Steel enhanced through grain refinement. **Metallurgical Transactions A**, v. 7, n. 11, p. 1827–1832, 1976.
13. SYN, C. K.; FULTZ, B.; MORRIS JR., J. W. Mechanical Stability of Retained Austenite in Tempered 9Ni Steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 9A, p. 1635, 1978.
14. KIM, K. J. On the Effects of Intercritical on the Impact Energy of Fe-9Ni-0.1C.

Materials Science and Engineering, v. 33, p. 5–20, 1978.

15. STRIFE, J. R.; PASSOJA, D. E. The Effect of Heat Treatment on Microstructure and Cryogenic Fracture Properties in 5Ni and 9Ni Steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 11A, p. 1341–1406, 1980.

16. KIM, J. I.; MORRIS JR., J. W. The Composition of Precipitated Austenite in 5.5Ni Steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 12A, p. 1957, 1981.

17. KIM, J. I.; SYN, C. K.; MORRIS JR., J. W. Microstructural sources of toughness in QLT-Treated 5.5Ni cryogenic steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 14, n. 1, p. 93–103, 1983.

18. ZHAO, X. Q. et al. Effect of Intercritical Quenching on Reversed Austenite Formation and Cryogenic Toughness in QLT-Processed 9% Ni Steel. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 14, n. 5 SUPPL. 1, p. 240–244, 2007.

19. YANG, Y. H. et al. Precipitation and stability of reversed austenite in 9Ni steel. **International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials**, v. 17, n. 5, p. 587–595, 2010.

20. SAITOH, N. et al. **Development of Heavy 9% Nickel Steel Plates Toughness for LNG Storage Tanks**. [s.l.: s.n.].

21. JANG, J.-I. et al. Micromechanism of local brittle zone phenomenon in weld heat-affected zones of advanced 9% Ni steel. **Journal of Materials Science Letters**, v. 20, n. 23, p. 2149–2152, 2001.

22. JANG, J.-I. et al. Effects of microstructural change on fracture characteristics in coarse-grained heat-affected zones of QLT-processed 9% Ni steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 340, n. 1–2, p. 68–79, 2003.

23. JANG, J.-I. et al. Experimental analysis of the practical LBZ effects on the brittle fracture performance of cryogenic steel HAZs with respect to crack arrest toughness near fusion line. **Engineering Fracture Mechanics**, v. 70, n. 10, p. 1245–1257, 2003.

24. JANG, J.-I. et al. Determination of microstructural criterion for cryogenic toughness variation in actual HAZs using microstructure-distribution maps. **Materials Science and Engineering A**, v. 351, n. 1–2, p. 183–189, 2003.

25. JANG, J.-I. et al. Crack-initiation toughness and crack-arrest toughness in advanced 9 pct Ni steel welds containing local brittle zones. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 33, n. 8, p. 2615–2622, 2002.

26. JANG, J.-I. et al. A study of fracture toughness and microstructures in the weld heat-affected zone of QLT-processed 9% Ni steel. **Advanced in Cryogenic Engineering (Materials)**, v. 44, p. 41–48, 1998.

27. JANG, J.-I. et al. Evaluation of Cryogenic Fracture Toughness in SMA-Welded 9% Ni Steels through Modified CTOD Test. **Metals and Materials**, v. 3, n. 4, p. 230–238, 1997.

28. RODRIGUES, C. R. **Avaliação das transformações de fase do aço com 9% de níquel e das zonas termicamente afetadas simuladas in situ com difração de raios-X síncroton**. [s.l.] Universidade Federal Fluminense, 2016.

29. ARMSTRONG, T. N.; GAGNEBIN, A. P. Impact Properties of Some low Alloy

Nickel Steels at Temperatures Down to -200 °Farh. **Transactions of ASM**, v. 28, p. 1–19, 1940.

30. LEBRUN, P. An Introduction To Cryogenics. **EUROPEAN ORGANIZATION FOR NUCLEAR RESEARCH CERN/AT**, 2007.

31. BROPHY, G. R.; MILLER, A. J. The Metallography and Heat Treatment of 8 to 10 Percent Nickel Steel. **Transactions of ASM**, v. 41, p. 1185, 1949.

32. SEENS, W. B.; JENSEN, W. L.; MILLER, O. O. **Notch Toughness of Four Alloy Steels at Low Temperatures**ASTM Proceeding. **Anais...ASTM International**, 1951Disponível em: <http://www.astm.org/DIGITAL_LIBRARY/STP/MMR/PAGES/PRO1951-51.htm>

33. MOUNCE, W. S. **Nine per cent nickel – 28 years of reliable service in liquefied natural gas containment. Part I The Application of Nine Per Cent Nickel Steel For Cryogenic Equipment**, 1989. Disponível em: <http://www.nickelinstitute.org/en/TechnicalLiterature/TechnicalSeries/NinePercentNickel_28YearsofReliableServiceinLNGContainment_10030_.aspx>

34. ARMSTRONG, T. N.; BROPHY, G. R. **Some Properties of Low Carbon 8 1/2 per cent Nickel Steel**National Conference on Petroleum Mechanical Engineering ASME. **Anais...Houston, Texas: 1947**

35. MILLER, B. A. **Steels and structural embodiments there of for use at low temperatures**, 1948.

36. ARMSTRONG, T. N. Impact tests of pressure vessels at -320 °F. **Welding Research Supplement**, v. 28, n. Jan, p. 34s, 1949.

37. ARMSTRONG, T. N.; MILLER, B. A. **Impact Properties of Stainless Steel and 9% Nickel Steel After Exposure Under Stress to Liquid Nitrogen**ASTM Bulletin 177. [s.l: s.n.].

38. MOUNCE, C.; ARMSTRONG, T. N. Steels for the Containment of Liquefied Gas Cargoes. **Trans. Society of Naval Architects**, v. 67, p. 423s, 1959.

39. ARMSTRONG; GROSS; BRIEN. Properties Affecting Suitability of 9% Nickel Steel for Low Temperature Service. **Welding Journal Research Supplemente**, v. 38, 1959.

40. JOHNSON, R. J. Nickel Steel Alloys for Liquids at -320 °F. **Chemical Engineering**, 1960.

41. MOUNCE, C.; LANKFORD, Z. **Final Ressults from Operation Cryogenics - 9% Nickel Steel Vessels Burst and Impact Tests**. [s.l: s.n.].

42. ASME. **ASME Code Case 108-4**, 1963.

43. GALLETO, C. **Final Ressults from Operation Cryogenics - 9% Nickel Steel Vessels Burst and Impact Tests**, 1965.

44. THARDY, R. H.; HEALTH, D. J.; FLANNERY, J. W. **Welding 9% Nickel Steel - A Review of the Current Practices**The Proceedings of the Conference on Welding Low Temperature Containment Plant. **Anais...1973**

45. BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. **Steels Microstructure and Properties**. Third ed. [s.l.] Butterworth-Heinemann of Elsevier, 2006.
46. DAVIS, J. R. **ASM Specialty HANDBOOK Carbon and Alloy Steels**. [s.l.: s.n.].
47. TERENCE, R. M. F. The Influence of Nickel on the Strength, Toughness and Structure of Low Carbon Steels. **Metallurgy and Metallography Mechanics**, 1968.
48. PRICE, A. H. Significant system parameters influencing HAZ properties in 9%Ni steel. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 6, n. 4, p. 255–260, 2001.
49. CHEN, S. H. et al. Compression Stability of Reversed Austenite in 9Ni Steel. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 28, n. 6, p. 558–561, 2012.
50. EL, A.; MUSTAFA, F.; GHANEM, M. A. A. The influence of welding conditions on mechanical properties of 9% Ni steel welded joints of Liquefied Natural Gas tank. **The International Journal of Engineering and Science (IJES)**, v. 2, n. 1, p. 179–185, 2013.
51. FULTZ, B. et al. The stability of precipitated austenite and the toughness of 9Ni steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 16, n. 12, p. 2237–2249, 1985.
52. HOSHIRO, M. Development of Super-9 % Ni Steel Plates with Superior Low-Temperature Toughness for LNG Storage Tanks. **Nippon Steel Technical Report**, n. 90, p. 20–24, 2004.
53. LEBEL, F. et al. Thermal ageing process at laboratory scale to evaluate the lifetime of Liquefied Natural Gas storage and loading/unloading materials. **Materials and Design**, v. 44, p. 283–290, 2013.
54. NAKADA, N. et al. Improvement of strengths - ductility balance by copper addition in 9%Ni steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 374, n. 1–2, p. 137–144, 2004.
55. NIPPES, E. F.; BALAGUER, J. P. A Study of the Weld Heat-Affected Zone Toughness of 9% Nickel Steel. **Welding Research Supplement**, p. 237–243, 1986.
56. NAOFUMI, O. 9 % Ni Steel with High Brittle Crack Arrestability. **JFE Technical Report**, v. 11, n. 11, p. 75–76, 2008.
57. CHUNYAN, Y. et al. Prediction of Hardness in Heat Affected Zone of 9% Ni Steel. **Advanced Materials Research**, v. 455–456, p. 405–412, 2012.
58. ASTM SPECIFICATION STANDARD, N. **ASTM A553 Standard Specification for Pressure Vessel Plates , Alloy Steel , Quenched and Tempered 8 and 9 Percent Nickel**, 2000.
59. ASTM SPECIFICATION STANDARD, N. **ASTM A353 Standard Specification for Pressure Vessel Plates , Alloy Steel , 9 Percent Nickel , Double-Normalized and Tempered**, 1999.
60. ASTM SPECIFICATION STANDARD, N. **ASTM A844 Standard Specification for Steel Plates , 9 % Nickel Alloy , for Pressure Vessels , Produced by the Direct-Quenching Process**, 1999.

61. WOOD, W. E. Mechanical Stability of Retained Austenite in Quenched and Tempered AIS14340 Steel. v. 9, n. November, 1982.
62. FULTZ, B.; MORRIS JR., J. W. A Mossbauer Spectrometry Study of the Mechanical Transformation of Precipitated Austenite in 6Ni Steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 16A, p. 173, 1985.
63. FULTZ, B.; MORRIS JR., J. W. The Mechanical Stability of Precipitated Austenite in 9Ni Steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 16A, p. 2251, 1985.
64. JIN, S.; HWANG, K.; MORRIS JR., J. W. The effect of grain size and retained austenite on the ductile-brittle transition of a titanium-gettered iron alloy. **Metallurgical Transactions A**, v. 6, n. 9, p. 1721–1726, 1975.
65. HWANG, K.; JIN, S.; MORRIS JR., J. W. A study of retained austenite in a fine-grained Fe-12Ni-0.25Ti alloy. **Metallurgical Transactions A**, v. 6, n. 11, p. 2015–2021, 1975.
66. PENSE, A. W.; STOUT, R. D. **Fracture Toughness And Related Characteristics Of The Cryogenic Nickel Steels** Welding Research Council Bulletin 205. [s.l: s.n.].
67. SÉFÉRIAN, D. **The Metallurgy of Welding**. London: Chapman and Hall, 1962.
68. BRANDI, S. D. **Soldagem & Tratamento Térmico. Coleção Tecnologia SENAI: Soldagem**. [s.l: s.n.].
69. WELLAND, W. G. Producing Strong Welds in 9% Nickel Steel. **Welding Journal**, p. 263–272, 1978.
70. CASANOVA, JAIME; SORGER, G; VILAÇA, P; BRANDI, S. D. **A Microstructural Evaluation of Single and Double-Pass FSW in 9 % Nickel Steel** 69th IIW Annual Assembly and International Conference. **Anais...** Austrália: 2016 Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/309346159_A_Microstructural_Evaluation_of_Single_and_Double-Pass_FSW_in_9_Nickel_Steel>
71. RODRIGUEZ, J.; PEREIRA, V.F.; TSCHIPTSCHIN, A.P.; GARCIA, D.; KALUME, R.; LIMA, L. **Friction stir welding of 9%Ni steel pipe** ASM Proceedings of the International Conference: Trends in Welding Research. **Anais...** 2016
72. THOMAS, W. N.; NICHOLAS, E. D.; NEEDHAM, J. C.; MURCH, M. G.; TEMPLE-SMITH, P.; DAWES, C. J. **International Patent Application PCT/GB92/02203 and GB Patent Application 9125978.8, UK Patent Office, London**, [s.d.].
73. AYDIN, H.; NELSON, T. W. Microstructure and mechanical properties of hard zone in friction stir welded X80 pipeline steel relative to different heat input. **Materials Science and Engineering A**, v. 586, p. 313–322, 2013.
74. MAHONEY, M. W. et al. Properties of friction-stir-welded 7075 T651 aluminum. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 29, n. 7, p. 1955–1964, 1998.
75. BHADESHIA, H. K. D. H.; DEBROY, T. Critical assessment: friction stir

welding of steels. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 14, n. 3, p. 193–196, 2009.

76. MISHRA, R. S.; MA, Z. Y. Friction stir welding and processing. **Materials Science and Engineering R: Reports**, v. 50, n. 1–2, p. 1–78, 2005.

77. KUDZANAYI CHITEKA. Friction Stir Welding of steels: A Review Paper. **Journal of Mechanical and Civil Engineering**, v. 9, n. 2, p. 16–20, 2013.

78. FUJII, H. et al. Friction stir welding of carbon steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 429, n. 1–2, p. 50–57, 2006.

79. NAKAMURA, T.; HIRAOKA, K. GMA welding of 9% Ni steel in pure argon shielding gas using coaxial multilayer solid wire. **Welding in the World**, v. 57, p. 743–752, 2013.

80. EVANS, G. M. Effect of Manganese on the Microstructure and Properties of All-Weld-Metal Deposits. **Welding Research Supplement**, n. March, p. 67–75, 1980.

81. EVANS, G. M. The Effect of Carbon on the Microstructure and Properties of C-Mn All-Weld Metal Deposits. **Welding Research Supplement**, n. November, p. 313–320, 1983.

82. EVANS, G. M. The Effect of Stress Relieving on the Microstructure and Properties of C-Mn All-Weld Metal Deposits. **Welding Research Supplement**, n. December, p. 326–334, 1986.

83. EVANS, G. M. The effect of nickel on the microstructure and and properties of C-Mn all-well metal deposits. **Joining Sciences**, v. 1, n. 1, p. 2–13, 1991.

84. ZHANG, Z.; FARRAR, R. A. Influence of Mn and Ni on the microstructure and toughness of C-Mn-Ni weld metals. **Welding Journal**, v. 76, n. 5, p. 183–196, 1997.

85. KEEHAN, E.; KARLSSON, L.; ANDRÉN, H.-O. Influence of carbon, manganese and nickel on microstructure and properties of strong steel weld metals: Part 1 – Effect of nickel content. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 11, n. 1, p. 1–8, 2006.

86. KEEHAN, E. et al. Influence of carbon, manganese and nickel on microstructure and properties of strong steel weld metals: Part 2 – Impact toughness gain resulting from manganese reductions. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 11, n. 1, p. 9–18, 2006.

87. KEEHAN, E. et al. Influence of carbon, manganese and nickel on microstructure and properties of strong steel weld metals Part 3 – Increased strength resulting from carbon additions. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 11, n. 1, p. 19–24, 2006.

88. KEEHAN, E. et al. **New Developments with C – Mn – Ni in High Strength Steel Weld Metals — Part B . Mechanical Properties**. Disponível em: <<http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/download?doi=10.1.1.216.6310&rep=rep1&type=pdf>>.

89. KEEHAN, E. et al. **New Developments with C – Mn – Ni High Strength Steel Weld Metals — Part A . Microstructure**. Disponível em:

<<http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/download?doi=10.1.1.216.5279&rep=rep1&type=pdf>>.

90. EROGLU, M.; AKSOY, M. Effect of nickel on microstructure and mechanical properties of heat affected zone of low carbon steel. **Materials Science and Technology**, v. 18, n. 1, p. 35–40, 2002.

91. NAKO, H. et al. Comparison of Microstructures at As Welded Zone and Reheated Zone in 9%Ni Steel Similar Composition Weld Metal. **Materials Science Forum**, v. 638–642, p. 3693–3698, 2010.

92. LEEM, D.-S. et al. Amount of retained austenite at room temperature after reverse transformation of martensite to austenite in an Fe–13%Cr–7%Ni–3%Si martensitic stainless steel. **Scripta Materialia**, v. 45, n. 7, p. 767–772, 2001.

93. MABUCHI, H.; UEMORI, R. The Segregating Behavior of Alloying Elements Based on the Divorced Coincident Segregation in 5% Ni Steels by the Application of FE-TEM. **ISIJ International**, v. 38, n. 2, p. 203–211, 1998.

94. MATSUYAMA, T.; HOSOKAWA, H.; SUTO, H. Tracer Diffusion of P in Iron and Iron Alloys. **Transactions of the Japan Institute of Metals**, v. 24, n. 8, p. 589–594, 1983.

95. KOZESCHNIK, E. A Discussion of Phase Transformations in Fe-C-Mn as Affected by Paraequilibrium Constraints. **Journal of Phase Equilibria**, v. 21, n. 4, p. 336–341, 2000.

96. GHOSH, G.; OLSON, G. B.; INTRODUCTION, I. Simulation of Paraequilibrium Growth in Multicomponent Systems. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 32, n. March, p. 455–467, 2001.

97. EASTERLING, K. **Introduction to the Physical metallurgy of Welding**. [s.l.: s.n.].

98. TOUMPIS, A. et al. Development of a process envelope for friction stir welding of DH36 steel - A step change. **Materials and Design**, v. 62, p. 64–75, 2014.

99. MYHR, O. R.; GRONG, O. Dimensionless Maps for Heat Flow Analyses in Fusion Welding. **Acta Metall. Mater.**, v. 38, p. 449–460, 1990.

100. GRONG, ØYSTEIN. **Metallurgical modelling of welding**. Second ed. [s.l.: s.n.]. v. 2

101. RAMIREZ, A. J.; BRANDI, S. D. Application of discrete distribution point heat source model to simulate multipass weld thermal cycles in medium thick plates. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 9, n. 1, p. 72–82, 2004.

102. AZAR, A. S. et al. Statistical analysis of the arc behavior in dry hyperbaric GMA welding from 1 to 250bar. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 212, n. 1, p. 211–219, 2012.

103. AZAR, A. S.; ÅS, S. K.; AKSELSEN, O. M. Analytical Modeling of Weld Bead Shape in Dry Hyperbaric GMAW Using Ar-He Chamber Gas Mixtures. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 22, n. 3, p. 673–680, 2013.

104. FERREIRA, D. M. B. **Soldagem dos aços API 5L X80 utilizando o**

processo MAG com curto circuito controlado na raiz e enchimento com arame tubular com proteção gasosa. [s.l.] Universidade de São Paulo, 2017.

105. ROSENTHAL, D. Mathematical Theory of Heat Distribution During Welding and Cutting. **Welding Journal**, v. 20, n. 5, p. 220s–234s, 1941.

106. CHEN, S. H. et al. Compression Stability of Reversed Austenite in 9Ni Steel. **Journal of Materials Science and Technology**, v. 28, n. 6, p. 558–561, 2012.

107. KEEHAN, E. et al. Influence of carbon, manganese and nickel on microstructure and properties of strong steel weld metals: Part 3 – Increased strength resulting from carbon additions. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 11, n. 1, p. 19–24, 2006.

108. EMYGDIO, GUILHERME ZEEMANN PINHO; ASSIS, KIOSHY SANTOS DE; ZEEMANN, ANNELEISE; MATTOS, O. R. Behavior of 9Ni Steel in the Presence of Aqueous Solutions Containing CO₂ and H₂S. **Corrosion**, v. 73, n. 3, p. 303–314, 2017.

109. CHUNYAN, Y. et al. Prediction of Hardness in Heat Affected Zone of 9%Ni Steel. **Advanced Materials Research**, v. 455–456, p. 406–412, 2012.

110. LI, X. et al. Influence of Martensite-Austenite constituents formed at different intercritical temperatures on toughness. **Materials and Design**, v. 67, p. 457–463, 2015.

111. DE KNIJF, D. et al. Effect of fresh martensite on the stability of retained austenite in quenching and partitioning steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 615, p. 107–115, 2014.

112. SANTOFIMIA, M. J. et al. Microstructural analysis of martensite constituents in quenching and partitioning steels. **Materials Characterization**, v. 92, p. 91–95, 2014.

113. WU, J. et al. Image Quality Analysis: A New Method of Characterizing Microstructures. **Materials Science**, v. 45, n. 2, p. 254–262, 2005.

114. LI, X. et al. Influence of prior austenite grain size on martensite – austenite constituent and toughness in the heat affected zone of 700 MPa high strength linepipe steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 616, p. 141–147, 2014.

115. KINNEY, C. et al. An Investigation Into 6-Fold Symmetry in Martensitic Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 47, n. 11, p. 5266–5270, 2016.

116. KINNEY, C. C. et al. The microstructure of lath martensite in quenched 9Ni steel. **Acta Materialia**, v. 69, p. 372–385, 2014.

117. MORRIS, J. W. et al. Microstructure and cleavage in lath martensitic steels. **Science and Technology of Advanced Materials**, v. 14, n. 1, p. 14208, 2013.

118. SCHEID, A. et al. The microstructure effect on the fracture toughness of ferritic Ni-alloyed steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 661, p. 96–104, 2016.

119. SAVAGE, W. F.; NIPPES, E. F.; SZEKERES, E. S. A Study of Weld Interface Phenomena In A Low Alloy Steel. **Welding Journal**, v. 55, n. 9, p. 260–268, 1976.

120. YANG, Y. K.; KOU, S. Macrosegregation in Cu–30Ni welds made with dissimilar filler metals. **Science and Technology of Welding and Joining**, v. 13, n. 4, p. 318–326, 2008.

9. APÊNDICES

APÊNDICE A

Resumo da análise estatística da energia absorvida no ensaio Charpy V das amostras da Gleeble

One-way ANOVA: Energia Absorvida à -196°C (J) versus Experimento

Method
 Null hypothesis All means are equal
 Alternative hypothesis At least one mean is different
 Significance level $\alpha = 0,05$

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Experimento	9	CP1; CP2; CP3; CP4; CP5; CP6; CP7; CP8; MB-L

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Experimento	8	289,187	36,1483	84,28	0,000
Error	18	7,720	0,4289		
Total	26	296,907			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0,654896	97,40%	96,24%	94,15%

Means

Experimento	N	Mean	StDev	95% CI
CP1	3	24,100	0,400	(23,306; 24,894)
CP2	3	22,133	1,150	(21,339; 22,928)
CP3	3	23,167	0,503	(22,372; 23,961)
CP4	3	23,300	0,529	(22,506; 24,094)
CP5	3	23,1333	0,1528	(22,3390; 23,9277)
CP6	3	17,467	0,839	(16,672; 18,261)
CP7	3	17,033	0,929	(16,239; 17,828)
CP8	3	19,467	0,503	(18,672; 20,261)
MB-L	3	28,00	0,00	(27,21; 28,79)

Pooled StDev = 0,654896

Tukey Pairwise Comparisons

Grouping Information Using the Tukey Method and 95% Confidence

Experimento	N	Mean	Grouping
MB-L	3	28,00	A
CP1	3	24,100	B
CP4	3	23,300	B C
CP3	3	23,167	B C
CP5	3	23,1333	B C
CP2	3	22,133	C
CP8	3	19,467	D
CP6	3	17,467	E
CP7	3	17,033	E

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 95% CIs

Nota: Se o intervalo não contém zero, as médias correspondentes são significativamente diferentes.

Residual Plots for Energia Absorvida à -196°C (J)

APÊNDICE B

Resumo da análise estatística da comparação das médias do ensaio de microdureza Vickers com força de 0,5 kgf dos experimentos da Gleeble®.

One-way ANOVA: Microdureza Vickers versus Experimento

Method
 Null hypothesis All means are equal
 Alternative hypothesis At least one mean is different
 Significance level $\alpha = 0,05$

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Experimento	9	CP1; CP2; CP3; CP4; CP5; CP6; CP7; CP8; MB

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Experimento	8	65938,5	8242,31	334,50	0,000
Error	36	887,1	24,64		
Total	44	66825,6			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
4,96396	98,67%	98,38%	97,93%

Means

Experimento	N	Mean	StDev	95% CI
CP1	5	355,400	2,074	(350,898; 359,902)
CP2	5	360,80	4,32	(356,30; 365,30)
CP3	5	284,800	0,837	(280,298; 289,302)
CP4	5	370,80	7,01	(366,30; 375,30)
CP5	5	307,00	6,75	(302,50; 311,50)
CP6	5	336,00	3,32	(331,50; 340,50)
CP7	5	293,00	4,64	(288,50; 297,50)
CP8	5	327,44	6,71	(322,94; 331,94)
MB	5	247,60	5,08	(243,10; 252,10)

Pooled StDev = 4,96396

Tukey Pairwise Comparisons

Grouping Information Using the Tukey Method and 95% Confidence

Experimento	N	Mean	Grouping
CP4	5	370,80	A
CP2	5	360,80	A B
CP1	5	355,400	B
CP6	5	336,00	C
CP8	5	327,44	C
CP5	5	307,00	D
CP7	5	293,00	E
CP3	5	284,800	E
MB	5	247,60	F

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 95% CIs

Nota: Se o intervalo não contém zero, as médias correspondentes são significativamente diferente.

Residual Plots for Microdureza Vickers

26/09/2017 19:23:41

APÊNDICE C

Análise estatística da microsegregação química do metal de base

One-way ANOVA: % Wt versus Chemical Element

Method
 Null hypothesis All means are equal
 Alternative hypothesis At least one mean is different
 Significance level $\alpha = 0,01$

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Chemical Element	4	Normal Mn; Normal Ni; Seg. Line Mn; Seg. Line Ni

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Chemical Element	3	418,073	139,358	1429,32	0,000
Error	28	2,730	0,097		
Total	31	420,803			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
0,312248	99,35%	99,28%	99,15%

Means

Chemical Element	N	Mean	StDev	99% CI
Normal Mn	8	0,7375	0,0966	(0,4324; 1,0426)
Normal Ni	8	7,4688	0,2148	(7,1637; 7,7738)
Seg. Line Mn	8	1,0425	0,1229	(0,7374; 1,3476)
Seg. Line Ni	8	8,664	0,565	(8,359; 8,969)

Pooled StDev = 0,312248

Tukey Pairwise Comparisons

Grouping Information Using the Tukey Method and 99% Confidence

Chemical Element	N	Mean	Grouping
Seg. Line Ni	8	8,664	A
Normal Ni	8	7,4688	B
Seg. Line Mn	8	1,0425	C
Normal Mn	8	0,7375	C

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 99% CIs

Residual Plots for % Wt

Microestrutura SEM Microsegregação

Microestrutura COM Microsegregação

Localização das medidas de microanálise química na microestrutura.

- Mn1 e Ni1 composição química da microestrutura sem segregação.
- Mn2 e Ni2 composição química da microestrutura sem segregação.
- Mn1 and Mn2 são diferentes.
- Ni1 and Ni2 são diferentes.

APÊNDICE D

Resumo da análise estatística da comparação das médias do ensaio de microdureza Vickers com força de 0,025 kgf dos experimentos da Gleeble®.

One-way ANOVA: Microdureza versus Microestrutura

Method

Null hypothesis All means are equal
 Alternative hypothesis At least one mean is different
 Significance level $\alpha = 0,001$

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Microestrutura	2	Clara; Escura

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Microestrutura	1	3571	3570,84	78,88	0,000
Error	28	1267	45,27		
Total	29	4838			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
6,72805	73,80%	72,87%	69,93%

Means

Microestrutura	N	Mean	StDev	99,9% CI
Clara	15	148,53	6,74	(142,14; 154,91)
Escura	15	170,35	6,72	(163,96; 176,73)

Pooled StDev = 6,72805

Tukey Pairwise Comparisons

Grouping Information Using the Tukey Method and 99% Confidence

Microestrutura	N	Mean	Grouping
Escura	15	170,35	A
Clara	15	148,53	B

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 99% CIs

Residual Plots for Microdureza

APÊNDICE E

Resumo da análise estatística da comparação das médias da fração volumétrica do microconstituente martensita-austenita dos experimentos da Gleeble®.

One-way ANOVA: Fração Vol. de Austenita versus Experimento

Method
 Null hypothesis All means are equal
 Alternative hypothesis At least one mean is different
 Significance level $\alpha = 0,05$

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Experimento	9	CP1; CP2; CP3; CP4; CP5; CP6; CP7; CP8; MB

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Experimento	8	1581,90	197,737	115,62	0,000
Error	18	30,78	1,710		
Total	26	1612,68			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
1,30777	98,09%	97,24%	95,70%

Means

Experimento	N	Mean	StDev	95% CI
CP1	3	9,71	1,74	(8,12; 11,30)
CP2	3	1,654	0,399	(0,068; 3,241)
CP3	3	3,664	0,418	(2,078; 5,250)
CP4	3	6,08	2,22	(4,49; 7,66)
CP5	3	6,518	1,140	(4,931; 8,104)
CP6	3	16,143	1,390	(14,557; 17,729)
CP7	3	8,484	1,275	(6,898; 10,070)
CP8	3	3,688	1,020	(2,102; 5,274)
MB	3	27,733	1,097	(26,147; 29,320)

Pooled StDev = 1,30777

Tukey Pairwise Comparisons

Grouping Information Using the Tukey Method and 95% Confidence

Experimento	N	Mean	Grouping
MB	3	27,733	A
CP6	3	16,143	B
CP1	3	9,71	C
CP7	3	8,484	C
CP5	3	6,518	C D
CP4	3	6,08	C D
CP8	3	3,688	D E
CP3	3	3,664	D E
CP2	3	1,654	E

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 95% CIs

Nota: Se o intervalo não contém zero, as médias correspondentes são significativamente diferente.

Residual Plots for Fração Vol. de Austenita

APÊNDICE F

Gráficos dos resultados de difração de raio-X dos experimentos da Gleeble®.

Gráfico da relação de Nelson-Riley da ficha 00-033-0397 que foi utilizada para identificar a austenita.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do metal de base na posição superior ao sentido de laminação da chapa. Planos cristalográficos das fases martensita e austenita identificados.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do metal de base na posição lateral ao sentido de laminação da chapa. Planos cristalográficos das fases martensita e austenita identificados.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do metal de base na posição lateral ao sentido de laminação da chapa. Planos cristalográficos das fases martensita e austenita identificados.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP1 (1250 °C) com os planos cristalográficos da fase martensita identificados.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP1 (1250 °C) com escala de intensidade alterada para identificar os planos cristalográficos das fases martensita e austenita.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP2 (1250 °C+985 °C) com os planos cristalográficos da fase martensita identificados.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP2 com parâmetros de aquisição no ensaio de difração alterados para identificar os picos de 100% e 45% de austenita. Passo de aquisição de 0,005° e tempo de aquisição de 1000 s.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP3 (1250 °C+985 °C+580 °C) com os planos cristalográficos da fase martensita identificados.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP3 (1250 °C+985°C+580 °C) com escala de intensidade alterada para identificar os planos cristalográficos das fases martensita e austenita.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP4 (1250 °C+825 °C) com os planos cristalográficos da fase martensita identificados.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP4 (1250 °C+825 °C) com escala de intensidade alterada para identificar os planos cristalográficos das fases martensita e austenita.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP5 (1250 °C+825 °C+530 °C) com os planos cristalográficos das fases martensita e austenita identificados.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP5 (1250 °C+825 °C+530 °C) com escala de intensidade alterada para identificar os planos cristalográficos das fases martensita e austenita.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP6 (1250 °C+685 °C) com os planos cristalográficos das fases martensita e austenita identificados.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP6 (1250 °C+685 °C) com escala de intensidade alterada para identificar os planos cristalográficos das fases martensita e austenita.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP7 (1250 °C+580 °C) com os planos cristalográficos das fases martensita e austenita identificados.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP7 (1250 °C+580 °C) com escala de intensidade alterada para identificar os planos cristalográficos das fases martensita e austenita.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP8 (1250 °C+400 °C) com os planos cristalográficos das fases martensita e austenita identificados.

Resultado do ensaio de difração de raios-X do experimento CP8 (1250 °C+400 °C) com escala de intensidade alterada para identificar os planos cristalográficos das fases martensita e austenita.

APÊNDICE G

Regressão Linear Múltipla

DRX são os valores de austenita retida obtidos via difração de raios X; CCGA é a desorientação de contorno de grão de alto ângulo; Ma são os valores do microconstituente Martensita-Austenita; TG é o tamanho de grão.

Best Subsets Regression: Charpy versus DRX; CGAA; MA; Dureza; TG

Response is Charpy

Vars	R-Sq	R-Sq (adj)	PRESS	R-Sq (pred)	Mallows Cp	S	D u r e z a T				
							R	A	M	A	G
1	43,0	33,4	46,7	15,8	1,7	2,2962	X				
1	20,9	7,7	75,7	0,0	3,8	2,7040		X			
1	9,0	0,0	93,2	0,0	5,0	2,8998			X		
1	7,5	0,0	97,6	0,0	5,2	2,9246				X	
1	3,7	0,0	111,9	0,0	5,5	2,9826		X			
2	55,7	38,0	71,9	0,0	2,4	2,2157	X	X			
2	44,3	22,1	67,1	0,0	3,5	2,4847	X		X		
2	44,0	21,6	81,3	0,0	3,5	2,4923	X	X			
2	43,0	20,1	82,6	0,0	3,7	2,5152	X			X	
2	30,9	3,3	98,0	0,0	4,8	2,7678			X	X	
3	62,2	33,8	85,4	0,0	3,7	2,2905	X	X	X		
3	62,0	33,5	183,8	0,0	3,8	2,2946	X	X		X	
3	56,0	23,0	159,0	0,0	4,4	2,4706	X	X	X		
3	45,7	5,0	129,1	0,0	5,4	2,7434	X	X		X	
3	44,6	3,1	174,1	0,0	5,5	2,7703	X		X	X	
4	70,2	30,5	215,7	0,0	5,0	2,3468	X	X	X	X	
4	63,1	14,0	256,6	0,0	5,7	2,6109	X	X	X		X
4	62,4	12,4	258,3	0,0	5,7	2,6350	X	X	X	X	
4	45,7	0,0	384,8	0,0	7,4	3,1670	X	X		X	X
4	34,4	0,0	486,4	0,0	8,5	3,4821		X	X	X	X
5	79,8	29,3	236,7	0,0	6,0	2,3659	X	X	X	X	X

Regression Analysis: Charpy versus DRX

Stepwise Selection of Terms

α to enter = 0,15; α to remove = 0,15

The stepwise procedure added terms during the procedure in order to maintain a hierarchical model at each step.

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	2	26,024	46,93%	26,0238	13,0119	2,21	0,205
DRX	1	23,819	42,95%	0,0977	0,0977	0,02	0,903
DRX*DRX	1	2,204	3,98%	2,2045	2,2045	0,37	0,567
Error	5	29,431	53,07%	29,4312	5,8862		
Total	7	55,455	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
2,42616	46,93%	25,70%	252,044	0,00%

Coefficients

Term	Coef	SE Coef	95% CI	T-Value	P-Value	VIF
Constant	22,43	3,60	(13,17; 31,69)	6,22	0,002	
DRX	0,18	1,36	(-3,33; 3,68)	0,13	0,903	18,60
DRX*DRX	-0,066	0,107	(-0,341; 0,210)	-0,61	0,567	18,60

Regression Equation

$$\text{Charpy} = 22,43 + 0,18 \text{ DRX} - 0,066 \text{ DRX*DRX}$$

Durbin-Watson Statistic

$$\text{Durbin-Watson Statistic} = 0,982841$$

Residual Plots for Charpy

Regression Analysis: Charpy versus MA

* NOTE * There are no terms in the model.

Stepwise Selection of Terms

α to enter = 0,15; α to remove = 0,15
No terms can enter the model.

Regression Analysis: Charpy versus MA; DRX

Stepwise Selection of Terms

α to enter = 0,15; α to remove = 0,15
The stepwise procedure added terms during the procedure in order to maintain a hierarchical model at each step.

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	1	23,82	42,95%	23,82	23,819	4,52	0,078
DRX	1	23,82	42,95%	23,82	23,819	4,52	0,078
Error	6	31,64	57,05%	31,64	5,273		
Total	7	55,46	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
2,29622	42,95%	33,44%	46,7122	15,77%

Coefficients

Term	Coef	SE Coef	95% CI	T-Value	P-Value	VIF
Constant	24,35	1,68	(20,24; 28,46)	14,50	0,000	
DRX	-0,636	0,299	(-1,368; 0,096)	-2,13	0,078	1,00

Regression Equation

$$\text{Charpy} = 24,35 - 0,636 \text{ DRX}$$

Durbin-Watson Statistic

$$\text{Durbin-Watson Statistic} = 1,26155$$

Residual Plots for Charpy

Regression Analysis: Charpy versus DRX; Dureza

Stepwise Selection of Terms

α to enter = 0,15; α to remove = 0,15

The stepwise procedure added terms during the procedure in order to maintain a hierarchical

model at each step.

Beginning with step 2, the model may not be hierarchical because some required terms are

impossible to estimate.

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	1	25,93	46,75%	25,93	25,926	5,27	0,062
DRX*DRX	1	25,93	46,75%	25,93	25,926	5,27	0,062
Error	6	29,53	53,25%	29,53	4,921		
Total	7	55,45	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
2,21844	46,75%	37,88%	57,1849	0,00%

Coefficients

Term	Coef	SE Coef	95% CI	T-Value	P-Value	VIF
Constant	22,87	1,06	(20,27; 25,47)	21,53	0,000	
DRX*DRX	-0,0522	0,0227	(-0,1079; 0,0035)	-2,30	0,062	1,00

Regression Equation

Charpy = 22,87 - 0,0522 DRX*DRX

Fits and Diagnostics for Unusual Observations

Obs	Charpy	Fit	SE Fit	95% CI	Resid	Std Resid	Del Resid	HI
Cook's D	DFITS							
6	17,50	16,89	2,04	(11,89; 21,89)	0,61	0,70	0,67	0,849025
1,40	1,59323							

Obs

6 X

X Unusual X

Durbin-Watson Statistic

Durbin-Watson Statistic = 1,03579

Residual Plots for Charpy

Regression Analysis: Charpy versus DRX; Dureza; MA

Stepwise Selection of Terms

α to enter = 0,15; α to remove = 0,15

The stepwise procedure added terms during the procedure in order to maintain a hierarchical model at each step.

Beginning with step 2, the model may not be hierarchical because some required terms are impossible to estimate.
Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-
Value							
Regression	2	39,36	70,98%	39,36	19,681	6,11	
0,045							
DRX*DRX	1	25,93	46,75%	28,60	28,602	8,89	
0,031							
Dureza*Dureza*MA*MA	1	13,44	24,23%	13,44	13,435	4,17	
0,096							
Error	5	16,09	29,02%	16,09	3,219		
Total	7	55,46	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
1,79409	70,98%	59,37%	33,1766	40,17%

Coefficients

Term	Coef	SE Coef	95% CI	T-Value	P-Value
VIF					
Constant	22,911	0,859	(20,703; 25,120)	26,66	0,000
DRX*DRX	-0,1419	0,0476	(-0,2643; -0,0195)	-2,98	0,031
6,70					
Dureza*Dureza*MA*MA	0,00375	0,00183	(-0,00097; 0,00847)	2,04	0,096
6,70					

Regression Equation

Charpy = 22,911 - 0,1419 DRX*DRX + 0,00375 Dureza*Dureza*MA*MA

Durbin-Watson Statistic

Durbin-Watson Statistic = 1,82932

Residual Plots for Charpy

Regression Analysis: Charpy versus DRX; MA; TG

Stepwise Selection of Terms

α to enter = 0,15; α to remove = 0,15
 Beginning with step 1, the model may not be hierarchical because some required terms are impossible to estimate.

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	2	45,550	82,14%	45,550	22,775	11,50	0,013
MA*TG	1	10,975	19,79%	16,384	16,384	8,27	0,035
DRX*DRX*TG*TG	1	34,575	62,35%	34,575	34,575	17,45	0,009
Error	5	9,905	17,86%	9,905	1,981		
Total	7	55,455	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
1,40751	82,14%	74,99%	20,3131	63,37%

Coefficients

Term	Coef	SE Coef	95% CI	T-Value	P-Value
VIF					
Constant	20,693	0,994	(18,138; 23,248)	20,82	0,000
MA*TG	0,0905	0,0315	(0,0096; 0,1715)	2,88	0,035
DRX*DRX*TG*TG	-0,002156	0,000516	(-0,003482; -0,000829)	-4,18	0,009

Regression Equation

Charpy = 20,693 + 0,0905 MA*TG - 0,002156 DRX*DRX*TG*TG

Durbin-Watson Statistic

Durbin-Watson Statistic = 1,07626

Residual Plots for Charpy

Regression Analysis: Charpy versus DRX; CGAA; MA

Stepwise Selection of Terms

α to enter = 0,15; α to remove = 0,15

The stepwise procedure added terms during the procedure in order to maintain a hierarchical

model at each step.

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	1	23,82	42,95%	23,82	23,819	4,52	0,078
DRX	1	23,82	42,95%	23,82	23,819	4,52	0,078
Error	6	31,64	57,05%	31,64	5,273		
Total	7	55,46	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
2,29622	42,95%	33,44%	46,7122	15,77%

Coefficients

Term	Coef	SE Coef	95% CI	T-Value	P-Value	VIF
Constant	24,35	1,68	(20,24; 28,46)	14,50	0,000	
DRX	-0,636	0,299	(-1,368; 0,096)	-2,13	0,078	1,00

Regression Equation

$$\text{Charpy} = 24,35 - 0,636 \text{ DRX}$$

Durbin-Watson Statistic

$$\text{Durbin-Watson Statistic} = 1,26155$$

Residual Plots for Charpy

Regression Analysis: Charpy versus DRX; MA; Dureza; TG

Stepwise Selection of Terms

α to enter = 0,15; α to remove = 0,15

Beginning with step 1, the model may not be hierarchical because some required terms are

impossible to estimate.

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	2	45,774	82,54%	45,774	22,887	11,82	0,013
MA*Dureza*TG	1	7,649	13,79%	16,609	16,609	8,58	0,033
DRX*DRX*TG*TG	1	38,125	68,75%	38,125	38,125	19,69	0,007

Error	5	9,681	17,46%	9,681	1,936
Total	7	55,455	100,00%		

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
1,39147	82,54%	75,56%	18,8757	65,96%

Coefficients

Term	Coef	SE Coef	95% CI	T-Value	P-Value
VIF					
Constant	21,009	0,901	(18,694; 23,324)	23,33	0,000
MA*Dureza*TG	0,02261	0,00772	(0,00277; 0,04245)	2,93	0,033
4,30					
DRX*DRX*TG*TG	-0,001890	0,000426	(-0,002985; -0,000795)	-4,44	0,007
4,30					

Regression Equation

$$\text{Charpy} = 21,009 + 0,02261 \text{ MA*Dureza*TG} - 0,001890 \text{ DRX*DRX*TG*TG}$$

Durbin-Watson Statistic

$$\text{Durbin-Watson Statistic} = 1,41415$$

Residual Plots for Charpy

Regression Analysis: Charpy versus DRX; CGAA; MA; TG

Stepwise Selection of Terms

α to enter = 0,15; α to remove = 0,15

Beginning with step 1, the model may not be hierarchical because some required terms are impossible to estimate.

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	2	45,550	82,14%	45,550	22,775	11,50	0,013
MA*TG	1	10,975	19,79%	16,384	16,384	8,27	0,035
DRX*DRX*TG*TG	1	34,575	62,35%	34,575	34,575	17,45	0,009
Error	5	9,905	17,86%	9,905	1,981		
Total	7	55,455	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
1,40751	82,14%	74,99%	20,3131	63,37%

Coefficients

Term	Coef	SE Coef	95% CI	T-Value	P-Value
VIF					
Constant	20,693	0,994	(18,138; 23,248)	20,82	0,000
MA*TG	0,0905	0,0315	(0,0096; 0,1715)	2,88	0,035
DRX*DRX*TG*TG	-0,002156	0,000516	(-0,003482; -0,000829)	-4,18	0,009

Regression Equation

Charpy = 20,693 + 0,0905 MA*TG - 0,002156 DRX*DRX*TG*TG

Durbin-Watson Statistic

Durbin-Watson Statistic = 1,07626

Residual Plots for Charpy

Regression Analysis: Charpy versus DRX; CGAA; MA; Dureza

Stepwise Selection of Terms

α to enter = 0,15; α to remove = 0,15

The stepwise procedure added terms during the procedure in order to maintain a hierarchical

model at each step.

Beginning with step 2, the model may not be hierarchical because some required terms are

impossible to estimate.

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	2	39,36	70,98%	39,36	19,681	6,11	
0,045							
DRX*DRX	1	25,93	46,75%	28,60	28,602	8,89	
0,031							
MA*MA*Dureza*Dureza	1	13,44	24,23%	13,44	13,435	4,17	
0,096							
Error	5	16,09	29,02%	16,09	3,219		
Total	7	55,46	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
1,79409	70,98%	59,37%	33,1766	40,17%

Coefficients

Term	Coef	SE Coef	95% CI	T-Value	P-Value
VIF					
Constant	22,911	0,859	(20,703; 25,120)	26,66	0,000
DRX*DRX	-0,1419	0,0476	(-0,2643; -0,0195)	-2,98	0,031
6,70					
MA*MA*Dureza*Dureza	0,00375	0,00183	(-0,00097; 0,00847)	2,04	0,096
6,70					

Regression Equation

Charpy = 22,911 - 0,1419 DRX*DRX + 0,00375 MA*MA*Dureza*Dureza

Durbin-Watson Statistic

Durbin-Watson Statistic = 1,82932

Residual Plots for Charpy

Regression Analysis: Charpy versus DRX; CGAA; MA; Dureza; TG

Stepwise Selection of Terms

α to enter = 0,15; α to remove = 0,15

Beginning with step 1, the model may not be hierarchical because some required terms are

impossible to estimate.

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Regression	2	45,774	82,54%	45,774	22,887	11,82	0,013
MA*Dureza*TG	1	7,649	13,79%	16,609	16,609	8,58	0,033
DRX*DRX*TG*TG	1	38,125	68,75%	38,125	38,125	19,69	0,007
Error	5	9,681	17,46%	9,681	1,936		
Total	7	55,455	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
1,39147	82,54%	75,56%	18,8757	65,96%

Coefficients

Term	Coef	SE Coef	95% CI	T-Value	P-Value
VIF					
Constant	21,009	0,901	(18,694; 23,324)	23,33	0,000
MA*Dureza*TG	0,02261	0,00772	(0,00277; 0,04245)	2,93	0,033
4,30					
DRX*DRX*TG*TG	-0,001890	0,000426	(-0,002985; -0,000795)	-4,44	0,007
4,30					

Regression Equation

Charpy = 21,009 + 0,02261 MA*Dureza*TG - 0,001890 DRX*DRX*TG*TG

Durbin-Watson Statistic

Durbin-Watson Statistic = 1,41415

Residual Plots for Charpy

APÊNDICE H

Análise do resultado Charpy V dos experimentos do Tratamento Térmico

One-way ANOVA: Energia Charpy (J) versus Experimento

Method

Null hypothesis All means are equal
Alternative hypothesis At least one mean is different
Significance level $\alpha = 0,05$

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Experimento	4	CP1; CP2; CP3; MB

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Experimento	3	219,11	82,37%	219,11	73,038	12,46	0,002
Error	8	46,89	17,63%	46,89	5,861		
Total	11	266,00	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
2,42099	82,37%	75,76%	105,501	60,34%

Means

Experimento	N	Mean	StDev	95% CI
CP1	3	16,40	1,92	(13,17; 19,62)
CP2	3	24,46	4,32	(21,24; 27,68)
CP3	3	21,198	1,054	(17,974; 24,421)
MB	3	28,00	0,00	(24,78; 31,22)

Pooled StDev = 2,42099

Tukey Pairwise Comparisons

Grouping Information Using the Tukey Method and 95% Confidence

Experimento	N	Mean	Grouping
MB	3	28,00	A
CP2	3	24,46	A B
CP3	3	21,198	B C
CP1	3	16,40	C

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 95% CIs

Residual Plots for Energia Charpy (J)

APÊNDICE I

Análise da fração volumétrica de MA dos experimentos da soldagem por atrito linear com mistura.

One-way ANOVA: Fração MA versus Experimento

Method

Null hypothesis All means are equal
Alternative hypothesis At least one mean is different
Significance level $\alpha = 0,05$

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Experimento	4	CP1; CP2; CP3; MB

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Experimento	3	860,40	98,03%	860,40	286,801	132,37	0,000
Error	8	17,33	1,97%	17,33	2,167		
Total	11	877,74	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
1,47196	98,03%	97,28%	39	95,56%

Means

Experimento	N	Mean	StDev	95% CI
CP1	3	11,233	1,680	(9,274; 13,193)
CP2	3	5,20	1,93	(3,24; 7,16)
CP3	3	10,300	0,954	(8,340; 12,260)
MB	3	27,733	1,097	(25,774; 29,693)

Pooled StDev = 1,47196

Tukey Pairwise Comparisons

Grouping Information Using the Tukey Method and 95% Confidence

Experimento	N	Mean	Grouping
MB	3	27,733	A
CP1	3	11,233	B
CP3	3	10,300	B
CP2	3	5,20	C

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 95% CIs

Residual Plots for Fração MA

APÊNDICE J

Análise do resultado Charpy V dos experimentos da soldagem por atrito linear com mistura.

One-way ANOVA: Energy (J) versus Sample

Method

Null hypothesis All means are equal
 Alternative hypothesis At least one mean is different
 Significance level $\alpha = 0,05$

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Sample	4	1A; 2B; 3C; BM

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Sample	3	135,11	45,038	20,30	0,000
Error	8	17,75	2,219		
Total	11	152,87			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
1,48962	88,39%	84,03%	73,87%

Means

Sample	N	Mean	StDev	95% CI
1A	3	19,860	0,786	(17,877; 21,843)
2B	3	24,11	2,57	(22,13; 26,10)
3C	3	20,010	1,286	(18,027; 21,994)
BM	3	28,00	0,00	(26,02; 29,98)

Pooled StDev = 1,48962

Tukey Pairwise Comparisons

Grouping Information Using the Tukey Method and 95% Confidence

Sample	N	Mean	Grouping
BM	3	28,00	A
2B	3	24,11	A
3C	3	20,010	B
1A	3	19,860	B

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 95% CIs

Residual Plots for Energy (J)

APÊNDICE K

Análise do tamanho das microcavidade dos experimentos da soldagem por atrito linear com mistura.

One-way ANOVA: DS versus Sample

Method

Null hypothesis All means are equal
Alternative hypothesis At least one mean is different
Significance level $\alpha = 0,05$

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Sample	4	Base Metal; Sample 1A; Sample 2B; Sample 3C

Analysis of Variance

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Sample	3	1641	547,08	8,27	0,000
Error	32	2117	66,15		
Total	35	3758			

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	R-sq(pred)
8,13303	43,67%	38,39%	28,71%

Means

Sample	N	Mean	StDev	95% CI
Base Metal	9	5,091	1,716	(-0,431; 10,613)
Sample 1A	9	19,41	10,63	(13,88; 24,93)
Sample 2B	9	4,559	1,671	(-0,963; 10,081)
Sample 3C	9	17,03	12,08	(11,51; 22,55)

Pooled StDev = 8,13303

Tukey Pairwise Comparisons

Grouping Information Using the Tukey Method and 95% Confidence

Sample	N	Mean	Grouping
Sample 1A	9	19,41	A
Sample 3C	9	17,03	A
Base Metal	9	5,091	B
Sample 2B	9	4,559	B

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 95% CIs

Residual Histogram for DS

APÊNDICE L

Análise do resultado Charpy V dos experimentos do MIG

One-way ANOVA: Energia Absorvida (J) versus Experimento

Method

Null hypothesis All means are equal
Alternative hypothesis At least one mean is different
Significance level $\alpha = 0,05$

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Experimento	5	CP1; CP2; CP3; MB-L; MB-T

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Experimento	4	314,67	92,01%	314,67	78,667	28,78	0,000
Error	10	27,33	7,99%	27,33	2,733		
Total	14	342,00	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
1,65328	92,01%	88,81%	61,5	82,02%

Means

Experimento	N	Mean	StDev	95% CI
CP1	3	28,000	1,000	(25,873; 30,127)
CP2	3	26,00	3,00	(23,87; 28,13)
CP3	3	17,333	1,155	(15,207; 19,460)
MB-L	3	28,00	0,00	(25,87; 30,13)
MB-T	3	30,667	1,528	(28,540; 32,793)

Pooled StDev = 1,65328

Tukey Pairwise Comparisons

Grouping Information Using the Tukey Method and 95% Confidence

Experimento	N	Mean	Grouping
MB-T	3	30,667	A
MB-L	3	28,00	A B
CP1	3	28,000	A B
CP2	3	26,00	B
CP3	3	17,333	C

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 95% CIs

Residual Plots for Energia Absorvida (J)

APÊNDICE M

Análise do resultado do MIG

One-way ANOVA: Área dos Microcavidades versus Experimento

Method

Null hypothesis All means are equal
 Alternative hypothesis At least one mean is different
 Significance level $\alpha = 0,05$

Equal variances were assumed for the analysis.

Factor Information

Factor	Levels	Values
Experimento	4	CP1; CP2; CP3; MB

Analysis of Variance

Source	DF	Seq SS	Contribution	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Experimento	3	11963	72,35%	11963	3987,6	13,95	0,000
Error	16	4573	27,65%	4573	285,8		
Total	19	16535	100,00%				

Model Summary

S	R-sq	R-sq(adj)	PRESS	R-sq(pred)
16,9051	72,35%	67,16%	7144,56	56,79%

Means

Experimento	N	Mean	StDev	95% CI
CP1	5	77,2	23,3	(61,2; 93,2)
CP2	5	64,0	22,5	(47,9; 80,0)
CP3	5	31,15	5,85	(15,12; 47,17)
MB	5	16,34	7,74	(0,31; 32,37)

Pooled StDev = 16,9051

Tukey Pairwise Comparisons

Grouping Information Using the Tukey Method and 95% Confidence

Experimento	N	Mean	Grouping
CP1	5	77,2	A
CP2	5	64,0	A
CP3	5	31,15	B
MB	5	16,34	B

Means that do not share a letter are significantly different.

Tukey Simultaneous 95% CIs

Residual Plots for Área dos Microcavidades