

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA**

RAISA RODRIGUES

Caracterização microestrutural e eletroquímica de revestimento obtido pela deposição (TIG) de Inconel 625 sobre o aço ASTM A182 F22

Lorena

2023

RAISA RODRIGUES

Caracterização microestrutural e eletroquímica de revestimento obtido pela deposição (TIG) de Inconel 625 sobre o aço ASTM A182 F22

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais na área de concentração de Materiais Convencionais e Avançados

Orientador: Dr. Carlos Angelo Nunes

Versão corrigida

Lorena

2023

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado
da Escola de Engenharia de Lorena,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Rodrigues, Raisia
Caracterização microestrutural e eletroquímica de revestimento obtido pela deposição (TIG) de Inconel 625 sobre o aço ASTM A182 F22 / Raisia Rodrigues; orientador Carlos Angelo Nunes - Versão Corrigida. - Lorena, 2023.
86 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais na Área de Materiais Convencionais e Avançados) - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. 2023

1. Astm a182 f22. 2. Inconel 625@. 3. Soldagem. 4. Tig. 5. Corrosão. I. Título. II. Nunes, Carlos Angelo, orient.

Dedico este trabalho aos meus pais Luiz e Eunice, todos familiares, amigos e pessoas que estiveram ao meu lado e que me deram forças para superar as dificuldades e persistir.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por essa oportunidade e pela minha saúde, por me dar forças e iluminar o meu caminho durante minha caminhada.

À minha família, meus pais Luiz Eloi Rodrigues, Eunice de Oliveira Rodrigues e meu irmão Ramon Luiz Rodrigues que possibilitaram minha chegada até aqui, através do incentivo, educação e amor. Eles são meus exemplos de determinação e coragem e é por eles que estou aqui hoje.

Ao meu orientador professor doutor Carlos Angelo Nunes e minha coorientadora professora doutora Maria Ismenia Sodero Toledo Faria por toda a paciência e dedicação ao me orientar nesse trabalho. Aos doutores Julio César Loureço e Jorge Luiz Rosa pelos conhecimentos compartilhados e orientação desde minha graduação.

A todas as pessoas que me ajudaram nesse trabalho, aos técnicos e companheiros de mestrado e doutorado, ao grupo Phase e grupo de soldagem, que me apoiaram e ajudaram em procedimentos e discussões sobre o trabalho.

Ao CNPq, pelo suporte financeiro em forma de bolsa estudantil, que me permitiu a desenvolver este trabalho e à empresa OneSubsea pela proposta de trabalho e fornecimento dos materiais necessários para a sua realização.

RESUMO

RODRIGUES, R. **Caracterização microestrutural e eletroquímica de revestimento obtido pela deposição (TIG) de Inconel 625 sobre o aço ASTM A182 F22.** 2023. 86 p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2023.

A liga Inconel 625® é utilizada como revestimento em equipamentos destinados a indústria petrolífera, pois para essa aplicação são necessários materiais que apresentem boa resistência mecânica e à corrosão. Os aços destinados a esse fim possuem boa resistência mecânica, mas não são eficientes quanto a resistência à corrosão em meios marinhos e sob contato direto com o petróleo, sendo então a liga de Inconel 625® adequada para sua utilização através da deposição sobre esses aços. Acredita-se que a segregação de impurezas durante solidificação de metais de solda possa afetar a resistência à corrosão, havendo um grande controle da diluição de elementos do substrato durante o processo de soldagem para garantir as propriedades desejadas para este revestimento. Essa dissertação tem como intuito estudar como o depósito da liga Inconel 625® se comporta em relação à corrosão quando é depositado sobre o aço ASTM A182 F22 pelo processo de soldagem “*Tungsten Inert Gas*” (TIG). Para o estudo foi utilizado o aço ASTM A182 F22 revestido com Inconel 625®, na forma de dois discos de aproximadamente 250 mm de diâmetro, com um e dois passes de solda, fornecidos pela empresa OneSubsea, a SLB Company. Posteriormente, as amostras foram cortadas e submetidas a tratamento térmico, semelhante ao realizado na indústria, para alívio de tensão. A primeira etapa do trabalho consiste em entender as diferenças microestruturais devido aos diferentes processos de fabricação, correlacionando-as com as caracterizações que serão realizadas na segunda etapa do trabalho, a avaliação da resistência à corrosão por ensaios eletroquímicos. As amostras foram analisadas usando técnicas de caracterização microestrutural (microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura e EDS) e medidas eletroquímicas em NaCl 3,5 % (ensaio potencioestático, ensaio de polarização potenciodinâmica e espectroscopia de impedância eletroquímica). Com os resultados obtidos, pode-se inferir, ao comparar as curvas de circuito aberto, polarização e impedância com a porcentagem em peso dos elementos, obtidos via EDS, que não há uma relação direta entre a quantidade de ferro presente na superfície do depósito e o comportamento de resistência à corrosão das amostras estudadas. Os valores da densidade de corrente de passivação obtidos permitem concluir que a diferença entre o comportamento em corrosão das amostras pode estar correlacionada à formação de óxidos. Sendo assim, será necessário um estudo mais detalhado da microestrutura e características eletroquímicas do depósito para que se possa levantar mais hipóteses e conclusões sobre a relação entre o perfil de difusão e microestrutura do revestimento com as etapas de produção do mesmo.

Palavras-chave: ASTM A182 F22. Inconel 625®. Soldagem. TIG. Corrosão.

ABSTRACT

RODRIGUES, R. **Microstructural and electrochemical characterization of the coating obtained by depositing (TIG) Inconel 625 on ASTM A182 F22 steel.** 2023. 86 p. Dissertation (Master of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2023.

The Inconel 625® alloy is used as a coating on equipment intended for the oil industry, as materials with good mechanical and corrosion resistance are required for this application. Steels intended for this purpose have good mechanical strength, but are not efficient in terms of corrosion resistance in marine environments and in direct contact with oil, so the Inconel 625® alloy is suitable for use through deposition on these steels. It is believed that the segregation of impurities during solidification of weld metals can affect corrosion resistance, with great control of the dilution of substrate elements during the welding process to ensure the desired properties for this coating. This dissertation aims to study how the Inconel 625® alloy deposit behaves in relation to corrosion when it is deposited on ASTM A182 F22 steel by the “Tungsten Inert Gas” (TIG) welding process. For the study, ASTM A182 F22 steel coated with Inconel 625® was used, in the form of two disks of approximately 250 mm in diameter, with one and two weld passes, supplied by OneSubsea, SLB Company. Subsequently, the samples were cut and subjected to heat treatment, similar to that performed in the industry, for stress relief. The first stage of the work consists of understanding the microstructural differences due to the different manufacturing processes, correlating them with the characterizations that will be carried out in the second stage of the work, which will be the evaluation of corrosion resistance on different surfaces of the sample. Samples were analyzed using microstructural characterization techniques (optical microscopy, scanning electron microscopy and EDS) and electrochemical measurements in 3.5 wt% NaCl. (potentiostatic assay, potentiodynamic polarization assay and electrochemical impedance spectroscopy). With the results obtained, it can be inferred, when comparing the open circuit, polarization and impedance curves with the percentage by weight of the elements, obtained via EDS, that there is no direct relationship between the amount of iron present on the surface of the deposit and the corrosion resistance behavior of the studied samples. The values of passivation current density obtained allow us to conclude that the difference between the corrosion behavior of the samples may be correlated to the formation of oxides. Therefore, a more detailed study of the microstructure and electrochemical characteristics of the deposit will be necessary so that more hypotheses and conclusions can be drawn about the relationship between the diffusion profile and microstructure of the coating with the stages of its production.

Keywords: ASTM A182 F22. Inconel 625®. Welding. TIG. Corrosion.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Sistemas de exploração de petróleo.	23
Figura 2 - Processo de revestimento de uma válvula por soldagem TIG.	23
Figura 3 – Microestrutura do aço 2.25Cr-1Mo com ataque por Nital 2% <i>m/v</i> . (a) ferrita e perlita, (b) bainita e ferrita e (c) bainita.	25
Figura 4 - Classificação das ligas de níquel.....	26
Figura 5 - Curvas TTT exibindo as transformações de fase na liga Inconel 625®. ...	28
Figura 6 - Microestrutura de revestimento de Inconel 625® obtido através do processo TIG, imagens de MO.	29
Figura 7 - Imagens obtidas por MET das fases γ' , Laves e (Nb, Ti)C do Inconel 625®.	29
Figura 8 - Imagens obtidas por MEV dos precipitados das fases γ'' , Laves, MC e M_6C	30
Figura 9 - Princípio da operação de soldagem de revestimento.	31
Figura 10 - Caracterização da solda. (a) parâmetros geométricos: altura do revestimento (H), largura (W), profundidade de penetração (d) e ângulo de contato (θ), com A área sombreada em vermelho representando A_1 , e a área sombreada em verde é A_2 , conforme definido na Eq. 1. (b) pontos na seção transversal EDS para determinar a porcentagem de Fe.	32
Figura 11 - Esquema mostrando as diferentes regiões de uma solda de Inconel 625 e Aços ARBL.....	35
Figura 12 - Microestrutura da interface entre F22 e Inconel 625 após tratamento térmico de 10h.	35
Figura 13 - Interface de deposição de Inconel 625® sobre aço AISI 8630 (a) e (b), submetida ao tratamento térmico após a soldagem (c).	36
Figura 14 – Interface de solda F22/Inconel 625: (a) difusão do carbono, (b) formação de martensita e (c) região da microestrutura com marcas de microdureza Vickers. .	37
Figura 15 - Caracterização da interface F22/Inconel625® por mapeamento de dureza (a), sobreposição do mapeamento de dureza e a microestrutura (b) e microestrutura da interface (c).	38
Figura 16 - Perfil químico da interface F22/INC625.....	39
Figura 17 - Imagem MEV de elétrons retro espalhados varredura linha EDS de ZPMs em ASTM A182-F22-IN625® após um TTPS de (a) 10 h e (b) 5 h.	40

Figura 18 Mapas Nano-SIMS (a) 12C e (b) 12C ₂ para ASTM A182-F22-IN625 após tratamento térmico de 10 h.	40
Figura 19 - Micrografias de campo claro TEM de (a) AISI 8630-IN625 e (b) ASTM A182-F22-IN625 após tratamento térmico de 10 h.....	41
Figura 20 – Curvas do potencial em circuito aberto para ligas variantes de Inconel 625® com diferentes teores de ferro, em NaCl (3,5% m/v) durante 3h.....	42
Figura 21 (a) Perfil de dureza em solda dissimilar e (b) Polarização potenciodinâmica em solução NaCl 3,5% m/v + 0,05 M Na ₂ S ₂ O ₃	43
Figura 22 - Curvas de polarização anódica de depósitos de Inconel 625 por plasma pó (a) grupo de maior diluição e (b) grupo de menor diluição, em solução 3,5% m/v NaCl, taxa de varredura 0,167 mV/s, Eletrodo de Calomelano Saturado.....	44
Figura 23 – Ensaio de EIS para as ligas Inconel 625® com diferentes teores de ferro em solução NaCl 3,5% m/v a temperatura ambiente (a) diagrama de Bode e (b) diagrama de fase.	45
Figura 24 - Diagramas de Nyquist para revestimentos por plasma de Inconel 625® com maior nível de diluição (a) 15,33% e menor nível de diluição (b) 4,39%, obtidos com ECS em temperatura ambiente ($\pm 25^{\circ}\text{C}$).	46
Figura 25 - Fluxograma da metodologia experimental.	48
Figura 26 – Ciclo térmico de tratamento pós soldagem - Aquecimento: 60 °C/h até 420 °C, 50 °C/h de 420 até 550 °C, 30°C/h de 550 até 610 °C, e 15 °C/h de 610 até 643 °C e então a 643 \pm 5 °C por 6,5 h. Resfriamento: 60 °C/h até 400 °C e então resfriamento no forno até temperatura ambiente.	49
Figura 27 - Croqui, vista superior e em corte, do eletrodo de trabalho dos ensaios eletroquímicos.	51
Figura 28 - Célula eletroquímica (a) mostrando o eletrodo de referência, contra eletrodo de platina e o eletrodo de trabalho (depósito sobre aço ASTM A182 F22) e interface eletroquímica utilizada no ensaio eletroquímico (b).	52
Figura 29 -Mosaico de microscopia ótica de seções transversais das amostras 1P0TT e 2P0TT.	54
Figura 30 – Micrografias de diferentes regiões da amostra de 1P0TT via microscopia ótica com aumento de 500X.	55
Figura 31 – Micrografias de diferentes regiões da amostra de 2P0TT via microscopia ótica com aumento de 500X.	56

Figura 32 - Interface de solda da amostra 1P0TT, MO com aumento de 500X. Região aço atacada, depósito sem ataque.	56
Figura 33 - Interface de solda da amostra 2P0TT, MO com aumento de 500X. Região aço atacada, depósito sem ataque.	57
Figura 34 - Interface de solda da amostra 1P0TT, MO.	58
Figura 35 -Interface de solda amostra 2P0TT, MO com aumento de 200X.....	58
Figura 36 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV/BSE) das amostras 1P0TT, (a) interface, (c) centro do depósito e (e) topo do depósito e para a amostra 2P0TT (b) interface, (d) centro do depósito e (f) topo do depósito.....	60
Figura 37 -Microscopia eletrônica de varredura (MEV/BSE) da região central do depósito da amostra 1P0TT com aumento de (a) 1000X e (b) 5000X.	61
Figura 38 - Mapeamento da distribuição dos elementos via EDS para a região da Figura 37(b).....	62
Figura 39 - Gráfico da composição química em função da distância da interface aço/depósito para as amostras 1P0TT e 2P0TT.....	63
Figura 40 - Gráfico da composição química em função da distância da interface aço/depósito para as amostras 1P1TT e 2P1TT.....	64
Figura 41 - Gráfico da composição química em função da distância da interface aço/depósito para as amostras 1P3TT e 2P3TT.....	64
Figura 42 - Gráfico da composição química em função da distância da interface aço/depósito para as amostras 1P0TT, 1P1TT e 1P3TT.....	65
Figura 43 - Gráfico da composição química em função da distância da interface aço/depósito para as amostras 2P0TT, 2P1TT e 2P3TT.....	65
Figura 44 - Potencial em circuito aberto versus tempo em solução de NaCl 3,5 % m/v dos depósitos associados às amostras com 1 e 2 passes, sem tratamento térmico e com 1 e 3 ciclos de tratamento térmico.	67
Figura 45 - Curvas potenciodinâmicas obtidas em solução de NaCl 3,5 %m/v. para os depósitos das amostras 1P0TT, 1P1TT,1P3TT, 2P0TT, 2P1TT e 2P3TT.	69
Figura 46 - EIS em solução de NaCl 3,5 %m/v para as amostras com depósitos 1P0TT, 1P1TT, 1P3TT, 2P0TT, 2P1TT, 2P3TT. (a) Diagrama de Bode e (b) Diagrama de fase.	70
Figura 47 - Macrografias das amostras (a) 1P0TT, (c) 1P1TT, (e) 1P3TT, antes dos ensaios eletroquímicos e (b) 1P0TT, (d) 1P1TT, (f) 1P3TT, após os ensaios, via MO por mosaico.....	72

Figura 48 - Macrografias das amostras (a) 2P0TT, (c) 2P1TT, (e) 2P3TT, antes dos ensaios eletroquímicos e (b) 2P0TT, (d) 2P1TT, (f) 2P3TT, após os ensaios, via MO por mosaico.	73
Figura 49 - Micrografias das amostras (a) 1P0TT, (c) 1P1TT, (e) 1P3TT, antes dos ensaios eletroquímicos e (b) 1P0TT, (d) 1P1TT, (f) 1P3TT, após os ensaios, via MEV com aumento de 2000X.....	75
Figura 50 - Micrografias das amostras (a) 2P0TT, (c) 2P1TT, (e) 2P3TT antes dos ensaios eletroquímicos e (b) 2P0TT, (d) 2P1TT, (f) 2P3TT, após os ensaios, via MEV com aumento de 2000X.....	76

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação do F22 em relação à composição química.	24
Tabela 2 - Parâmetros de tratamento e requisitos exigidos pela norma ASTM A182.	25
Tabela 3 - Fases que podem se formar nas ligas de níquel.....	27
Tabela 4 - Composição química nominal (% massa) da liga Inconel 625®.....	27
Tabela 5 - Propriedades eletroquímicas obtidas das curvas de polarização potenciodinâmico, em solução de NaCl 3,5% <i>m/v</i> + 0,05 M Na ₂ S ₂ O ₃ , dos estudos da soldagem de Inconel 52M/316L via laser.....	43
Tabela 6 - Valores das variáveis de corrosão para as curvas de polarização da Figura 22.	44
Tabela 7 - Composição química do aço ASTM A182 F22 (valores em porcentagem peso).....	47
Tabela 8 - Composição química da liga Inconel 625® (valores em porcentagem peso).	47
Tabela 9 - Nomenclatura e condições de tratamento de cada amostra.	49
Tabela 10 - Valores de pH e temperatura dos ensaios eletroquímicos.	66
Tabela 11 - Valores de potencial de corrosão, densidade de corrente de corrosão, densidade de corrente de passivação a 0,1V e módulo de impedância a baixa frequência (0,01 Hz) para os depósitos das amostras 1P0TT, 1P1TT, 1P3TT, 2P0TT, 2P1TT, 2P3TT.	71
Tabela 12 - Porcentagem em massa dos elementos nas amostras 1P0TT, 1P1TT, 1P3TT, 2P0TT, 2P1TT, 2P3TT antes dos ensaios eletroquímicos e após os ensaios, via EDS com aumento de 50X.....	77
Tabela 13- Espessura removida da amostra entre os ensaios eletroquímicos.....	78

LISTA DE SIGLAS

ANM	Árvore de natal molhada
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
ASM	<i>American Society for Metals</i>
CCC	Cúbica de corpo centrada
CE	Contra eletrodo
CFC	Cúbica de face centrada
CGHAZ	Zona de grãos grosseiros afetados pelo calor
EBSD	Difração de elétrons retro-espalhados
E_{appl}	Potencial aplicado
E_b	Potencial de ruptura
E_{corr}	Potencial de corrosão
ECS	Eletrodo de calomelano saturado
EDS	Microanálise por energia dispersiva.
E_{pass}	Potencial de passivação
ER	Eletrodo de referência
ET	Eletrodo de trabalho
E_{trans}	Potencial de transpassivação
F22	Aço ASTM A182 F22
GTAW	<i>Gas Tungsten Arc Welding</i>
HC	Hexagonal Compacta
I_{corr}	Densidade de corrente de corrosão
IN625	Inconel 625®
I_{pass}	Densidade de corrente de passivação
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MIG/MAG	<i>Metal inert gas/ metal active gas</i>
MO	Microscopia ótica
nano-SIMs escala	Espectrometria de massa de íon secundário em nano
PLET	Pipeline end termination
PLEM	Pipeline end manifold

PTAP	Revestimentos depositados por plasma pó
PVC	Policloreto de polivinila
ROV	Veículo de operação remota
TCC	Tetragonal de corpo centrada
TCP	<i>Topologically closed-packed</i>
TIG	<i>Tungsten inert gas</i>
TTT	Transformação de temperatura no tempo
UNS N06625	Inconel 625
XPS	X-ray photoelectron spectroscopy
ZAC	Zona afetada pelo calor
ZPM	Zona parcialmente misturada

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	OBJETIVOS	21
3	REVISÃO DA LITERATURA	22
3.1	Extração de petróleo	22
3.2	Árvore de Natal Molhada	23
3.3	Aço ASTM182 F22	24
3.4	Ligas à base de Níquel	26
3.4.1	Inconel 625®	27
3.5	Soldagem	30
3.5.1	Soldagem TIG	30
3.5.2	Soldagem de revestimento	30
3.5.3	Diluição	31
3.6	Tratamento térmico para alívio de tensão	32
3.7	Interface da solda	33
3.8	Propriedades eletroquímicas	41
3.8.1	Monitoramento do potencial em circuito aberto (E x t)	41
3.8.2	Curvas de Polarização	42
3.8.3	Espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS)	44
4	MATERIAIS E MÉTODOS	47
4.1	Material	47
4.2	Metodologia	47
4.3	Tratamento térmico	48
4.4	Preparação metalográfica para caracterização microestrutural de seções transversais das amostras	50
4.6	Ensaio de corrosão	50
5	RESULTADOS	54
5.1	Microscopia Ótica (MO)	54

5.2	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	59
5.2.1	Imagens obtidas com elétrons Retro Espalhados (MEV-BSE)	59
5.2.2	Espectroscopia por energia dispersiva (MEV-EDS)	62
5.3	Ensaio eletroquímico	66
5.4	Medidas da espessura removida nos ensaios eletroquímicos	77
6	CONCLUSÕES	79
	REFERÊNCIAS	82

1 INTRODUÇÃO

Soluções tecnológicas na área de petróleo e gás vêm sendo aprimoradas a cada dia com equipamentos bastante específicos, acarretando na necessidade de busca de novos materiais com características versáteis, suportando altas pressões de trabalho e que resistam a ambientes agressivos.

Um exemplo são os equipamentos que permitem levar o petróleo do fundo do mar até as unidades de produção. O petróleo é uma matéria-prima utilizada como base na elaboração de grande variedade de produtos, assim, sua exploração vem se atualizando e modificando a cada dia (MORAIS, 2013).

Alguns materiais empregados nestes equipamentos devem atender normas técnicas relacionadas, principalmente às especificações de resistência mecânica e de resistência à corrosão. A solução ideal é utilizar equipamentos que tenham simultaneamente boas propriedades quanto a resistência à corrosão, abrasão e empolamento de hidrogênio (MIRANDA *et al.*, 2015).

A liga Inconel 625® é utilizada para revestir aços em equipamentos destinados à indústria petrolífera, pois os aços destinados à esta aplicação possuem boa resistência mecânica, entretanto, não atendem aos requisitos de corrosão. Utiliza-se a liga Inconel 625® devido às suas ótimas propriedades contra efeitos corrosivos e resistência à abrasividade neste meio (MACHADO *et al.*, 2006).

O uso da liga Inconel 625® como material na indústria de petróleo se dá através de sua utilização para produzir revestimento, através de processos de soldagem, onde a Inconel 625® é depositada sobre os aços, procurando-se obter um cordão de solda com baixa incorporação de elementos do metal base, especialmente Fe. Acredita-se que a segregação de elementos como o Cr, Mo e Fe durante solidificação em metais de solda possam afetar a resistência à corrosão, sendo o controle desta incorporação primordial para a garantia das propriedades do revestimento (SILVA, 2010; MIRANDA *et al.*, 2015).

Estudos sugerem que o teor de ferro na superfície do revestimento deve estar abaixo de 5% massa. para garantir desempenho satisfatório. Acredita-se também que revestimentos com teor de ferro superior a 10% m. apresentem redução considerável da resistência à corrosão das ligas de níquel (MIRANDA *et al.*, 2015; SILVA, 2010).

Esse trabalho visou caracterizar, em termos microestruturais e de comportamento eletroquímico, revestimentos obtidos pela deposição de Inconel 625 sobre o aço ASTM A182 F22. Os revestimentos foram obtidos com um e dois passes de soldagem pelo processo TIG. Avaliou-se também o efeito de aplicações de tratamentos térmicos na microestrutura e comportamento eletroquímico dos revestimentos.

2 OBJETIVOS

O trabalho visou caracterizar os revestimentos obtidos pela deposição de Inconel 625 sobre o aço ASTM A182 F22. O revestimento foi aplicado sobre o aço via processo de soldagem TIG com um e dois passes de revestimento, e os materiais produzidos foram submetidos a tratamento térmico de alívio de tensão. Para a caracterização e análise foram utilizadas técnicas de microscopia e eletroquímicas.

Objetivos específicos:

- Determinar as espessuras dos depósitos após 1 e 2 passes de soldagem;
- Realizar tratamentos térmicos das amostras com número de ciclos pré-determinados;
- Determinar o perfil de difusão, especialmente do ferro, nos depósitos;
- Realizar a caracterização microestrutural das amostras obtidas através de microscopia óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV), de forma a avaliar a influência dos perfis de concentração nas variações microestruturais encontradas na ZAC e na zona fundida;
- Determinar o comportamento eletroquímico dos depósitos através do monitoramento do potencial em circuito aberto em função do tempo (Ext), ensaios de polarização e ensaios de impedância eletroquímica (módulo da impedância versus frequência);

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Extração de petróleo

Nos dias atuais, petróleo e gás natural são duas das maiores fontes mundiais de energia, e também utilizados na elaboração de grande variedade de produtos. A descoberta do pré-sal, reservas de petróleo em águas ainda mais profundas e a demanda crescente destes combustíveis no mundo faz com que sejam necessárias soluções tecnológicas e equipamentos bastante específicos, que permitem levar o petróleo do fundo do mar até as unidades de produção (GUIMARÃES, 2007; BRITO, 2014; MORAIS, 2013).

O petróleo é formado basicamente de hidrocarbonetos, mas também pode possuir impurezas como: oxigênio, nitrogênio, enxofre, metais pesados, íons cloreto, potássio, sódio, assim como água, sal e areia. Devido a isso, os equipamentos para extração do petróleo devem possuir boas propriedades de resistência à corrosão e à abrasão (MACHADO *et al.*, 2006). Para a exploração de petróleo offshore, são utilizadas estruturas localizadas em alto mar, plataformas que podem ser de diferentes tipos.

Nos sistemas de exploração há os risers, tubulações rígidas ou flexíveis, que ligam as plataformas às linhas de produção submarinas, vindas de uma árvore de natal molhada ou de um manifold. O manifold é um conjunto de válvulas e serve para direcionar a produção de vários dutos para um duto coletor. Já a árvore de natal molhada é instalada na cabeça do poço, sendo um conjunto de válvulas operadas remotamente que controlam os fluidos produzidos ou injetados no poço (PETROBRAS, 2015). As linhas flexíveis são dutos de coleta e escoamento, podendo ligar uma unidade a outra, e os equipamentos de interligação PLET (*Pipeline End Termination*) e PLEM (*Pipeline End Manifold*) permitem a interligação entre os dutos (PETROBRAS, 2015). Esses sistemas são apresentados no esquema da Figura 1.

Figura 1 - Sistemas de exploração de petróleo.



Fonte: (CLICK MACAÉ, 2020).

3.2 Árvore de Natal Molhada

A árvore de natal molhada (ANM) é um dos equipamentos utilizados para exploração de petróleo, sendo composta por um conjunto de tubos e válvulas que regulam a pressão do petróleo que está sendo extraído. Instaladas a profundidades de até 2500 metros de lâmina d'água, a ANM suporta elevadas pressões e temperaturas (PETROBRAS, 2016). Normalmente, essa estrutura é composta de aços do tipo Cr-Mo, como o ASTM4130 (médio carbono) e o ASTM A182 F22 (baixo carbono) revestidos com ligas inoxidáveis, no caso de contato com o fluido de produção (OLIVEIRA, 2016; BRANDOLIN, 2016). Na Figura 2 é apresentada uma válvula, em corte, sendo revestida por soldagem TIG (SILVA, M. V. S., 2016).

Figura 2 - Processo de revestimento de uma válvula por soldagem TIG.



Fonte: (SILVA, 2016).

3.3 Aço ASTM182 F22

Aços de baixa liga como o ASTM A182 F22 possuem uma boa relação entre resistência mecânica e tenacidade (OLIVEIRA, 2013). É um aço ferrítico com 2,25Cr-1Mo, sendo que o cromo presente melhora a sua resistência à corrosão, ductilidade e resistência à grafitação, enquanto que o molibdênio auxilia na sua resistência à fluência (BRITO, 2014). Este aço é comumente utilizado em aplicações envolvendo altas pressões, como em válvulas, flanges, cabeças de poço e conectores em plataformas de petróleo (KLEINER, 2017; GOMES, 2016).

Segundo a ASTM A182, o F22 pode ser de três tipos, sendo que as diferentes composições são apresentadas na Tabela 1 (BRANDOLIN, 2016).

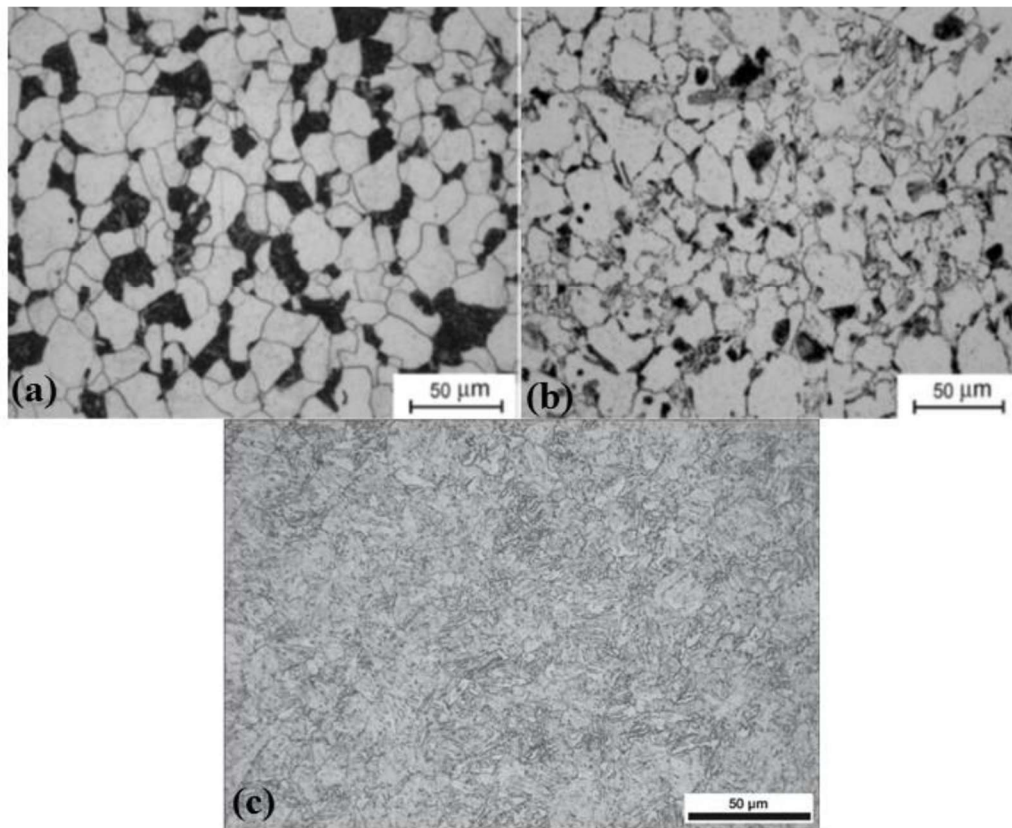
Tabela 1 - Classificação do F22 em relação à composição química.

Identif.	Composição (% massa)										
	C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	Nb	Ti	Outros
F22- Classe1	0,05- 0,15	0,30- 0,60	0,04	0,04	0,50	-	2,00- 2,50	0,87- 1,13	-	-	-
F22- Classe3	0,05- 0,15	0,30- 0,60	0,04	0,04	0,50	-	2,00- 2,50	0,87- 1,13	-	-	-
F22V	0,11- 0,15	0,30- 0,60	0,015	0,01	0,10	0,25	2,00- 2,50	0,90- 1,10	0,07	0,03	Cu 0,2 V 0,25- 0,35 B 0,002 Ca 0,015

Fonte: Adaptado (BRANDOLIN, 2016).

Este aço pode ser fornecido em diferentes condições: recozido, normalizado e revenido, e temperado e revenido. Sendo que na condição recozido é austenitizado a 930°C, resfriado dentro do forno até 720°C e então resfriado ao ar, tendo como microestrutura resultante ferrita e perlita. O normalizado e revenido é austenitizado a 930°C, resfriado até temperatura ambiente, aquecido novamente a 720°C e resfriado ao ar, tendo como microestrutura resultante ferrita e bainita. Já o temperado e revenido passa por uma austenitização a 930°C, resfriado em água, aquecido novamente a 630°C e resfriado ao ar, tendo como microestrutura resultante martensita e bainita, como pode-se observar na Figura 3 (BRITO, 2014).

Figura 3 – Microestrutura do aço 2.25Cr-1Mo com ataque por Nital 2%/v. (a) ferrita e perlita, (b) bainita e ferrita e (c) bainita.



Fonte: (BRANDOLIN, 2016).

Na Tabela 2 são apresentados os requisitos mínimos para esse aço em suas diferentes condições de tratamento.

Tabela 2 - Parâmetros de tratamento e requisitos exigidos pela norma ASTM A182.

ASTM A182 F22	Grau 1	Grau 3
Tratamento	Recozimento	Normalização e revenimento
Austenitização (°C)	900 (min)	900 (min)
Resfriamento	Forno	ar
Revenimento (°C)	-	675
Limite de escoamento (MPa)	205 (min)	310 (min)
Limite de resistência (MPa)	415 (min)	515 (min)
Dureza (HB)	170 (max)	156-256

Fonte: Adaptado (OLIVEIRA, 2013).

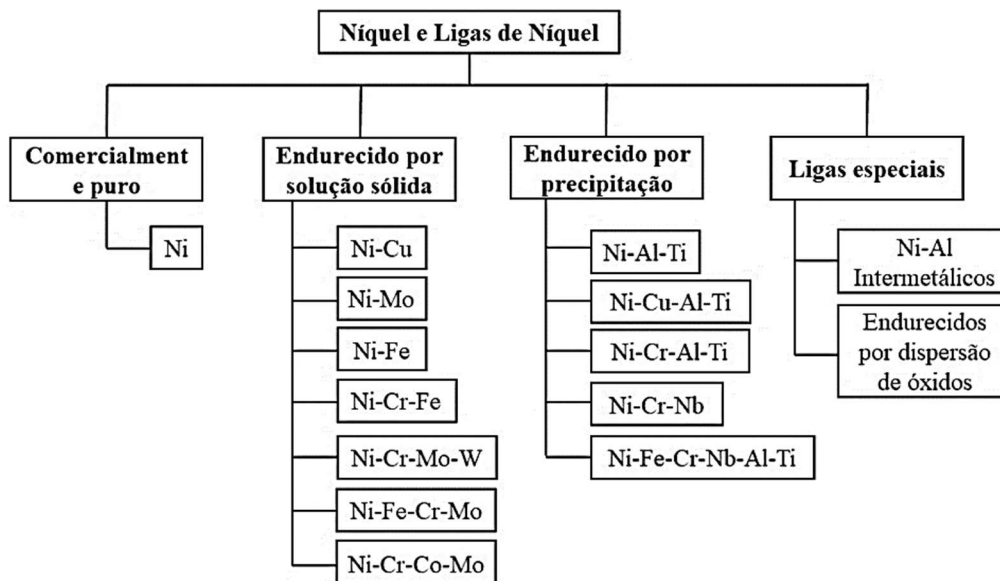
3.4 Ligas à base de Níquel

O níquel puro possui densidade de $8,9\text{g/cm}^3$, ponto de fusão 1455°C e estrutura cristalina CFC (cúbica de face centrada) (CAVALCANTE, 2013). Suas ligas contêm pelo menos 30% massa de níquel, possuindo uma matriz gama (γ) com estrutura CFC (cúbica de face centrada). Podem conter de 10% a 20% de cromo, cerca de 8% de alumínio e titânio combinados, 5% a 15% de cobalto e pequenas quantidades de boro, zircônio, háfnio e carbono. Outras adições de liga comuns são molibdênio, nióbio, tântalo, tungstênio e rénio (CAMPBEL, 2011; SILVA, 2010).

Essas ligas são muito importantes na indústria, em geral, bastante utilizadas em diversas aplicações. Se destacam por possuírem satisfatórias resistência mecânica, excelentes características de resistência à corrosão em variados ambientes agressivos e elevada resistência ao desgaste, mesmo em condições de elevada temperatura entre 400°C até 1090°C (ASM HANDBOOK, 2003).

As ligas de níquel não possuem uma classificação sistemática como aços e ligas de alumínio e, por esse motivo, são comumente chamadas por nomes comerciais ou associados às ligas que lhes deram origem. São normalmente classificadas por sua composição, mecanismo de aumento de resistência ou processo de fabricação, como pode ser visto na Figura 4 (AGUIAR, 2010; DUPONT; LIPPOLD; KISER, 2009).

Figura 4 - Classificação das ligas de níquel.



Fonte: Adaptado (DUPONT; LIPPOLD; KISER, 2009).

As ligas de níquel são formadas por uma matriz austenítica (γ), com uma estrutura CFC, não magnética, podendo também apresentar precipitados, tais como fases indicadas na Tabela 3 (SOUZA, 2009).

Tabela 3 - Fases que podem se formar nas ligas de níquel.

Fase	Estrutura	Fórmula
MC	CFC	TiC, NbC
M ₂₃ C ₆	CCC	(Fe, Cr, W, Mo) ₂₃ C ₆
M ₆ C	CCC	(Fe, Mo, W, Nb, Ta) ₆ C
M ₇ C ₃	Hexagonal	Cr ₂ C ₃
MN	Cúbica	(Ti,Nb,Zr)N
γ'	CFC	Ni ₃ Al, Ni ₃ (Al,Ti)
H	HC	Ni ₃ Ti
γ''	TCC	Ni ₃ Nb
Δ	Ortorrômbica	Ni ₃ Nb
M	Romboédrica	(Fe,Co) ₇ (Mo,W) ₆
Laves	Hexagonal	Fe ₂ (Nb,Ti, Mo,Ta)
σ	Tetragonal	FeCrMoNi

Fonte: Adaptado (MADALENA, 2013).

3.4.1 Inconel 625®

A liga Inconel 625®, com composição apresentada na Tabela 4 e que foi desenvolvida em 1964, utiliza o mecanismo de endurecimento por solução sólida para aumento de resistência através dos elementos molibdênio, cromo, ferro e nióbio em uma matriz γ . Devido às suas excelentes propriedades mecânicas a altas temperaturas e corrosão é amplamente utilizada como material estrutural de máquinas a vapor, geradores nucleares e motores de aeronaves. Essa grande resistência à corrosão é devido aos níveis de Cr (20%) e Mo (9%). Além disso, apresenta baixos teores de ferro e carbono, evitando a corrosão localizada (AGUIAR, 2010, CAVALCANTE, 2013, KIM; LEE, 2015, SILVA *et al.*, 2012).

Tabela 4 - Composição química nominal (% massa) da liga Inconel 625®.

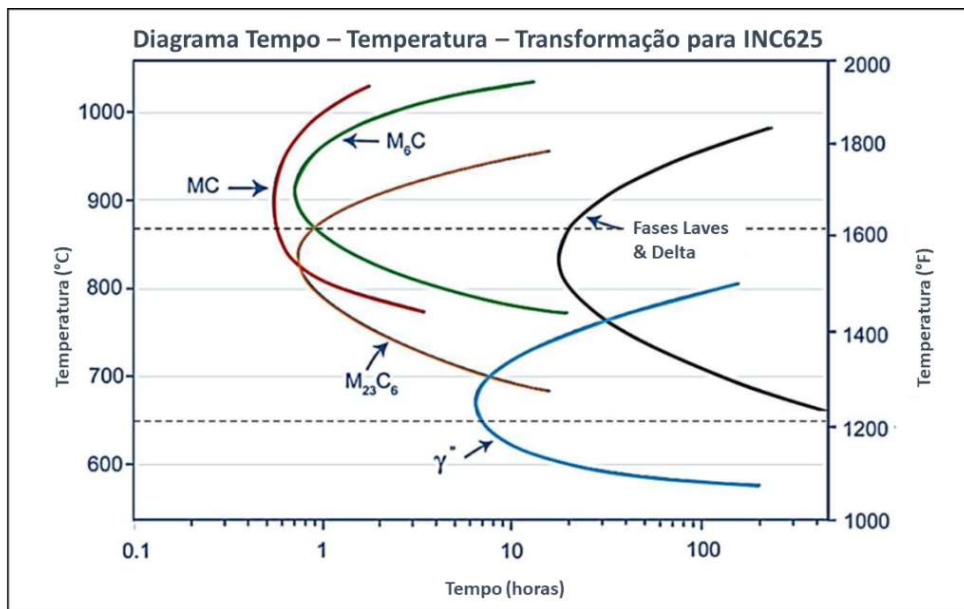
UNS		Cr	Ni	Co	Mo	Nb	Ti	Al	Fe	C	Outros
N06625	Inconel 625®	21,5	61,0	-	9,0	3,6	0,2	0,2	2,5	0,05	1,95

Fonte: (ASM Handbook, 2003).

Quanto à contribuição dos elementos de liga, pode-se afirmar que o Cr e Mo são os principais responsáveis para melhorar as resistências mecânica e de corrosão, enquanto que a adição de Nb melhora a resistência à fluência, a adição de Al e Ti aumentam a estabilidade térmica liga Inconel 625® (MADALENA, 2013).

A liga Inconel 625®, entretanto, pode gerar carbonetos e fases secundárias dependendo da temperatura específica e do tempo de exposição em serviço. No diagrama TTT -Transformação de Temperatura no Tempo (Figura 5) da liga Inconel 625, pode ser observada a formação de vários carbonetos e fases secundárias como MC, $M_{23}C_6$, M_6C , γ'' , e a fase Laves.

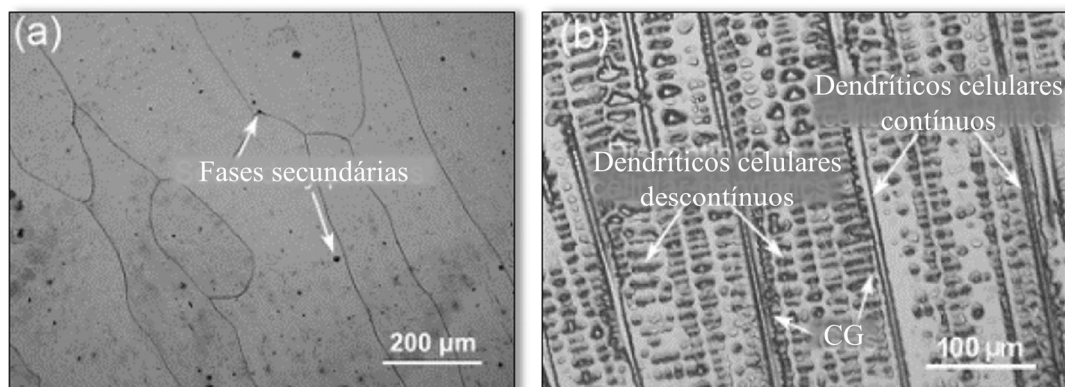
Figura 5 - Curvas TTT exibindo as transformações de fase na liga Inconel 625®.



Fonte: Adaptado (SHOEMAKER, 2005).

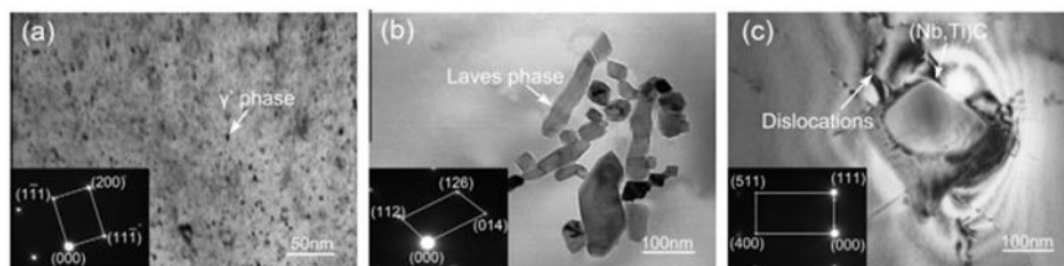
Na Figura 6 mostra-se a microestrutura do Inconel 625® depositado através da soldagem de revestimento GTAW (*Gas Tungsten Arc Welding*). A microestrutura apresenta duas diferentes regiões, uma constituída por grãos colunares (a) e a segunda por uma microestrutura celular dendrítica (b). A estrutura de solidificação dendrítica colunar ocorre devido ao alto teor de níquel, acima de 50%. Além da microestrutura austenítica, há precipitados interdendríticos ricos em Mo e Nb (GOMES, 2016). A segregação do Nb para regiões interdendríticas contribui para a formação de constituintes eutéticos e para a incidência de fissuras de solidificação (GARCIA; FERRARESI; MOTA, 2020). Nas Figuras 7 e 8 são apresentadas as fases secundárias, que não puderam ser identificadas por microscopia ótica. Mas que ao serem analisadas por MEV e MET conclui-se que correspondem às fases γ' , fase laves de formato irregular e blocos de carbeto MC (GOMES, 2016).

Figura 6 - Microestrutura de revestimento de Inconel 625® obtido através do processo TIG, imagens de MO.



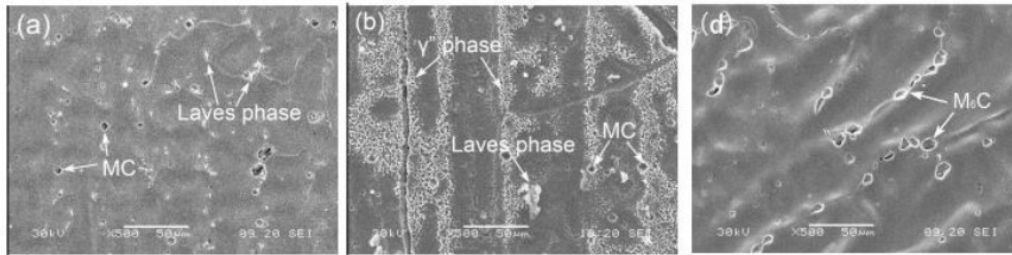
Fonte: Adaptado (GOMES, 2016).

Figura 7 - Imagens obtidas por MET das fases γ' , Laves e (Nb, Ti)C do Inconel 625®.



Fonte: (GOMES, 2016).

Figura 8 - Imagens obtidas por MEV dos precipitados das fases γ'' , Laves, MC e M_6C .



Fonte: (GOMES, 2016).

3.5 Soldagem

3.5.1 Soldagem TIG

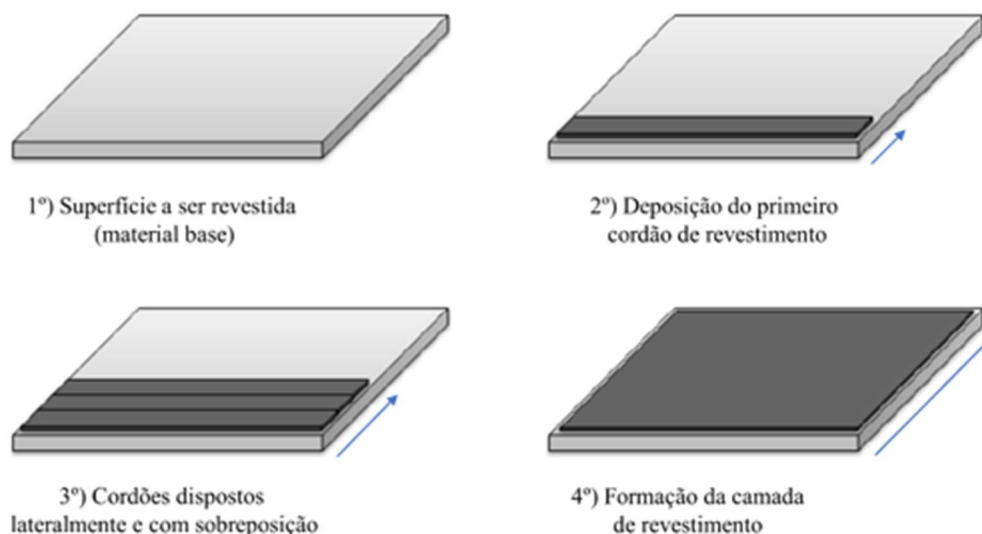
O processo de soldagem GTAW (*Gas Tungsten Arc Welding*) ou TIG (*Tungsten Inert Gas*) como é mais conhecido, é um processo de soldagem que utiliza como fonte de calor um arco elétrico mantido entre um eletrodo não consumível de tungstênio e a peça a ser soldada (WAINER; BRANDI; MELLO, 2004). Durante este processo, a poça de soldagem, o eletrodo e parte do cordão são protegidos através do gás inerte que é soprado pelo bocal da tocha.

3.5.2 Soldagem de revestimento

É possível obter um revestimento de determinado material através da deposição de múltiplos cordões de solda, dispostos lado a lado, de forma a produzir uma ou mais camadas de metal com características específicas sobre um substrato. De forma a proporcionar propriedades desejadas àquela superfície, que não pertence ao metal de base, podem ser utilizadas diferentes técnicas, tais como: soldagem com eletrodo revestido, arco submerso, MIG/MAG (*Metal Inert Gas/Metal Active Gas*), arame tubular, TIG com alimentação de arame, plasma com arco transferido, alimentação de pó, entre outros (SILVA, 2010).

Sendo assim, como pode-se ver na Figura 9, no processo de revestimento os cordões são dispostos lado a lado, se sobrepondo, até que toda a superfície esteja revestida. O nível de sobreposição entre os cordões varia conforme a aplicação do material e do tipo de processo aplicado na soldagem (FREITAS GOMES, 2010).

Figura 9 - Princípio da operação de soldagem de revestimento.



Fonte: Adaptado (FREITAS GOMES, 2010).

Este tipo de soldagem se difere da soldagem de união, pois nesse caso são desejadas grandes larguras de cordão, altos reforços, com baixas penetrações e baixos percentuais de diluição. Essas características são importantes para que se obtenha a maior área recoberta, com o menor número de passes (FREITAS GOMES, 2010; KEJELIN, 2012).

3.5.3 Diluição

Durante a soldagem de revestimento, entre materiais diferentes, a solda será uma mistura do metal de adição e de parte do metal base. A composição dependerá dos parâmetros de soldagem e sua contribuição para a fusão dos metais e formação da solda.

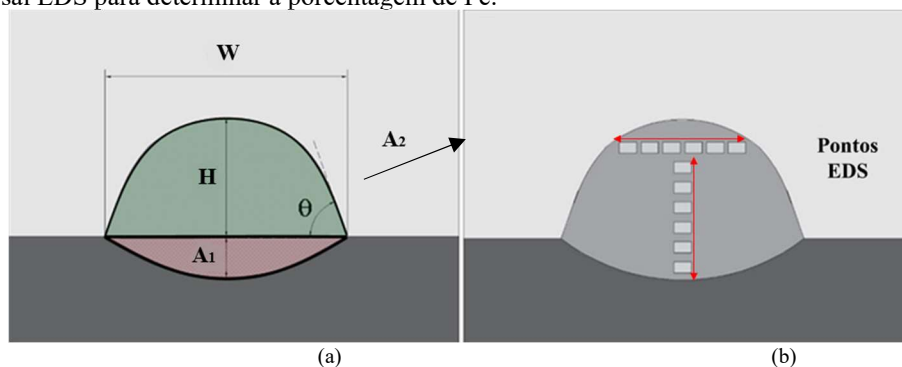
Na Figura 10 é ilustrado o esquema da razão de diluição (η), Eq. (1), para uma deposição simples, sendo definida como a razão entre a área do substrato fundido (A_1 , área sombreada em vermelho na Figura 10-a) e a área de revestimento (A_2 , mostrada pela área sombreada em verde na Figura 10-a). Já a razão de diluição de Fe (η_x) no cordão de solda é calculada conforme a Eq. (2), na qual ρ_c é a densidade do metal de solda, ρ_s é a densidade do substrato e X_s , X_c e $X_{(c+s)}$ são a porcentagem em peso de Fe do substrato, do metal de solda e do depósito, respectivamente. Para determinar a

porcentagem em peso na solda é feita caracterização via EDS, realizando medidas pontuais conforme apresentado na Figura 10-b. (KHAN *et al.*, 2020).

$$\eta = \frac{A_1}{A_1 + A_2} \quad (1)$$

$$\eta_X = \frac{\rho_C(X_{C+s} - X_C)}{\rho_S(X_S - X_{C+s}) + \rho_C(X_{C+s} - X_C)} \quad (2)$$

Figura 10 - Caracterização da solda. (a) parâmetros geométricos: altura do revestimento (H), largura (W), profundidade de penetração (d) e ângulo de contato (θ), com A área sombreada em vermelho representando A_1 , e a área sombreada em verde é A_2 , conforme definido na Eq. 1. (b) pontos na seção transversal EDS para determinar a porcentagem de Fe.



Fonte: Adaptado (KHAN *et al.*, 2020).

Observando o comportamento metalúrgico do revestimento, com liga Inconel 625®, pode-se destacar o fator relacionado ao aumento do teor de ferro no metal depositado a valores acima do recomendado. Havendo indícios que o aumento desse teor possa ocasionar a segregação de elementos como Ni, Cr e Mo, podendo afetar a resistência à corrosão. Segundo a norma ISO 10423, destinada à construção de equipamentos para o setor de petróleo e gás, o teor de Fe deve ser inferior a 5% próximo à superfície do revestimento, a fim de garantir um bom desempenho em serviço (MADALENA, 2013; PESSOA, 2014).

3.6 Tratamento térmico para alívio de tensão

No processo de soldagem ocorre a geração de tensões residuais na junta soldada, devido à variação térmica à qual o material é submetido à medida em que se afasta da região mais próxima ao arco (SILVA, 2016). Esse aquecimento e resfriamento heterogêneo causa a contração e dilatação do material durante a

soldagem, podendo causar distorções e falhas prematuras durante o processo (FORTES, 2005).

O alívio de tensão, ou tratamento térmico pós-soldagem (PWHT - *Post Weld Heat Treatment*), é a aplicação de calor após soldagem para remover tensões residuais e hidrogênio. Muitos equipamentos de aço de baixa liga, na indústria, exigirão vários alívios de tensão durante o curso de sua fabricação. Um equipamento pode exigir um alívio de tensão para as diferentes soldagens realizadas para unir todas as partes do mesmo. Sendo os efeitos do alívio de tensão cumulativos, cada vez que um conjunto soldado passa por um alívio de tensão total, a dureza e a resistência do material de base diminuem e, eventualmente, um alívio de tensão adicional pode levar a propriedades abaixo do mínimo esperado. Sendo assim, pode-se fornecer alívios de tensão no processo de montagem, mas apenas o alívio de tensão final precisa estar na temperatura máxima. Isso é, aquele que determinará as propriedades finais (DUFOUR, s.d.).

3.7 Interface da solda

Na Figura 11, está esquematizada a microestrutura da interface entre aços de alta resistência e a liga de Inconel 625® utilizando o processo de soldagem TIG, sendo a zona parcialmente misturada (ZPM) (1) definida como a região delimitada pelo limite de fusão (ou linha de fusão) e o metal de solda não diluído. (ALEXANDROV *et al.*, 2012; BUTAIN, 2020). A zona de grãos grosseiros ferríticos afetados pelo calor (CGHAZ-*Columnar Grain Heat Affected Zone*) (2) do metal base, possuindo uma estrutura ferrítica, apresenta uma região logo após a interface que é pobre em carbono. A largura desta região e a extensão do declínio de carbono irão depender das condições do tratamento térmico após a soldagem. Também há a penetração de austenita pelos contornos de grão, podendo ocorrer inclusões e formação de carbonetos (BEAUGRAND; SMITH; GITTOS, 2009; ALEXANDROV *et al.*, 2012; BUTAIN, 2020).

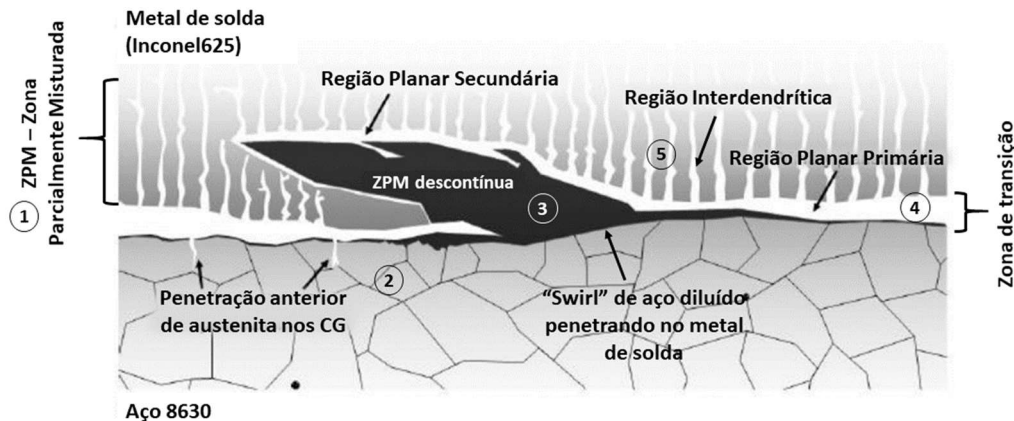
Na região (3) da Figura 11 observa-se martensita rica em ferro principalmente em posições de interpasse, na qual “*swirls*” de aço penetram no metal de solda e se estendem por algumas dezenas de microns da interface para a ZPM (Zona Parcialmente Misturada). Esta zona apresenta uma microestrutura martensítica tetragonal de corpo centrada (TCC). (BEAUGRAND; SMITH; GITTOS, 2009; ALEXANDROV *et al.*, 2012; BUTAIN, 2020). Também é possível observar a

presença de uma fina faixa de martensita no limite de fusão. Isso ocorre onde a diluição do metal de adição pelo aço é muito alta, próximo ao limite de fusão. No caso de revestimentos em aços com teor de carbono relativamente alto, a martensita que se forma durante o resfriamento pode exibir níveis de dureza superiores a 400 HV (BUTAIN, 2020).

No esquema (Figura 11) também é possível observar uma região planar solidificada no lado do níquel da interface (4), com microestrutura austenítica cúbica de face centrada (CFC), sendo que nesta região também foi chamada de “zona sem características”, sendo esta uma solução sólida de carbono supersaturado, livre de partículas e dura em uma região austenítica do ZPM. (BEAUGRAND; SMITH; GITTOS, 2009; ALEXANDROV *et al.*, 2012). Fenske *et al.* (2010) também caracterizam essa área como zona de transição. Como a composição do aço e do material de revestimento variam muito (particularmente, em teor de Ni, Fe e Cr), a composição da região de transição irá variar continuamente até atingir a composição aproximada do revestimento. A largura da zona de transição é uma função das condições de solidificação, ou seja, composição, faixas de temperatura de solidificação e propriedades termofísicas dos metais de base e de revestimento, gradiente de temperatura na zona de transição, entre outros (BEAUGRAND; SMITH; GITTOS, 2009).

Por fim, a região (5) que contém numerosas partículas interdendríticas de alto número atômico. Esta zona exibiu uma matriz austenítica CFC, sendo a maior parte da solda com uma liga 625 diluída com uma pequena proporção do aço (BEAUGRAND; SMITH; GITTOS, 2009; ALEXANDROV *et al.*, 2012).

Figura 11 - Esquema mostrando as diferentes regiões de uma solda de Inconel 625 e Aços ARBL



Fonte: Adaptado (BUTAIN, 2020).

Na Figura 12, é apresentada uma micrografia ótica, obtida por Fenske *et al.* (2012), de uma soldagem de um aço mostrando uma seção de uma interface de solda ASTM A182 F22 e IN625 após um tratamento térmico após soldagem a uma temperatura de 649°C por 10h, que se assemelha ao esquema apresentado anteriormente.

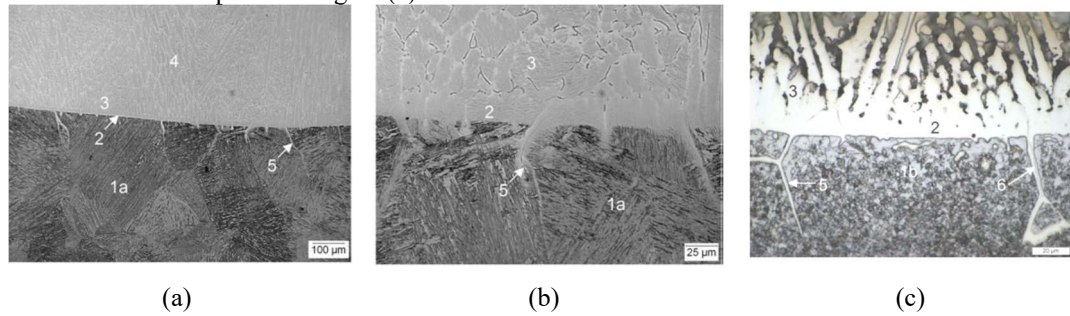
Figura 12 - Microestrutura da interface entre F22 e Inconel 625 após tratamento térmico de 10h.



Fonte: Adaptado (FENSKE *et al.*, 2012).

A Figura 13 (a) e (b) apresenta a microestrutura observada por Alexandrov *et al.* (2012), na qual pode-se observar a interface da deposição de uma liga 625 sobre aço AISI 8630. Pode-se observar (1a) a CGHAZ, composta de martensita e bainita, (2) crescimento planar, (3) dendritas celulares, (4) dendritas colunares e (5) penetração nos contornos de grão. Após o tratamento térmico, após soldagem observa-se a microestrutura (c). Em (1b) nota-se, a CGHAZ composta de ferrita e martensita temperada, (2,3,4 e 5) similares ao material sem o tratamento térmico e (6) limite interno de uma penetração de contorno de grão.

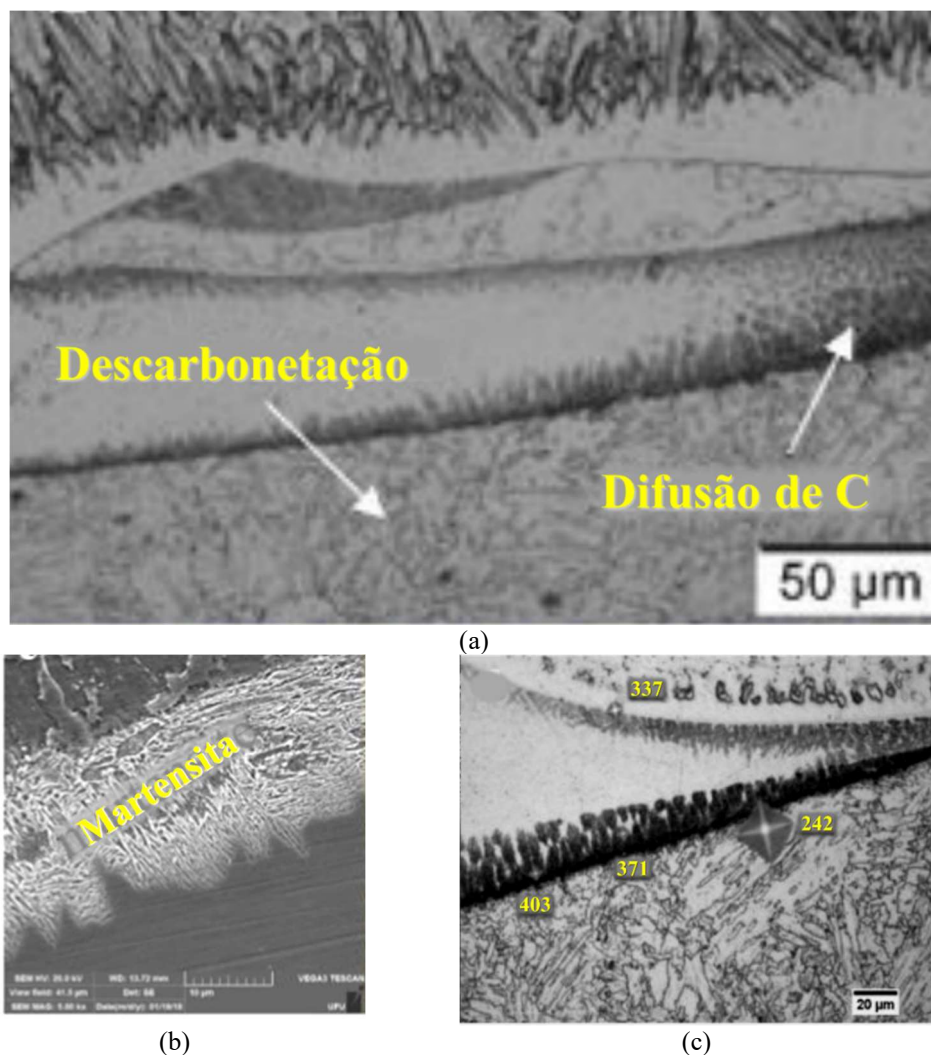
Figura 13 - Interface de deposição de Inconel 625® sobre aço AISI 8630 (a) e (b), submetida ao tratamento térmico após a soldagem (c).



Fonte: Adaptado (ALEXANDROV *et al.*, 2012).

Na zona parcialmente misturada a redução do teor de níquel resulta em uma força motriz mais fraca para a estabilização da austenita em temperaturas menores durante o resfriamento. Associando essa força motriz ao alto teor de carbono proveniente do metal base, ocorre a formação da martensita. Sendo que, com eletrodos de ligas de níquel, diferentemente de eletrodos de aço inoxidável, a austenita se estabiliza em uma área maior dentro da ZPM. Assim, apenas uma fina camada de martensita é esperada nas soldas depositadas com essas ligas. Na Figura 14 pode-se ver a interface da solda de um aço F22 e Inconel 625®. Em (a), ocorre a mitigação de carbono do aço para o metal de solda, causando uma descarbonetação na ZAC (Zona Afetada pelo Calor) do aço. Em (b) há uma microestrutura martensítica relacionada ao aumento de microdureza nessa região. Já a figura (c) indica picos de microdureza Vickers na faixa de 240 a 400 HV (GARCIA; FERRARESI; MOTA, 2020).

Figura 14 – Interface de solda F22/Inconel 625: (a) difusão do carbono, (b) formação de martensita e (c) região da microestrutura com marcas de microdureza Vickers.

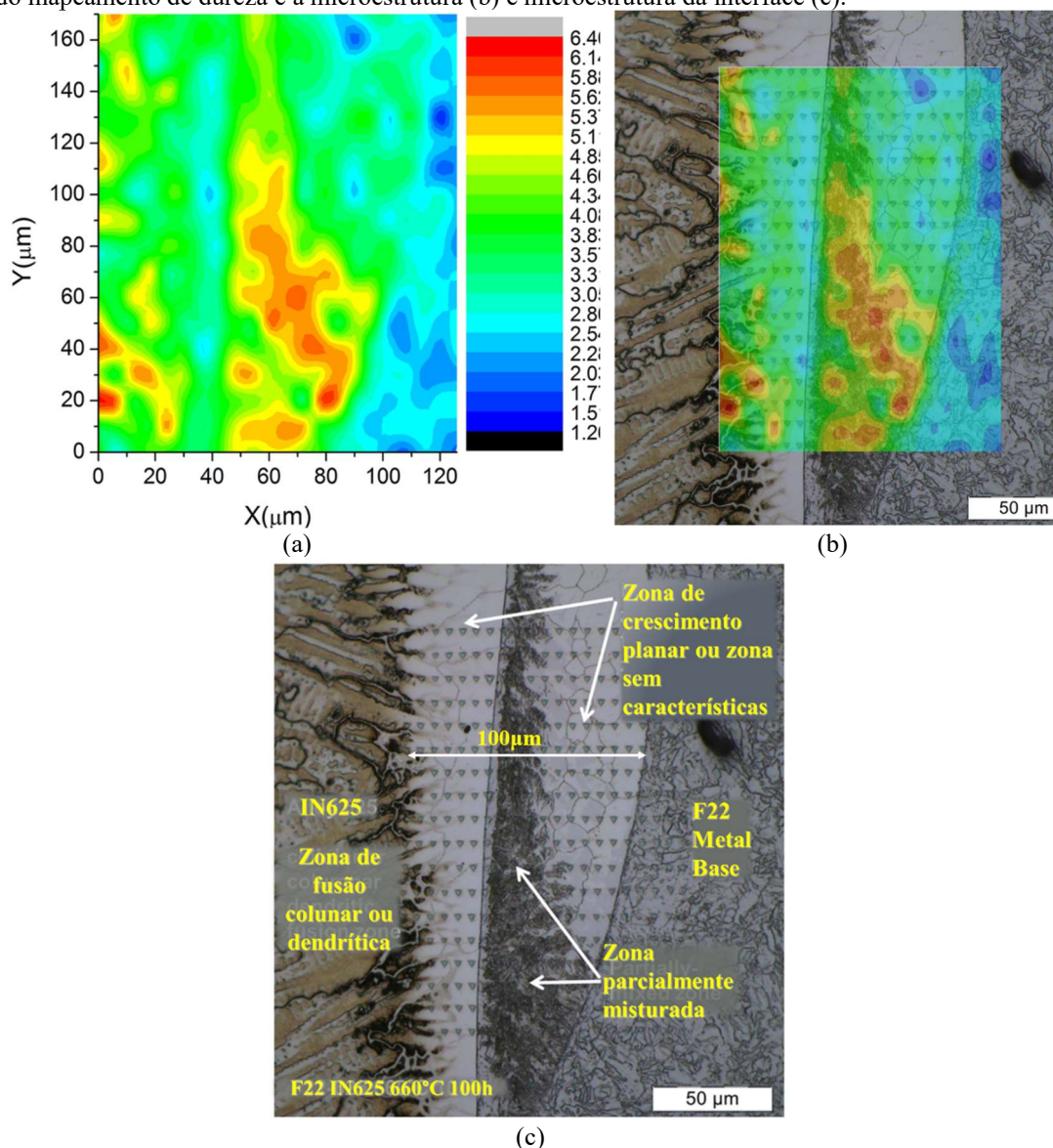


Fonte: Adaptado (GARCIA; FERRARESI; MOTA, 2020).

Dai e Lippold (2018) estudaram a interface de soldagem de um aço ASTM A182 F22 e Inconel 625®, submetidos a um tratamento pós soldagem de 660°C por 100h, Figura 15 (a). Obtendo como maior valor de dureza 6,420GPa, apresentada em vermelho, e o menor valor de dureza 1,260GPa, nas regiões em azul escuro.

Após a indentação e polimento da amostra obtiveram a microestrutura apresentada em (c). Ao sobrepor o mapeamento realizado por nanodureza com a microestrutura (b) pode-se observar a distribuição de dureza. Sendo que a área de baixa nanodureza (cerca de 2,5GPa -3,0GPa), em azul, se sobrepõe exatamente à ZAC do aço. Enquanto isso, na fronteira de fusão a nanodureza aumenta, nas áreas mais escuras da microestrutura, zona parcialmente misturada, mostrando uma nanodureza especialmente alta, aproximadamente 6,0GPa (DAI; LIPPOLD, 2018).

Figura 15 - Caracterização da interface F22/Inconel625® por mapeamento de dureza (a), sobreposição do mapeamento de dureza e a microestrutura (b) e microestrutura da interface (c).



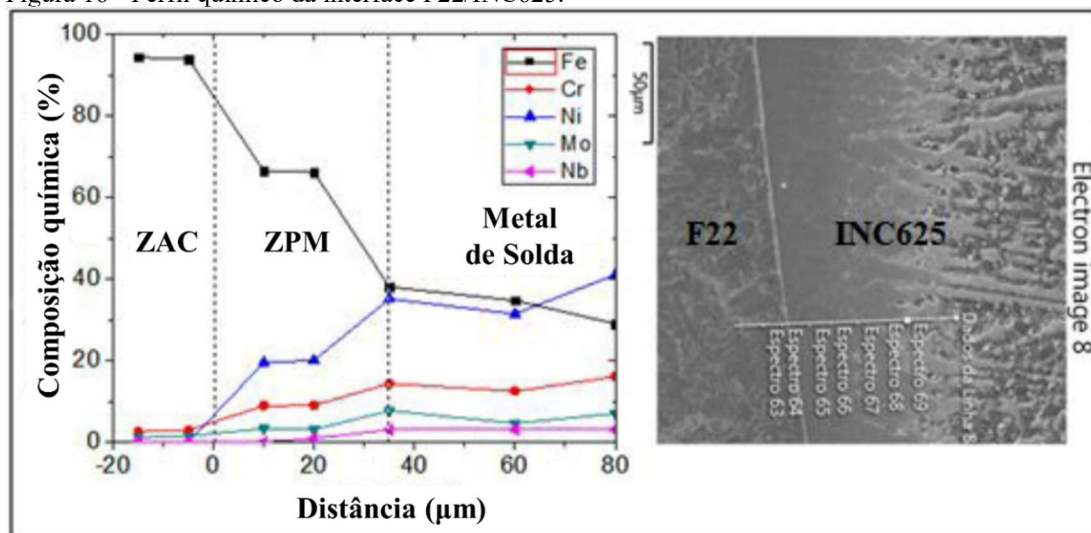
Fonte: Adaptado (DAI; LIPPOLD, 2018).

Já na zona sem características a dureza cai, se mostrando menor do que a zona dendrítica celular ou colunar e apenas ligeiramente mais alta do que o metal de base. A dureza na zona dendrítica celular ou colunar é não homogênea devido à segregação da solidificação e subsequente precipitação durante o tratamento térmico. Algumas regiões são azuis com dureza de 3,0GPa -3,5GPa e outras são vermelhas com dureza superior a 6GPa, mas a maior parte da área é verde com dureza de 4GPa -5GPa (DAI; LIPPOLD, 2018).

Garcia, Ferraresi e Mota (2018) realizaram a união dos aços F22 e X80 por uma soldagem dissimilar, com a liga de Inconel 625® como metal de preenchimento, utilizando o processo de soldagem GMAW (*Gas Metal Arc Welding*). O perfil da

composição química da interface F22/INC625, via análise química no EDS (Espectroscopia por Energia Dispersiva), é apresentado na Figura 16, destacando Fe, Cr e Ni da ZAC até o metal de solda. Observa-se um aumento gradual no conteúdo de Ni e Cr e uma redução no conteúdo de Fe.

Figura 16 - Perfil químico da interface F22/INC625.

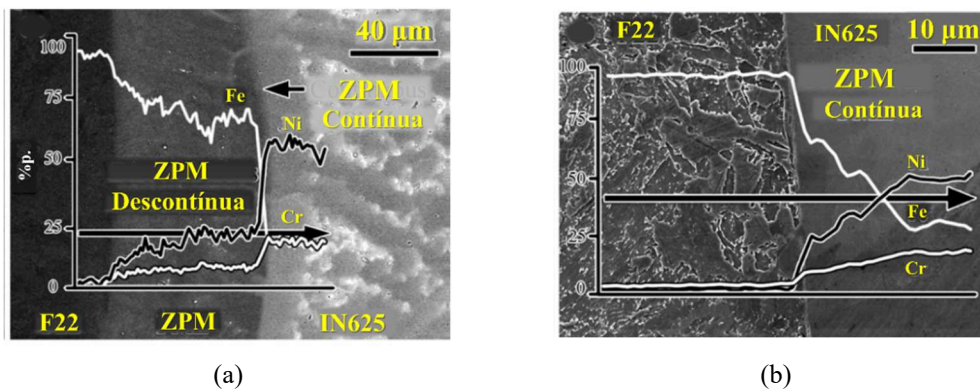


Fonte: Adaptado (GARCIA; FERRARESI; MOTA, 2018).

Fenske *et al.* (2012) observaram o mesmo comportamento do perfil de composição química, Figura 17, na qual a composição na largura de aproximadamente 100nm na zona de transição era de 80% em peso Fe, 9% em peso Ni e 7% em peso de Cr para a interface ASTM A182-F22 e seguindo em direção ao ZPM há uma mudança de composição que pode estender distâncias de 1µm a 50µm, levando até a composição do metal de solda. As mudanças nessas regiões acontecem independente da duração dos tratamentos térmicos após a soldagem, indicando que a mistura primária ocorreu durante o processo de soldagem. Utilizando nano-SIMS (Espectrometria de massa de íon secundário em nano escala) com mapas de massa, Figura 18 (a) 12 (12C) e (b) 24 (12C₂), foi analisada a distribuição de carbono, informação que faltava pela análise EDS. Pelo mapa 12C o carbono havia se difundido cerca de 10µm no metal de solda, ou seja, dentro da região planar. Para determinar se existiam carbonetos na solidificação da região planar na soldagem com aço AISI 8630-IN625, mas não com ASTM A182-F22-IN625, foram retiradas amostras das ZPM de ambas as soldagens para microscopia eletrônica de transmissão. Nessa análise observou-se que a zona de solidificação planar no 8630 consistia de uma zona de aço rica em ferro (80% em peso)

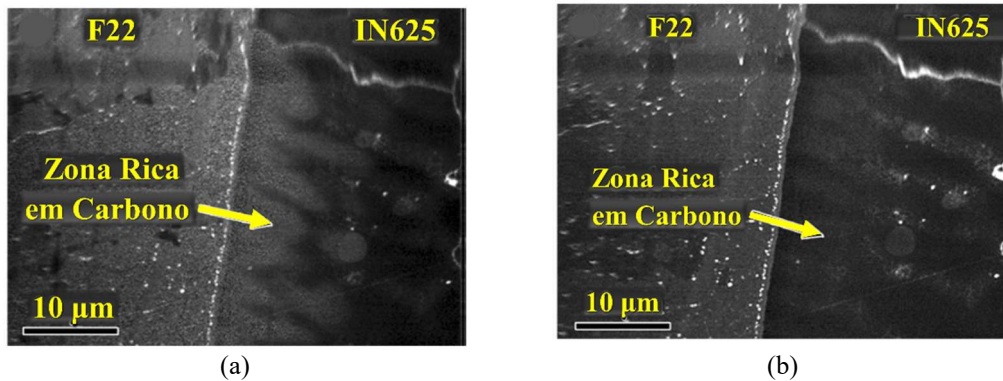
de 200 nm de largura, uma zona de transição de CCC para CFC, seguida por uma região com alta densidade de carbonetos finos semelhantes a agulhas, Figura 19 (a). Em contraste, no F22 a zona de transição foi seguida por uma região sem carbonetos (b). Em ambos os sistemas, a densidade de deslocamento foi significativa, e são esses deslocamentos que dão origem ao contraste visto na Figura 19 (b).

Figura 17 - Imagem MEV de elétrons retro espalhados varredura linha EDS de ZPMs em ASTM A182-F22-IN625® após um TTPS de (a) 10 h e (b) 5 h.



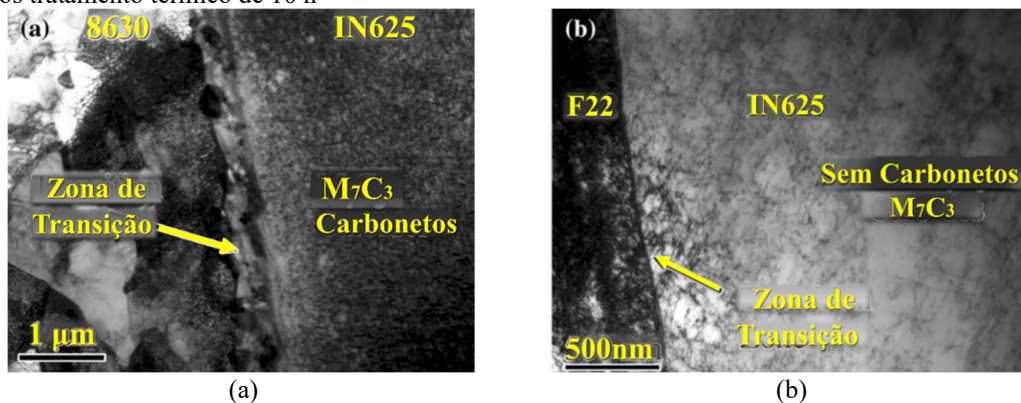
Fonte: Adaptado (FENSKE *et al.*, 2012).

Figura 18 Mapas Nano-SIMS (a) ^{12}C e (b) $^{12}\text{C}_2$ para ASTM A182-F22-IN625 após tratamento térmico de 10 h.



Fonte: Adaptado (FENSKE *et al.*, 2012).

Figura 19 - Micrografias de campo claro TEM de (a) AISI 8630-IN625 e (b) ASTM A182-F22-IN625 após tratamento térmico de 10 h



Fonte: Adaptado (FENSKE *et al.*, 2012).

3.8 Propriedades eletroquímicas

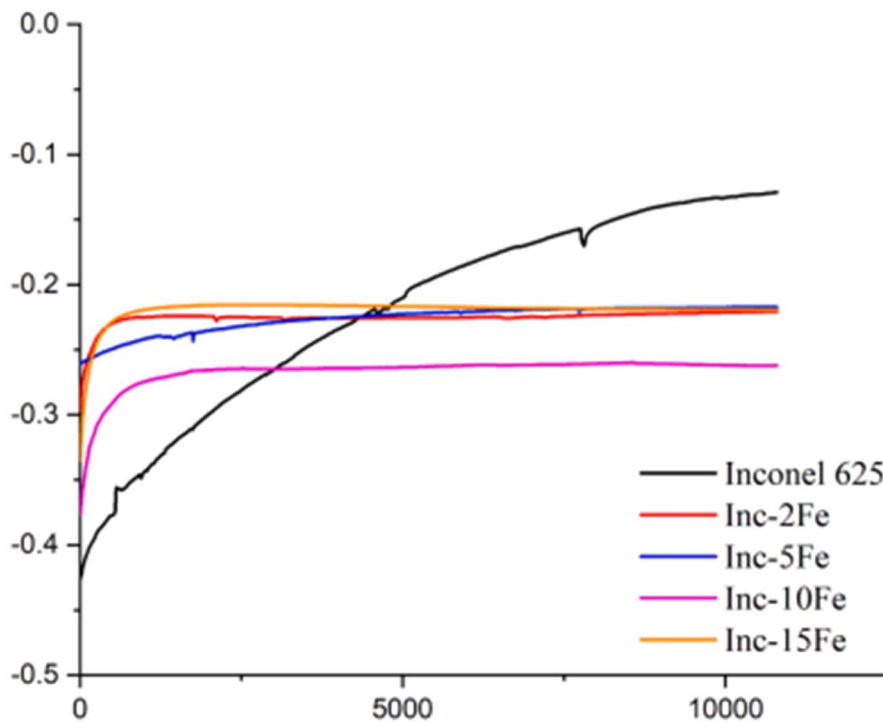
Ensaio de corrosão utiliza um potencial aplicado (E_{appl}) que é mantido entre um eletrodo de referência (ER) e o eletrodo de trabalho (ET), sendo este, o material que se deseja analisar (ASM HANDBOOK, 2003). A partir da aplicação é possível fazer o monitoramento do potencial em circuito aberto, das curvas de polarização e a realização de espectroscopia de impedância eletroquímica. Técnicas de determinação da corrosão que quando aplicadas, fornecem informações do comportamento da liga no meio corrosivo.

3.8.1 Monitoramento do potencial em circuito aberto (E x t).

Lourenço *et al.* (2021) estudaram o comportamento eletroquímico da liga de Inconel 625® com diferentes teores de ferro. Na Figura 20 são apresentadas as curvas do potencial em circuito aberto em eletrólito NaCl (3,5% m/v) durante 3h. As amostras foram obtidas por fusão em forno a arco, em cadinho de cobre refrigerado por água. No gráfico, observa-se o potencial em circuito aberto das ligas Inconel 625®, com uma variedade de teores de ferro, por um período de 3h. É importante ressaltar que houve um desenvolvimento para maiores valores de potencial para todas as ligas, apresentando resultados mais positivos com o decorrer do tempo e, como consequência, formação e crescimento de óxido protetivo nas amostras. Entre as ligas mais nobres estão as ligas Inconel 625® com 20% m. Fe, seguida da liga Inconel 625® com 25% m. Fe. Foi possível observar também, que dentro de um meio aquoso, as ligas

Inconel possuem uma crosta passiva que tem a sua base externa constituída por óxidos $\text{Ni(OH)}_2/\text{NiO}$, e a sua camada interna na superfície de Cr_2O_3 .

Figura 20 – Curvas do potencial em circuito aberto para ligas variantes de Inconel 625® com diferentes teores de ferro, em NaCl (3,5% m/v) durante 3h.

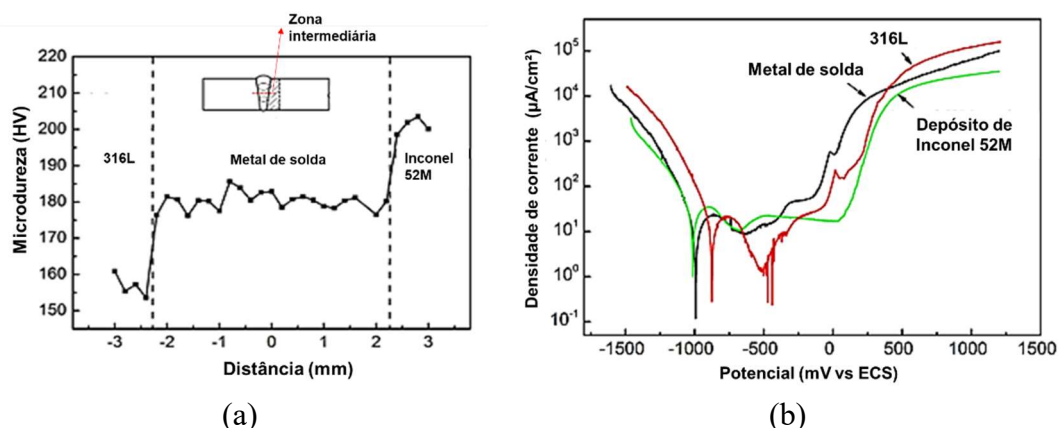


Fonte: (LOURENÇO *et al.*, 2021).

3.8.2 Curvas de Polarização

Li *et al.* (2018) estudaram a resistência à corrosão de uma solda dissimilar de Inconel 52M em aço inoxidável 316L. Utilizando três seções da amostra (316L/Inconel 52M) soldadas via laser obteve-se em diferentes pontos da amostra, Figura 21(a) metal base, metal de solda, e Inconel a curva de passivação (Figura 21 (b)). Pode-se ver que todas as curvas apresentam regiões de passivação, e que as amostras revestidas com Inconel 625® apresentaram maior resistência à corrosão em relação ao metal base, como esperado.

Figura 21 (a) Perfil de dureza em solda dissimilar e (b) Polarização potenciodinâmica em solução NaCl 3,5%*m/v* + 0,05 M Na₂S₂O₃.



Fonte: Adaptado (LI *et al.*, 2018).

A partir das curvas foram obtidos os valores de potencial de corrosão (E_{corr}), densidade de corrente de passivação (j_{pass}) e potencial de pite (E_{pite}) das amostras, como mostrado na Tabela 5. A densidade de corrente (j_{pass}) apresentou valores de mesma ordem de grandeza, sendo assim, não é possível dizer que a diluição influencia significativamente na resistência à corrosão.

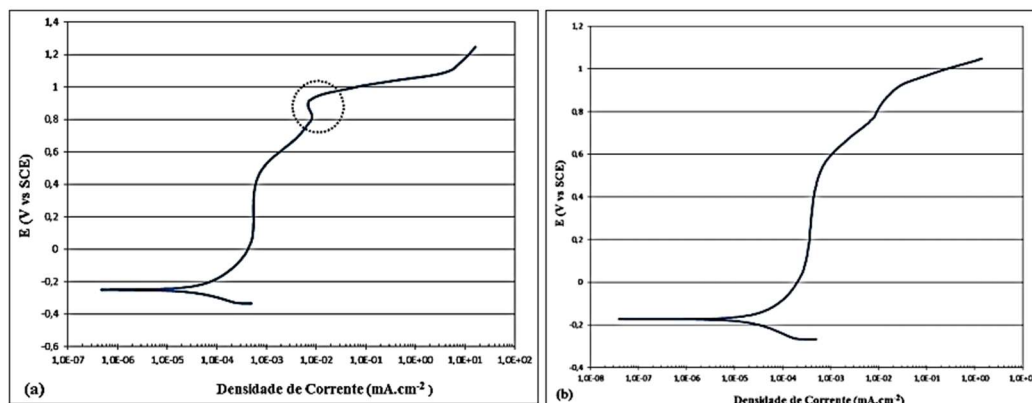
Tabela 5 - Propriedades eletroquímicas obtidas das curvas de polarização potenciodinâmica, em solução de NaCl 3,5%*m/v* + 0,05 M Na₂S₂O₃, dos estudos da soldagem de Inconel 52M/316L via laser.

Amostra	E_{corr} (mV.ECS)	j_{pass} (μ A/cm ²)	E_{pite} (mV.ECS)
Metal de solda	-986	5,98	-120
Inconel 52M	-1020	8,42	48
316L	-740	9,81	-521

Fonte: Adaptado (LI *et al.*, 2018).

Santos (2018) obteve as curvas da Figura 22 para revestimentos de Inconel depositados por plasma pó (PTAP). Na Figura 22 (a), para amostra na qual ocorreu maior diluição durante a soldagem, observa-se uma curva típica de polarização potenciodinâmica na qual observa-se uma região sutil de repassivação secundária, indicada pelo círculo tracejado. A justificativa apresentada pelos autores é devido a formação de fases secundárias, provavelmente devido ao empobrecimento de Ni e Cr nestas regiões.

Figura 22 - Curvas de polarização anódica de depósitos de Inconel 625 por plasma pó (a) grupo de maior diluição e (b) grupo de menor diluição, em solução 3,5%*m/v* NaCl, taxa de varredura 0,167mV/s, Eletrodo de Calomelano Saturado.



Fonte: (SANTOS, 2018).

A partir das curvas, apresentadas na Figura 22, foram obtidos os valores de potencial de corrosão (E_{corr}), potencial de passivação (E_{pass}), densidade de corrente de passivação (j_{pass}) e potencial de transpassivação (E_{trans}) das amostras, conforme mostrado na Tabela 6. A densidade de corrente (j_{pass}) apresentou valores de mesma ordem de grandeza, sendo assim, não é possível dizer que a diluição influencia significativamente na resistência à corrosão.

Tabela 6 - Valores das variáveis de corrosão para as curvas de polarização da Figura 22.

Amostra	Teste	E_c (V)	E_{pass} (V)	j_{pass} ($\mu A/cm^2$)	E_{trans} (V)	ΔE_p (V)
Amostras maior diluição	1	-0,250	0,096	0,531	0,460	0,364
	2	-0,271	0,047	0,432	0,460	0,413
	3	-0,240	0,081	0,584	0,434	0,353
Média		-0,250	0,081	0,531	0,460	0,364
Amostras menor diluição	1	-0,234	0,086	0,666	0,486	0,400
	2	-0,245	0,098	0,420	0,499	0,401
	3	-0,173	0,041	0,253	0,527	0,486
Média		-0,234	0,087	0,3804	0,479	0,429

Fonte: Adaptado (SANTOS, 2018).

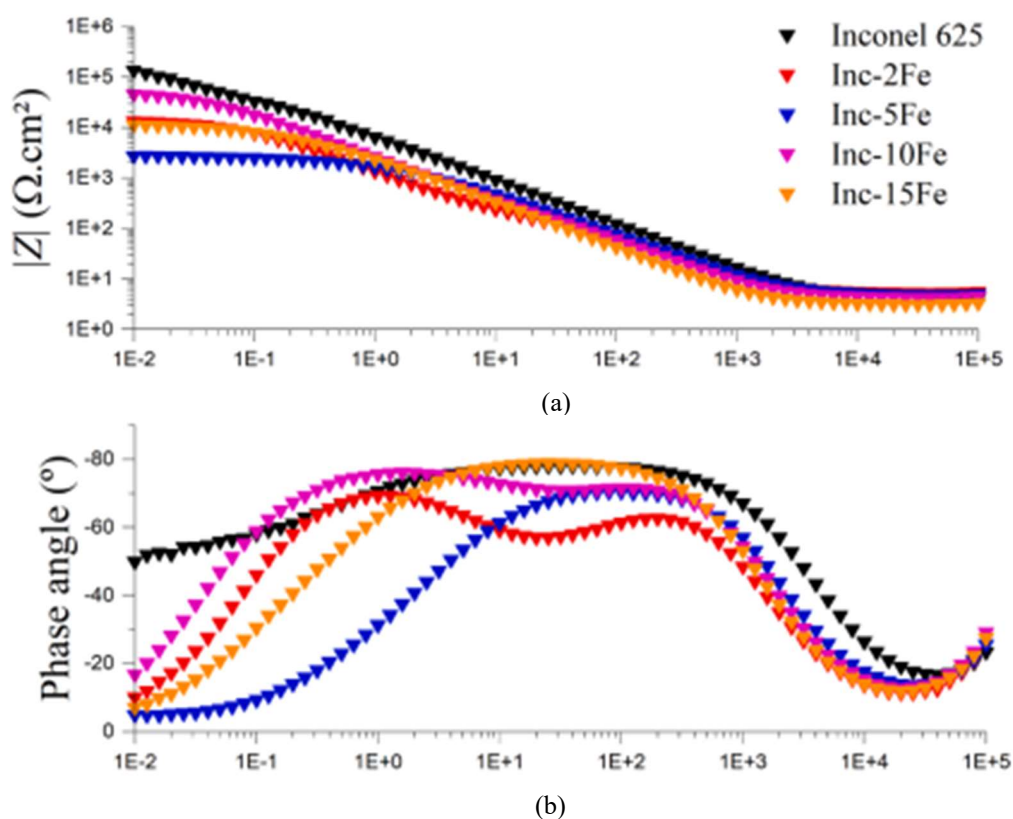
3.8.3 Espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS)

Os gráficos presentes na Figura 23 apresentam resultados contidos na espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS), para as ligas Inconel 625® com diferentes proporções de ferro, ensaiadas em solução aquosa de NaCl 3,5%*m/v*, a temperatura ambiente (diagrama de Bode). É importante frisar que para o módulo de impedância à baixa frequência obteve-se um valor mais elevado para a liga Inconel

625® com 0,22%*m.* Fe, sendo sucedido pela liga Inconel 625® com 10%*m.* Fe, sendo o valor da liga de Inconel 625® com 5%*m.* Fe o menor valor encontrado. Considerado esse valor como indicativo indireto da resistência à corrosão da liga, sendo assim, quanto maior valor de módulo de impedância mais resistente o material será à corrosão (LOURENÇO *et al.*, 2021).

No diagrama de fase, Figura 23b, são apresentados o comportamento das ligas em função do ângulo de fase. Observa-se que as diferentes ligas se comportam de forma distinta, mas na maioria dos casos há a formação de dois ângulos de fase. Esse comportamento tende a representar um processo de corrosão regido por processos de polarização e de transferências de cargas (LOURENÇO *et al.*, 2021).

Figura 23 – Ensaio de EIS para as ligas Inconel 625® com diferentes teores de ferro em solução NaCl 3,5%*m/v* a temperatura ambiente (a) diagrama de Bode e (b) diagrama de fase.

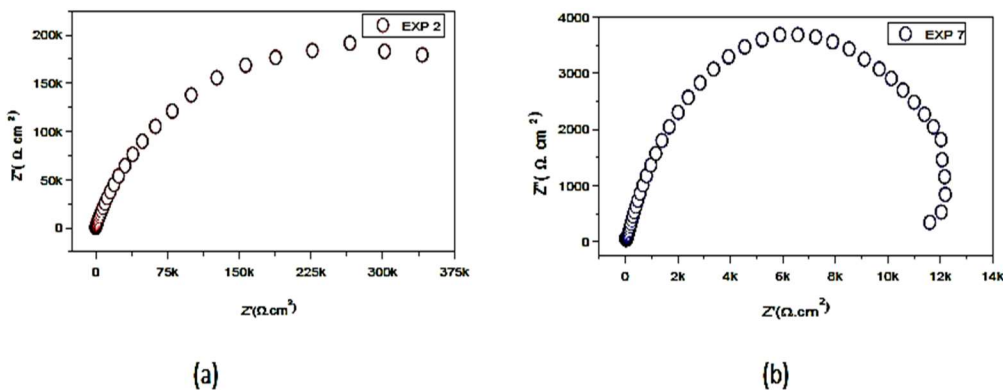


Fonte: (LOURENÇO *et al.*, 2021).

Santos *et al.* (2019) estudaram a influência dos parâmetros de soldagem do processo por Plasma com Arco Transferido Alimentado com Pó (PTA-P) em revestimentos de Inconel sobre o aço API 5L X70. O EXP2 (experimento 2) utilizou como parâmetros uma corrente de 183A com taxa de alimentação de 3,79 kg/h, já o

EXP7 (experimento 7) utilizou uma corrente de 175A com uma taxa de alimentação de 4,17kg/h. Observou-se que a amostra com maior corrente e menor taxa de alimentação (EXP2) apresentou maior diluição, enquanto a amostra com menor corrente e maior taxa de alimentação do pó (EXP7) apresentou menor diluição. Na Figura 24 pode-se observar que a amostra com maior diluição (EXP2) apresentou um semicírculo maior, mostrando-se mais passiva, ou seja sua taxa de corrosão é menor em comparação com a amostra 7. Sendo assim, foi observado que a amostra com maior diluição e maior presença de ferro apresentou maior resistência à polarização. Acredita-se que isso ocorreu devido a menor velocidade de resfriamento, o que favoreceu o equilíbrio químico, superando o alto teor de ferro na superfície. Podendo também estar relacionado ao nível de tensões residuais compressivas, pois quanto maior a entrada de calor, maior será o nível de tensões residuais compressivas, consequentemente maior a resistência à corrosão.

Figura 24 - Diagramas de Nyquist para revestimentos por plasma de Inconel 625® com maior nível de diluição (a) 15,33% e menor nível de diluição (b) 4,39%, obtidos com ECS em temperatura ambiente ($\pm 25^{\circ}\text{C}$).



Fonte: (SANTOS *et al.*, 2019).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Material

Para o presente estudo, foi fornecido pela empresa parceira placas de aço ASTM A182 F22, com composição química segundo a Tabela 7, e também a liga Inconel 625®, com composição química apresentada na Tabela 8, que foi depositada sobre uma das faces da placa de aço por processo de soldagem TIG, procedimento realizado na linha de produção da empresa, com os mesmos parâmetros de deposição normalmente utilizados na fabricação dos componentes industriais. Os dois discos de aço, de aproximadamente 250mm de diâmetro, após revestimento, apresentaram espessuras próximas de 28mm e 32mm, respectivamente, após 1 e 2 passes de soldagem.

Tabela 7 - Composição química do aço ASTM A182 F22 (valores em porcentagem peso).

ASTM A182 F22	Fe	Cr	Mn	C	Si	Mo	S	P
	96,78	2,0	0,3	0,05	0	0,87	0,04	0,04
	95,04	2,5	0,6	0,15	0,5	1,13		

Fonte: Próprio autor. Determinada por FRX.

Tabela 8 - Composição química da liga Inconel 625® (valores em porcentagem peso).

Inconel 625®	Al	Si	Ti	Cr	Ni	Nb	Mo	Fe
	0,004	0,06	0,22	20,93	67,36	3,23	7,94	0,22

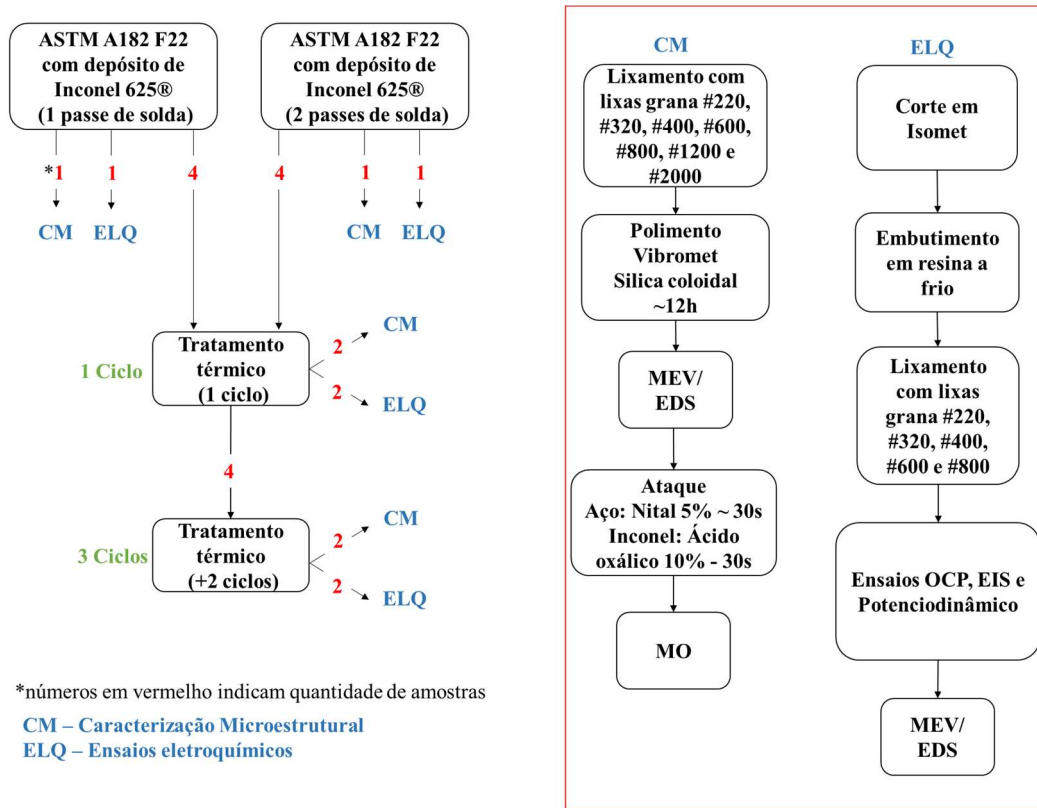
Fonte: Próprio autor. Determinada por FRX.

4.2 Metodologia

Na Figura 25 encontra-se o fluxograma das atividades desenvolvidas nesta dissertação. Primeiramente, os discos foram cortados para que fossem obtidas 12 amostras retangulares de aproximadamente 22x20mm² com espessura de 10mm, sendo submetidas ou não a tratamento térmico subsequente.

Então, parte das amostras foi embutida a quente para expor a seção transversal, para que pudesse ser realizada a caracterização microestrutural da interface da solda, enquanto a outra parte foi embutida a frio de forma que somente a superfície do depósito ficasse exposta para a realização dos ensaios eletroquímicos.

Figura 25 - Fluxograma da metodologia experimental.



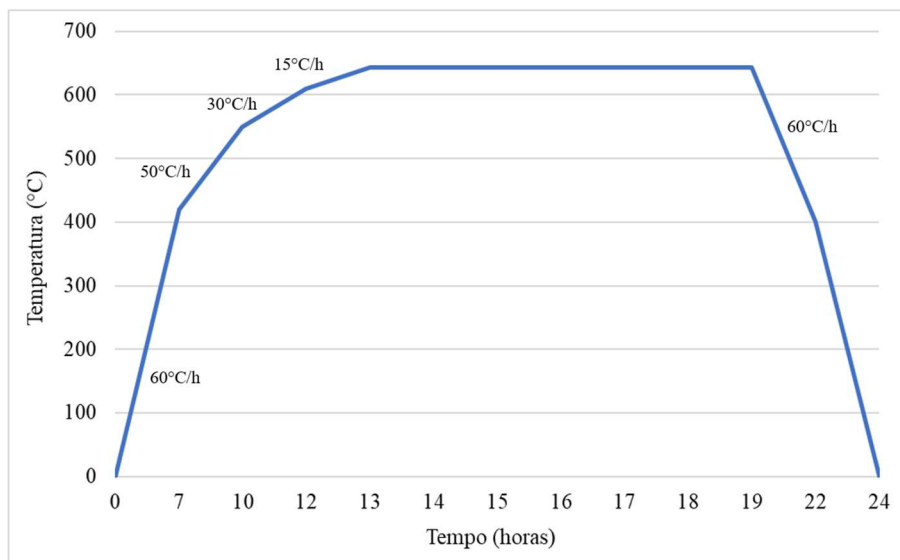
Fonte: Próprio autor

4.3 Tratamento térmico

O tratamento térmico, com intuito de eliminar tensões residuais após soldagem, foi realizado nas dependências da EEL-USP. Reproduzindo o mesmo tratamento térmico realizado na indústria para alívio de tensão após soldagem, seguindo a norma ASME IX QW-407 (American Society of Mechanical Engineers e Asme Boiler and Pressure Vessel Committee on Welding Brazing and Fusing).

Primeiramente, foram separadas duas amostras de cada condição (1 ou 2 passes), para que fossem analisadas sem tratamento térmico. Feito isso, foram colocadas quatro amostras da condição 1 passe de solda no forno e, realizado o tratamento térmico apresentado na Figura 26. Finalizado o ciclo, duas amostras da condição 1 passe de solda foram retiradas do forno, sendo realizado mais dois ciclos de tratamento térmico nas duas amostras remanescentes. O mesmo processo foi repetido para as amostras com dois passes de solda.

Figura 26 – Ciclo térmico de tratamento pós soldagem - Aquecimento: 60 °C/h até 420 °C, 50 °C/h de 420 até 550 °C, 30°C/h de 550 até 610 °C, e 15 °C/h de 610 até 643 °C e então a 643±5 °C por 6,5 h. Resfriamento: 60 °C/h até 400 °C e então resfriamento no forno até temperatura ambiente.



Fonte: Próprio autor

Finalizados os ciclos de tratamento, parte das amostras foi separada para caracterização microestrutural e parte para os ensaios eletroquímicos, obtendo-se as amostras identificadas na Tabela 9.

Tabela 9 - Nomenclatura e condições de tratamento de cada amostra.

Caracterização Microestrutural		Ensaio eletroquímico	
Nomenclatura	Condição	Nomenclatura	Condição
1P0TT-M	1 passe/ sem TT	1P0TT-E	1 passe/ sem TT
1P1TT-M	1 passe/ 1 ciclo TT	1P1TT-E	1 passe/ 1 ciclo TT
1P3TT-M	1 passe/ 3 ciclos TT	1P3TT-E	1 passe/ 3 ciclos TT
2P0TT-M	2 passes/ sem TT	2P0TT-E	2 passes/ sem TT
2P1TT-M	2 passes/ 1 ciclo TT	2P1TT-E	2 passes/ 1 ciclo TT
2P3TT-M	2 passes/ 3 ciclos TT	2P3TT-E	2 passes/ 3 ciclos TT

Fonte: Próprio autor

4.4 Preparação metalográfica para caracterização microestrutural de seções transversais das amostras.

Após os tratamentos térmicos as amostras foram embutidas à quente em baquelite, na temperatura de aproximadamente 160°C e em seguida resfriadas com circulação de água pelo molde. Então, as amostras embutidas foram lixadas em politriz com lixas de grana #220, #320, #400, #600, #800, #1200 e #2000. Posteriormente, foi feito polimento com suspensão de sílica coloidal utilizando uma politriz vibratória Buehler, modelo VibroMet® 2, por aproximadamente 12h. Finalizada essa etapa, foi feito ataque da região do aço com Nital 5%*m/v* por aproximadamente 50s, então, essa região foi protegida com uma resina acrílica, e realizado ataque eletroquímico na região da Inconel com ácido oxálico 10%*m/v* e 5V por aproximadamente 30s. Finalizado o ataque, a resina acrílica foi removida com acetona em aparelho de ultrassom.

4.5 Caracterização microestrutural

Após o processo de preparação metalográfica, as amostras foram submetidas à caracterização microestrutural via microscopia ótica utilizando um microscópio Zeiss AXIO Imager M2m, por microscopia eletrônica de varredura utilizando um MEV HITACHI TM3000 com espectrometria de dispersão de energia (EDS) SwiftED3000 e um MEV FEG Tescan Mira's 4th Generation.

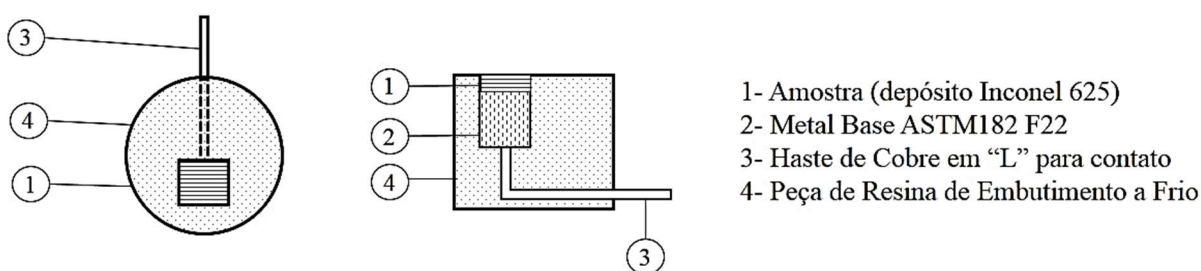
4.6 Ensaios de corrosão

Para obtenção de amostras para os ensaios de corrosão, a superfície dos depósitos foram lixadas com as lixas de grana #220, #320, #400, #600, com o intuito de obter uma superfície plana, removendo o mínimo possível de amostra.

Foram elaborados conjuntos conforme o croqui da Figura 27. Nele pode ser observado a amostra, detalhando o depósito (1), o metal base ASTM A182 F22 (2) e o contato elétrico feito por uma haste de cobre em “L” (3), e esse conjunto embutido em resina à frio (4). A partir do croqui também pode-se observar que a parte da amostra que ficou em contato com a solução foi apenas o depósito.

Como informado, o contato elétrico foi feito por uma haste de cobre em “L” que é embutida junto com a amostra na resina à frio. Com o intuito de verificar a qualidade do contato elétrico foi utilizado um multímetro, medindo a resistência entre a superfície da amostra e o contato de cobre, sendo considerados bons contatos aqueles que apresentaram resistência elétrica abaixo de 1Ω .

Figura 27 - Croqui, vista superior e em corte, do eletrodo de trabalho dos ensaios eletroquímicos.



Fonte: Próprio autor

Para os ensaios de corrosão foi utilizado um conjunto típico de três eletrodos (Figura 28 - a) composto por: béquer alto de 500mL; eletrodo de trabalho (amostras 1P0TT, 1P1TT, 1P3TT, 2P0TT, 2P1TT e 2P3TT), embutidas em resina e conectadas a uma haste de cobre; contra eletrodo (folha de platina com área de 12cm^2); eletrodo de referência com ponte salina-eletrodo de calomelano saturado (ECS, $|\text{Hg}_{(l)}/\text{Hg}_2\text{Cl}_{2(s)}|$ $\text{KCl}_{(\text{sat})}$ 3,0M com $E_{\text{ECS}} = +0,242\text{V}$ vs ENH (Eletrodo Normal de Hidrogênio), à 25°C); suporte de PVC para posicionamento e suporte dos eletrodos e solução aquosa NaCl 3,5% m/v , preparada a partir de reagentes P.A.

Para esses procedimentos foram utilizados uma interface eletroquímica (Figura 28 - b) marca SOLARTRON modelo 1287 A, analisador de resposta em frequência marca SOLARTRON modelo 12587 S e *softwares* Corr_{ware}/Corr_{view} e Z_{plot}/Z_{view}.

Figura 28 - Célula eletroquímica (a) mostrando o eletrodo de referência, contra eletrodo de platina e o eletrodo de trabalho (depósito sobre aço ASTM A182 F22) e interface eletroquímica utilizada no ensaio eletroquímico (b).



(a)



(b)

Fonte: Acervo do autor.

As amostras do estudo foram lixadas imediatamente antes dos ensaios, com lixa grana #800, lavadas e secas, sendo logo em seguida a amostra transferida para o aparato, realizando os seguintes ensaios em sequência, sem remoção da amostra da solução:

- Monitoramento do potencial em circuito aberto, medindo o potencial em circuito aberto em função do tempo. Ao final de 8h foi determinado o potencial de circuito aberto (E_{OCP}).
- Espectroscopia de impedância eletroquímica, medindo a impedância eletroquímica, feita em triplicata para cada amostra, no potencial de circuito aberto com amplitude de sinal de 10mV e frequências variando de 0,01Hz até 100kHz. A partir desses resultados foram obtidos os módulos de impedância à baixa frequência, de cada amostra.
- Ensaios potenciodinâmicos, avaliando a polarização catódica e anódica com baixa velocidade de varredura do potencial (1mVs^{-1}) no intervalo de $E_{ocp} = -0,5\text{ V vs ECS}$ até $E = +2,0\text{ V vs ECS}$, ou até quando ultrapassava uma corrente anódica de 10mA, sendo finalizado automaticamente pelo equipamento, para evitar corrosão acentuada da amostra. Com as curvas potenciodinâmicas foram obtidas a densidade de corrente de corrosão e a densidade de corrente de passivação em 0,5V vs ECS. Somente ao final destes três ensaios a amostra foi lavada em água corrente e seca ao ar, para análise da superfície após ensaio em microscópio eletrônico de varredura.

Todos os ensaios foram feitos em duplicata, realizando mais ensaios somente se houvesse divergência importante dos resultados para uma dada amostra. Antes da realização do segundo ensaio (duplicata) as amostras eram lixadas novamente com a lixa de grana #800 com o intuito de remover qualquer resíduo ou produto de corrosão do ensaio anterior. Afim de não comprometer a medida devido à excesso de espessura retirada pelo lixamento, em cada repetição foram medidas a espessura da baquelite, sabendo assim quanto foi retirado de material em cada repetição. Foram realizadas três medições, com micrometro, na amostra antes de lixá-la e três medições após o lixamento. Com isso foi obtida a média da espessura da amostra antes e depois do lixamento. Esse procedimento foi realizado com todas as amostras, obtendo a média da espessura removida ao lixar a amostra com lixa grana #800 entre os ensaios eletroquímicos.

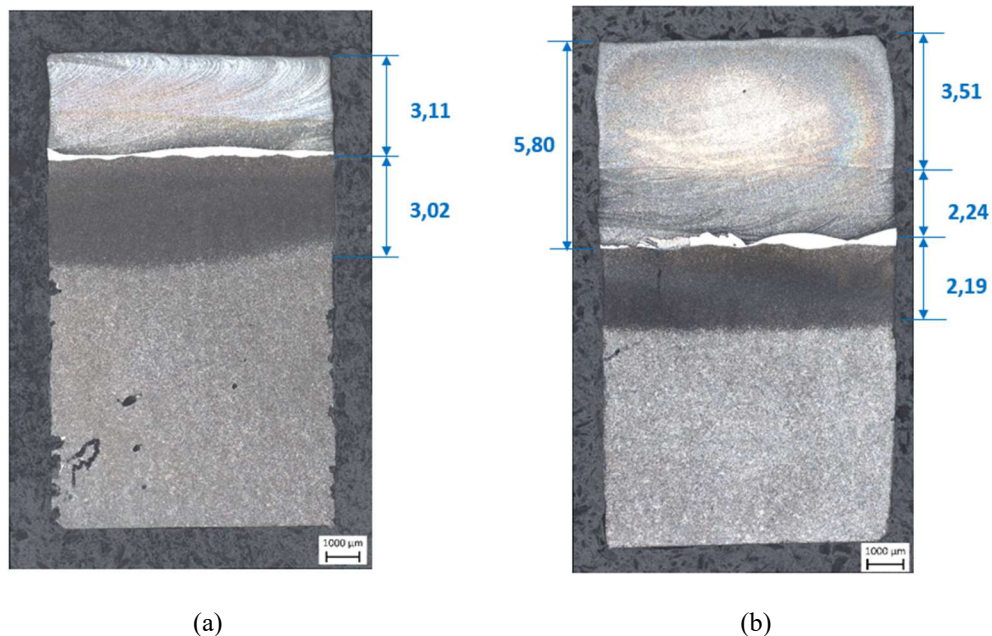
5 RESULTADOS

Neste capítulo são apresentados os dados dos ensaios realizados e breve discussão envolvendo os resultados obtidos.

5.1 Microscopia Ótica (MO)

A Figura 29 (a), apresenta macrografia da amostra 1P0TT. Nela observa-se a espessura de depósito de 3,11mm. Já na Figura 29 (b), apresenta-se a macrografia da amostra 2P0TT, na qual nota-se que a espessura do primeiro passe ficou em torno de 2,24mm, com isso pode-se inferir que houve um desgaste de aproximadamente 0,8mm do depósito do primeiro passe, antes da realização do segundo passe. O depósito do segundo passe foi de 3,51mm, e considerando o conjunto dos dois passes, tem-se uma espessura de depósito de aproximadamente 5,8mm para a amostra de 2P0TT.

Figura 29 -Mosaico de microscopia ótica de seções transversais das amostras 1P0TT e 2P0TT.

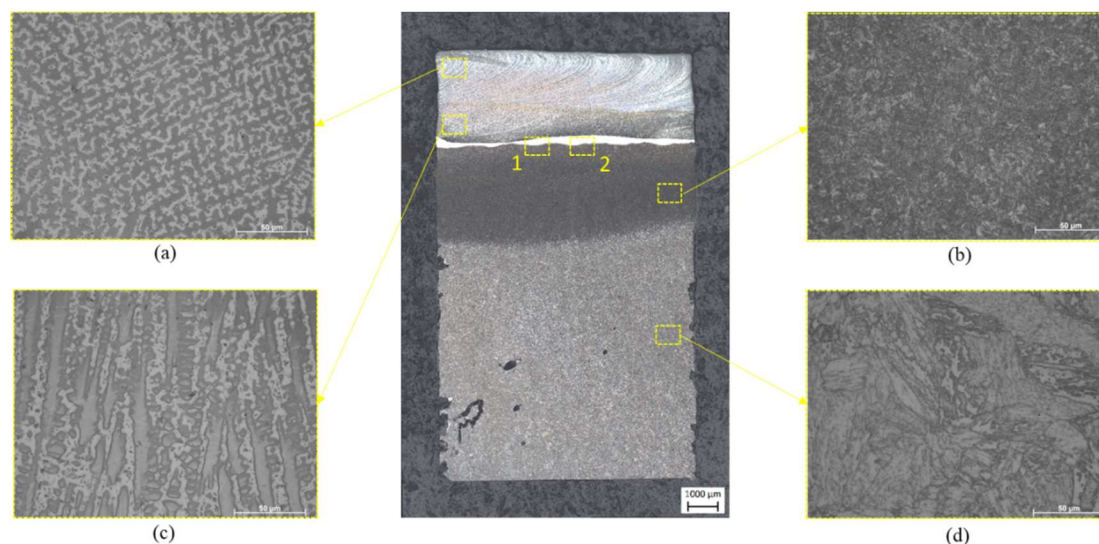


Fonte: Próprio autor

Na Figura 30 são apresentadas micrografias das diferentes regiões da amostra 1P0TT. No depósito (a) é possível observar uma estrutura dendrítica equiaxial, sendo que ao se afastar da superfície e se aproximar da interface com o aço (c) a estrutura se

torna colunar. Entrando na ZAC (b), com espessura aproximada de 3,02mm, a amostra apresenta estrutura bainítica, sendo que ao se afastar da interface com a liga de níquel há um aumento do tamanho de grão (d).

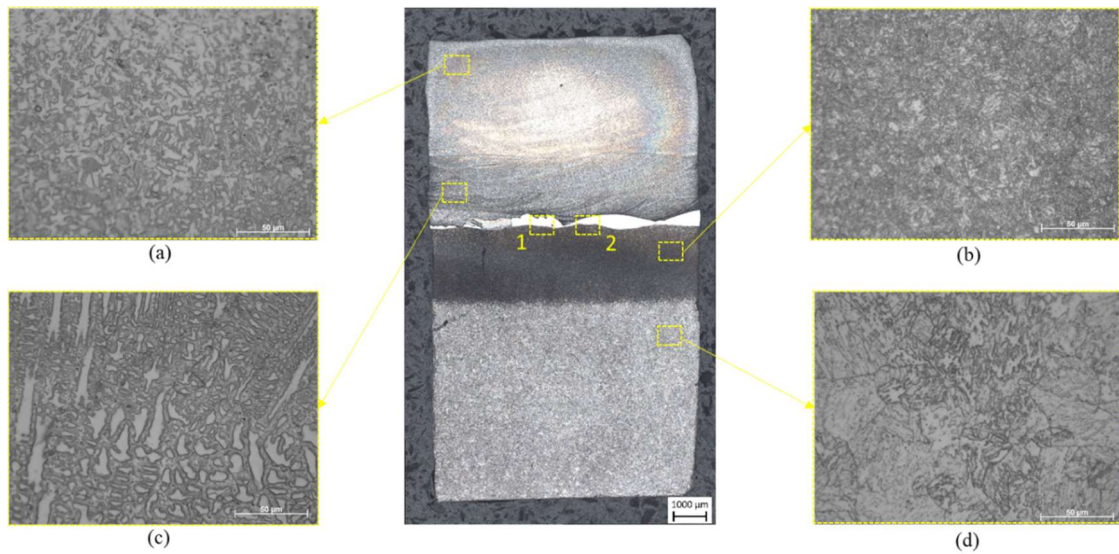
Figura 30 – Micrografias de diferentes regiões da amostra de 1P0TT via microscopia ótica com aumento de 500X.



Fonte: Próprio autor

A amostra com 2P0TT, Figura 31, apresenta-se de forma semelhante à de 1P0TT, na região superior do depósito (a) estrutura dendrítica equiaxial. Ao se afastar da superfície e se aproximar da interface com o aço, a estrutura se apresenta na forma de grãos colunares. Entrando na região da ZAC (b), com espessura aproximada de 2,19mm, a amostra apresenta estrutura bainítica, sendo que ao se afastar da interface com a liga de níquel há um aumento do tamanho de grão (d).

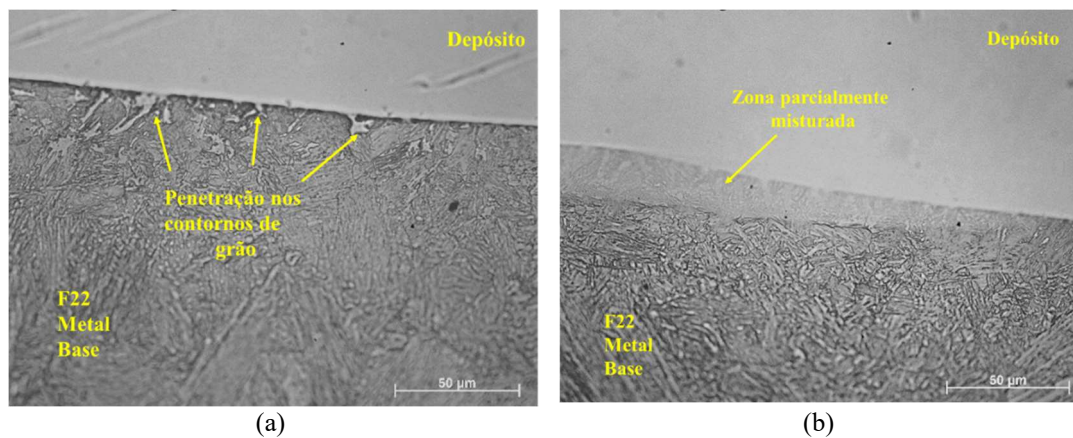
Figura 31 – Micrografias de diferentes regiões da amostra de 2P0TT via microscopia ótica com aumento de 500X.



Fonte: Próprio autor

Na Figura 32 é apresentada uma micrografia ótica da região de interface da amostra 1P0TT, regiões 1 e 2 na Figura 30, onde apenas a região do aço foi atacada com nital 5%*m/v*. Pode-se observar na Figura 32(a) a estrutura bainítica do aço F22 do metal base com penetração no contorno de grão. Em (b), em outra região da interface, observa-se a zona parcialmente misturada devido à fusão dos metais dissimilares durante o processo de soldagem.

Figura 32 - Interface de solda da amostra 1P0TT, MO com aumento de 500X. Região aço atacada, depósito sem ataque.

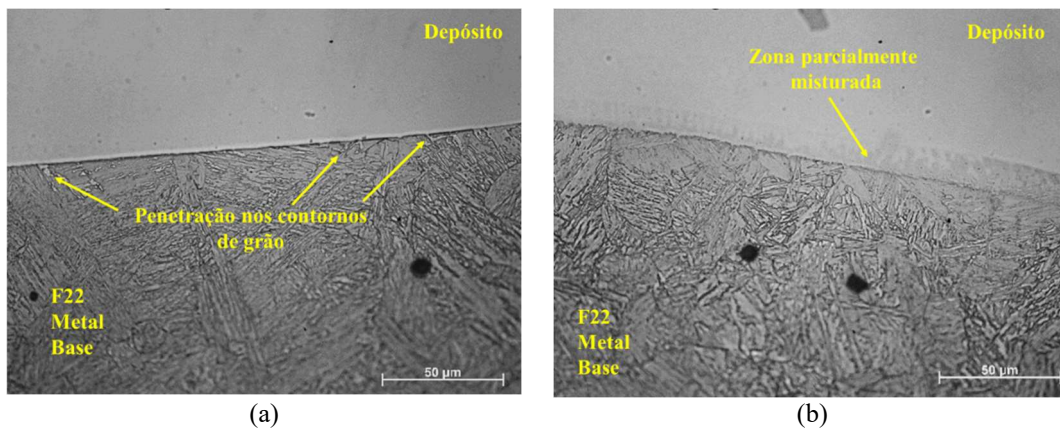


Fonte: Próprio autor

De forma semelhante ao que foi apresentado para a amostra 1P0TT, a Figura 33 apresenta uma micrografia ótica da região de interface da amostra 2P0TT, regiões

1 e 2 na Figura 31, onde apenas o aço foi atacado com nital 5%*m/v*. Pode-se observar na Figura 33 (a) a estrutura bainítica do aço F22 do metal base com penetração no contorno de grão. Em (b), em outra região da interface, observa-se a zona parcialmente misturada devido à fusão dos metais dissimilares durante o processo de soldagem.

Figura 33 - Interface de solda da amostra 2P0TT, MO com aumento de 500X. Região aço atacada, depósito sem ataque.

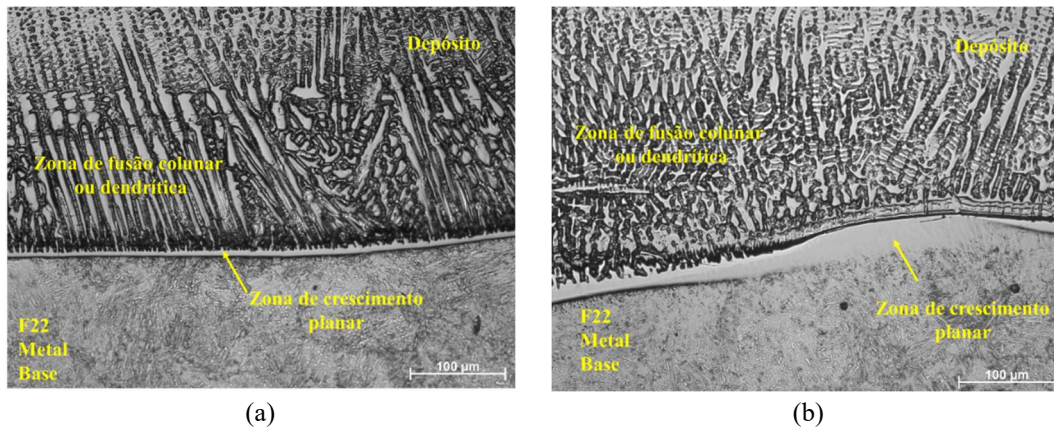


Fonte: Próprio autor

Na Figura 34 é possível observar a micrografia de duas regiões da interface da solda para a amostra 1P0TT, com ambas as regiões atacadas, F22 com nital 5%*m/v* e depósito com ataque eletroquímico com ácido oxálico 10%*m/v* e 5V. Na região do depósito observa-se estrutura dendrítica colunar, sendo que na interface é possível observar a região de crescimento planar, também chamada de “zona sem características” por (BEAUGRAND; SMITH; GITTOS, 2009; ALEXANDROV *et al.*, 2012).

Fenske *et al.* (2010) caracterizam essa área como zona de transição, onde a composição varia (particularmente em teor de Ni, Fe e Cr) continuamente até atingir a composição aproximada do depósito. A largura da zona de crescimento planar é uma função das condições de solidificação, portanto varia em diferentes regiões da interface como pode ser visto em (a) e (b).

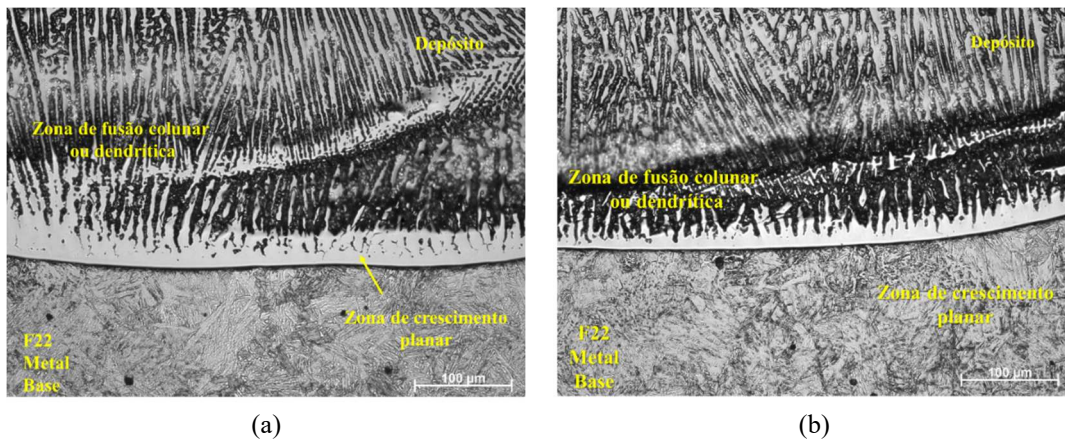
Figura 34 - Interface de solda da amostra 1P0TT, MO.



Fonte: Próprio autor

Resultados semelhantes foram obtidos para o caso da amostra 2P0TT, Figura 35, que mostra micrografias de duas regiões da interface da solda com ambas as regiões atacadas, F22 com nital 5%*m/v* e depósito com ataque eletroquímico com ácido oxálico 10%*m/v* e 5V. Na região do depósito observa-se estrutura dendrítica colunar, sendo que na interface é possível observar a região de crescimento planar. Para aço F22 observa-se uma estrutura bainítica na região da zona afetada pelo calor.

Figura 35 -Interface de solda amostra 2P0TT, MO com aumento de 200X.



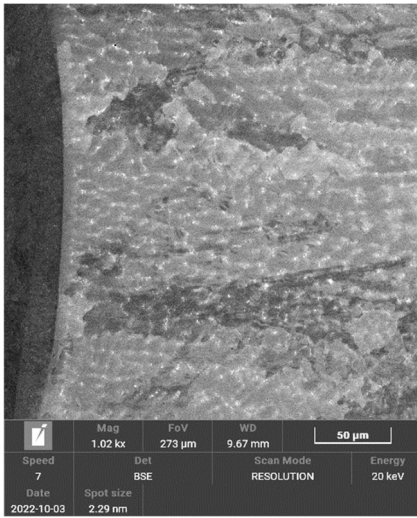
Fonte: Próprio autor

5.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

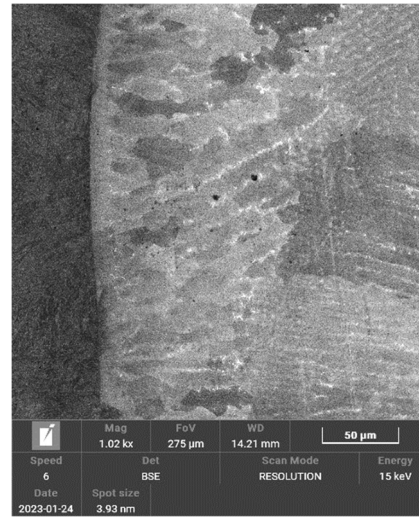
5.2.1 Imagens obtidas com elétrons Retro Espalhados (MEV-BSE)

A Figura 36 apresenta micrografias obtidas por MEV no modo de elétron retro espalhados (BSE) da região do depósito da amostra 1P0TT, (a) Interface, (c) centro do depósito e (e) topo do depósito e para da amostra 2P0TT (b) Interface, (d) centro do depósito e (f) topo do depósito.

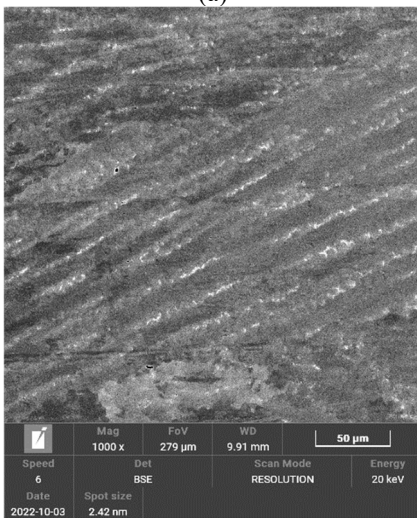
Figura 36 - Microscopia eletrônica de varredura (MEV/BSE) das amostras 1P0TT, (a) interface, (c) centro do depósito e (e) topo do depósito e para a amostra 2P0TT (b) interface, (d) centro do depósito e (f) topo do depósito.



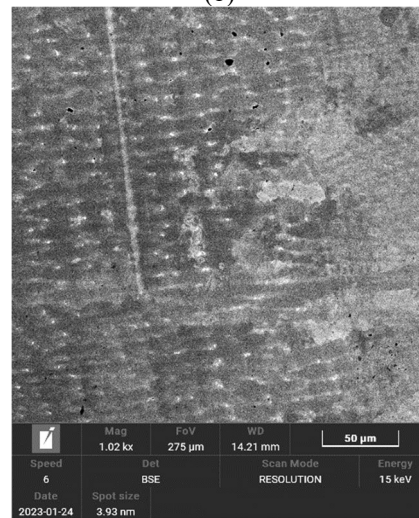
(a)



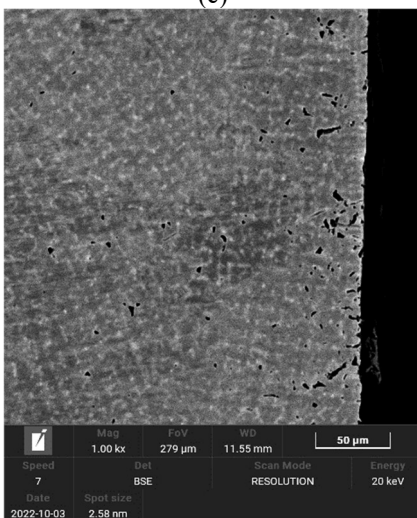
(b)



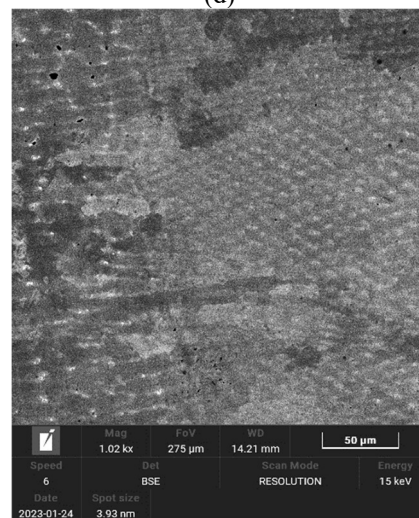
(c)



(d)



(e)

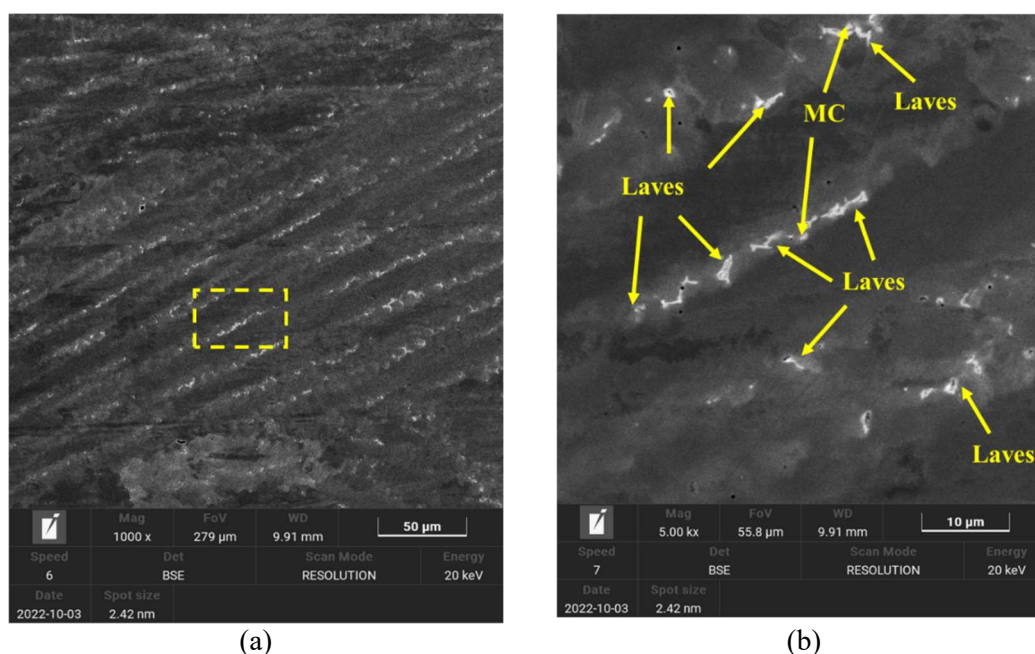


(f)

Fonte: Próprio autor

A Figura 37 apresenta micrografias obtidas por MEV no modo de elétron retro espalhados (BSE) da região do depósito da amostra 1P0TT. Nota-se uma segregação de elementos mais pesados para as regiões interdendríticas, onde são encontrados precipitados de fases/constituintes secundários. Acredita-se que essas fases secundárias sejam MC e Laves assim como observado por Lourenço *et al.* (2021) e Fenske *et al.* (2012). Segundo He *et al.* (2022) a fase laves mostra uma morfologia irregular enquanto os carbonetos MC são provavelmente em forma esférica regular o que pode ser observado na Figura 36 (b).

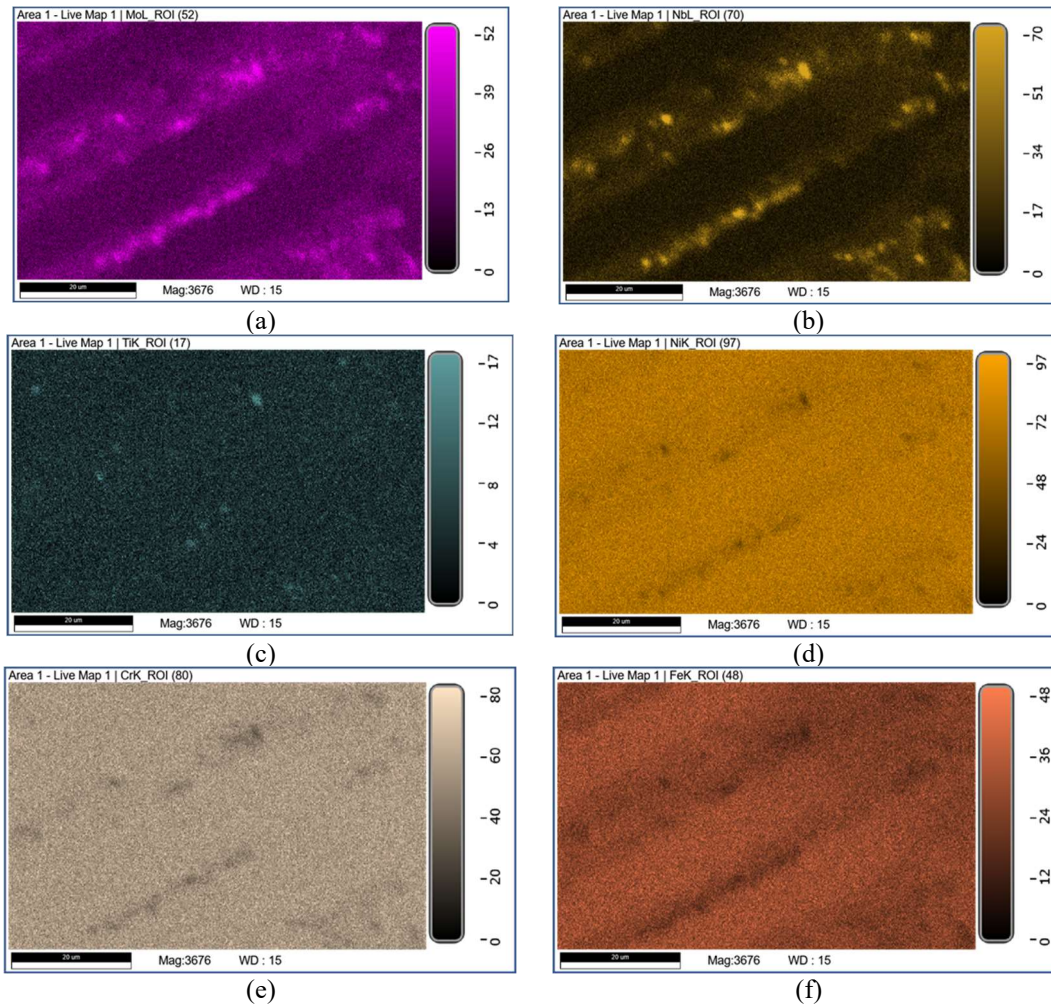
Figura 37 -Microscopia eletrônica de varredura (MEV/BSE) da região central do depósito da amostra 1P0TT com aumento de (a) 1000X e (b) 5000X.



Fonte: Próprio autor

Silva *et al.*, 2013 relatam sobre duas morfologias para a fase Laves, uma na forma de bastonetes que é normalmente enriquecida com Nb e uma outra na forma eutética lamelar, γ -Ni e fase Laves Fe_2X enriquecida por Nb e Mo. A Figura 38 mostra o mapeamento (EDS) da distribuição dos elementos Mo, Nb, Ti, Ni, Cr e Fe para a região mostrada na Figura 37 (b). Observa-se que as regiões com maiores teores de Mo e Nb das fases/constituintes secundárias são as regiões onde a fase Laves está presente.

Figura 38 - Mapeamento da distribuição dos elementos via EDS para a região da Figura 37(b).



Fonte: Próprio autor

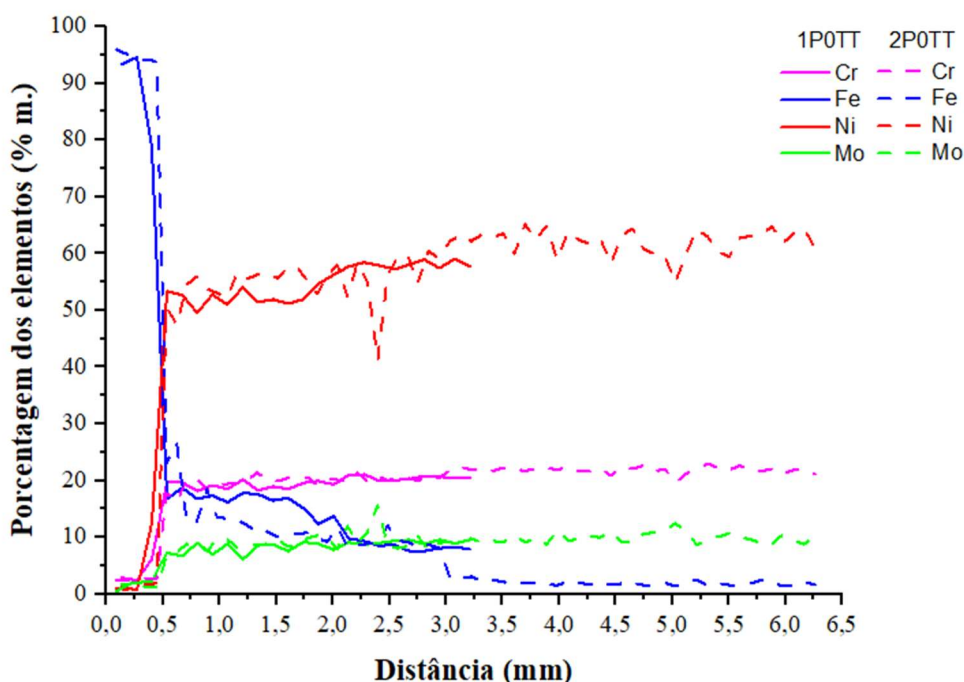
5.2.2 Espectroscopia por energia dispersiva (MEV-EDS)

A seguir são apresentados os gráficos de porcentagem de cada elemento, obtido via EDS, em função da distância a partir da interface aço/depósito. Foi possível verificar que na amostra 1P0TT há aproximadamente 10%*m.* de ferro na superfície do depósito enquanto na amostra 2P0TT entre 2%*m.* e 3%*m.* Fe. Os teores de Ni, Cr e Mo, a partir do aço aumentam na interface, como esperado, e se mantêm estáveis em aproximadamente 60%*m.*, 20%*m.* e 10%*m.*, respectivamente, ao longo do depósito.

Nas Figuras 39, 40 e 41 pode-se observar a variação da porcentagem dos elementos, a partir da interface aço/depósito, na direção da superfície do depósito, para as amostras com 1 e 2 passes de soldagem sem tratamento térmico e também para aquelas que sofreram 1 e 3 ciclos de tratamento térmico, respectivamente. Observa-se

que os tratamentos térmicos aplicados não alteram de maneira importante a distribuição dos elementos ao longo do depósito. Nota-se que numa distância de 3mm a partir da interface aço/depósito o teor de Fe é próximo de 10%_m., tanto na amostra de 1 passe como na de 2 passes de solda.

Figura 39 - Gráfico da composição química em função da distância da interface aço/depósito para as amostras 1P0TT e 2P0TT.

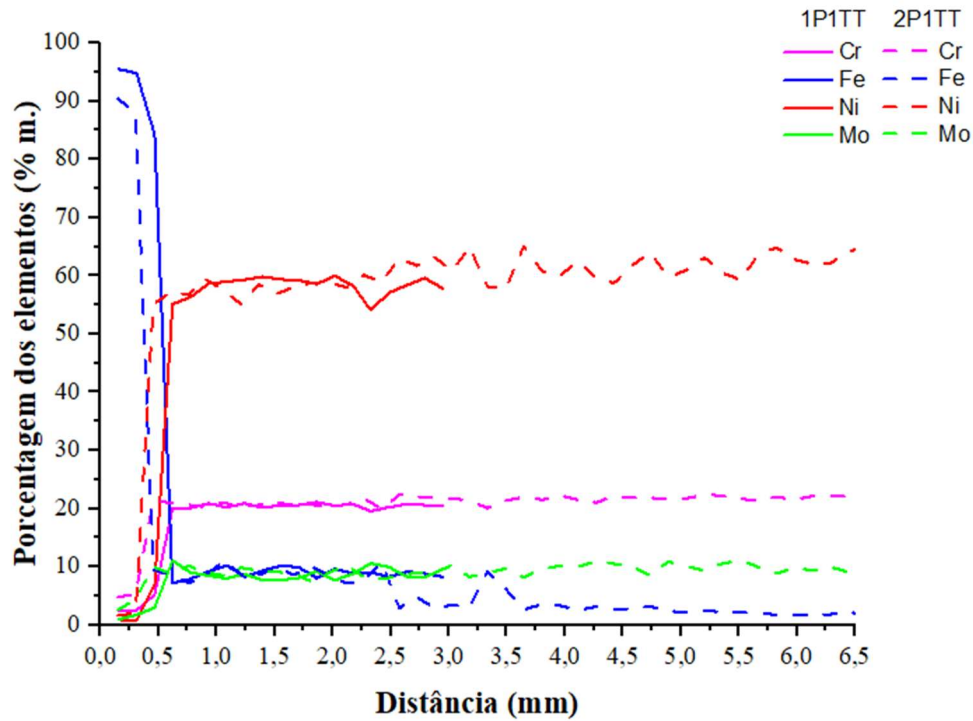


Fonte: Próprio autor

Observa-se também que na amostra de 1 passe sem TT (Figura 42) o teor de ferro decai rapidamente para 20%_m e depois diminui gradativamente até 10%_m, por volta dos 2mm, se mantendo então constante nessa porcentagem. Após a realização do tratamento térmico, os teores de ferro se mantêm constantes desde 1 mm aproximadamente, ocorrendo uma diluição do ferro na amostra.

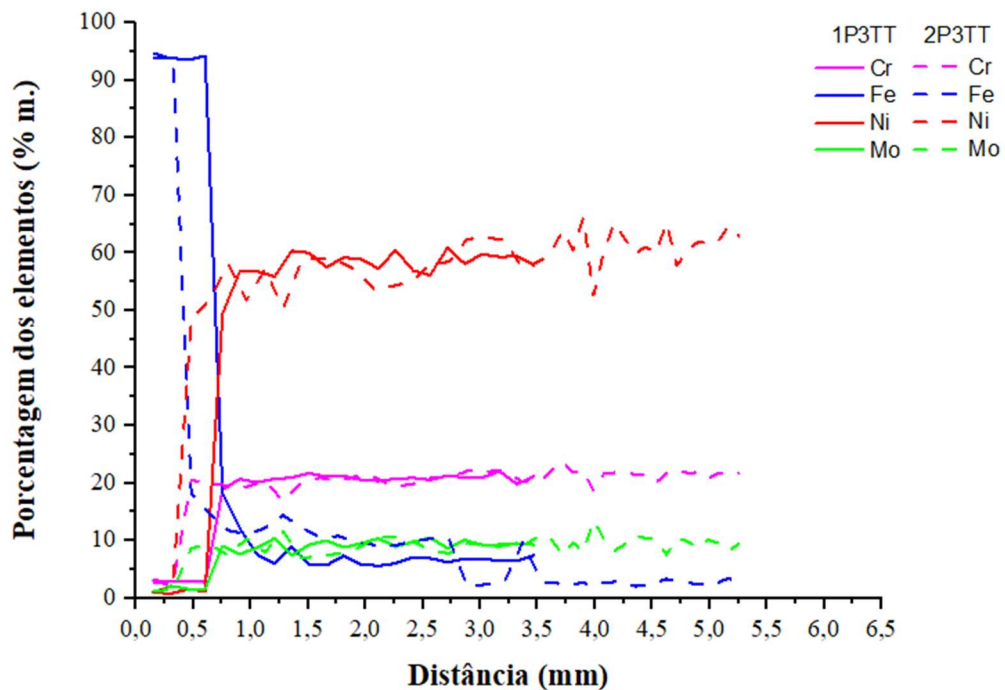
Nas amostras com 2 passes (Figura 43), o teor de ferro cai para aproximadamente 20%_m e depois diminui gradativamente até aproximadamente 3%_m da interface metal/depósito, por volta dos 3mm, e depois se mantém constante. Não foi observada uma homogeneização química, como ocorreu na amostra com 1 passe após o tratamento térmico.

Figura 40 - Gráfico da composição química em função da distância da interface aço/depósito para as amostras 1P1TT e 2P1TT.



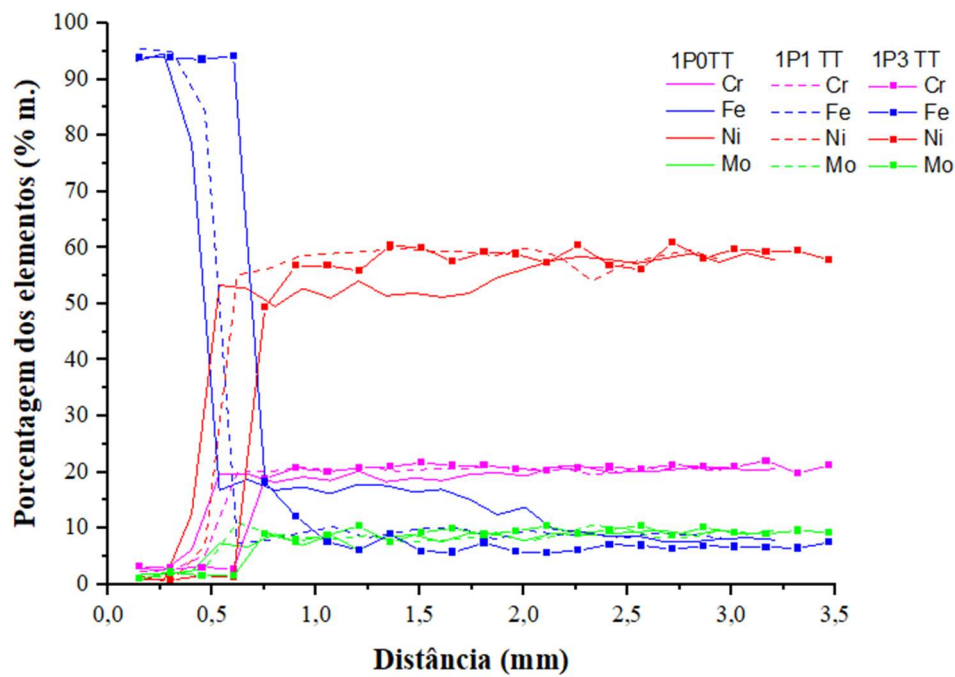
Fonte: Próprio autor

Figura 41 - Gráfico da composição química em função da distância da interface aço/depósito para as amostras 1P3TT e 2P3TT.



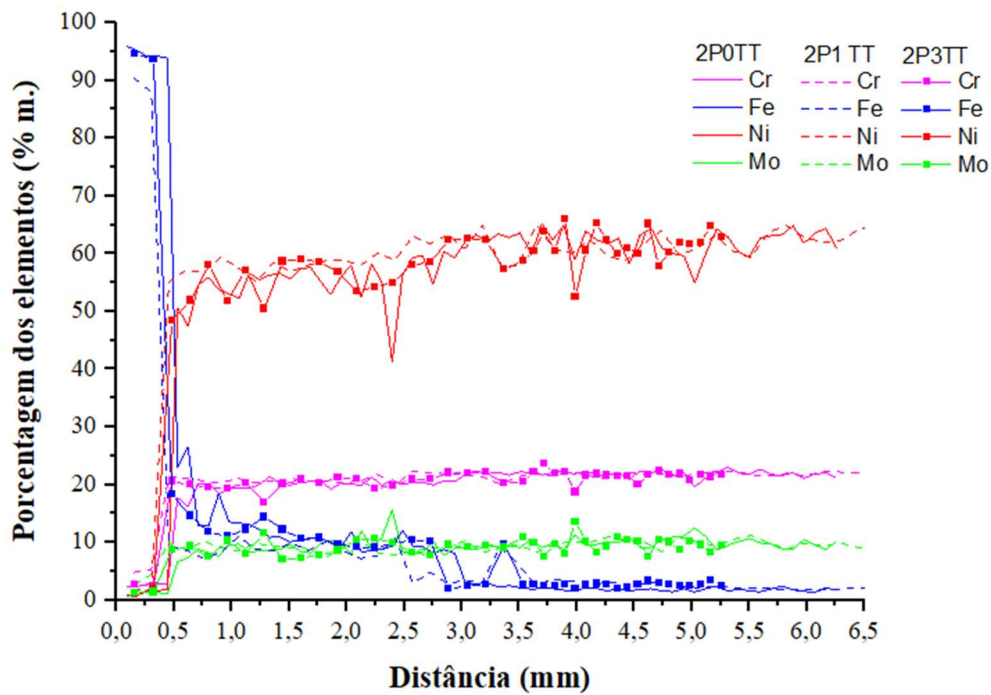
Fonte: Próprio autor

Figura 42 - Gráfico da composição química em função da distância da interface aço/depósito para as amostras 1P0TT, 1P1TT e 1P3TT.



Fonte: Próprio autor

Figura 43 - Gráfico da composição química em função da distância da interface aço/depósito para as amostras 2P0TT, 2P1TT e 2P3TT.



Fonte: Próprio autor

5.3 Ensaios eletroquímicos

Os resultados dos ensaios eletroquímicos para os depósitos de 1 passe e 2 passes, sem tratamento e com 1 e 3 ciclos de tratamentos térmico estão apresentados e discutidos a seguir. Na Tabela 10 são apresentados os valores de pH observados antes e após os ensaios e a temperatura dos ensaios. Esse acompanhamento teve como intuito observar possíveis variações nesses parâmetros, podendo impactar os resultados dos ensaios. Entretanto, observou-se que os valores de temperatura e pH são bem próximos para todos os ensaios.

Tabela 10 - Valores de pH e temperatura dos ensaios eletroquímicos.

	Ensaio			Duplicata		
	pH inicial	pH final	T (°C)	pH inicial	pH final	T(°C)
1P0TT	5,55	5,7	19	5,26	5,26	20-22
1P1TT	5,38	5,43	22-23	5,24	5,5	19
1P3TT	5,24	5,31	19	5,3	5,43	17-20
2P0TT	5,6	5,61	23	5,33	5,45	21
2P1TT	5,3	5,4	23	5,59	5,63	18,5
2P3TT	5,28	5,37	18-19	5,35	5,54	21

Fonte: Próprio autor

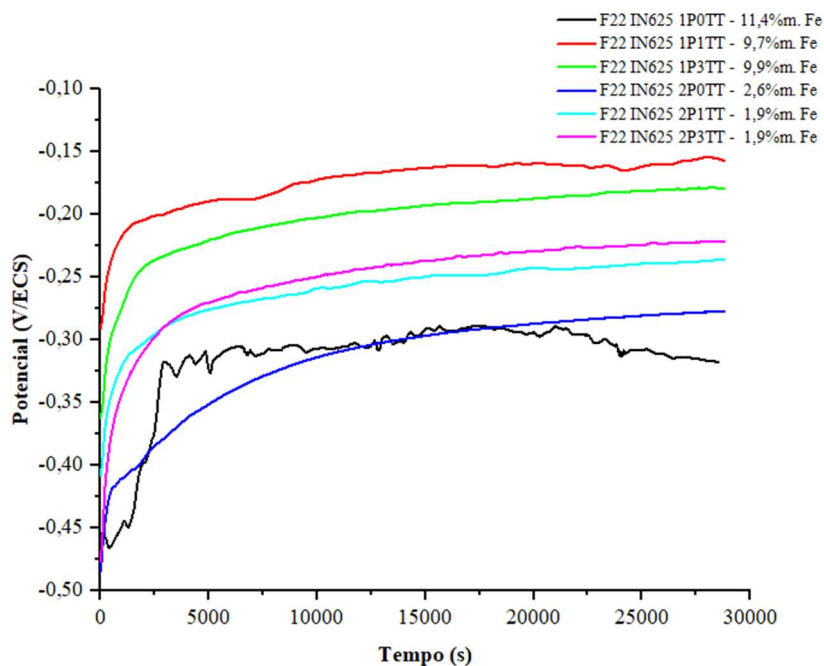
Na Figura 44 são apresentados dados do potencial de circuito aberto em função do tempo durante um período de 8h, para as diversas amostras, com temperatura de ensaios entre 19°C a 23°C, e pH na faixa de 5,2-5,6. Foi observado que as amostras apresentaram potenciais que evoluíram para valores mais positivos com o passar do tempo, indicando formação e crescimento de óxido protetivo, tendendo a se estabilizar em um potencial de equilíbrio entre -0,20 e -0,40V/ECS.

As ligas de Inconel 625® são compostas de uma camada externa de Ni(OH)₂ e uma camada interna de Cr₂O₃. Os potenciais observados estão dentro da região de estabilidade do diagrama de Pourbaix Ni-H₂O e Cr-H₂O, para o óxido Ni(OH)₂. Possivelmente, ocorre então o crescimento desses óxidos/hidróxidos na superfície da amostra (LOURENÇO *et al.*, 2021).

A amostra 1P0TT apresentou algumas oscilações no potencial de circuito aberto; acredita-se que esse comportamento ocorreu devido a efeito de borda durante o ensaio, ou ao fato da amostra em questão não ter sido tratada termicamente, podendo

apresentar acúmulo de tensão residual, o que tende a diminuir a estabilidade do óxido protetivo, levando à diminuição da resistência à corrosão do material.

Figura 44 - Potencial em circuito aberto versus tempo em solução de NaCl 3,5 % m/v dos depósitos associados às amostras com 1 e 2 passes, sem tratamento térmico e com 1 e 3 ciclos de tratamento térmico.



Fonte: Próprio autor

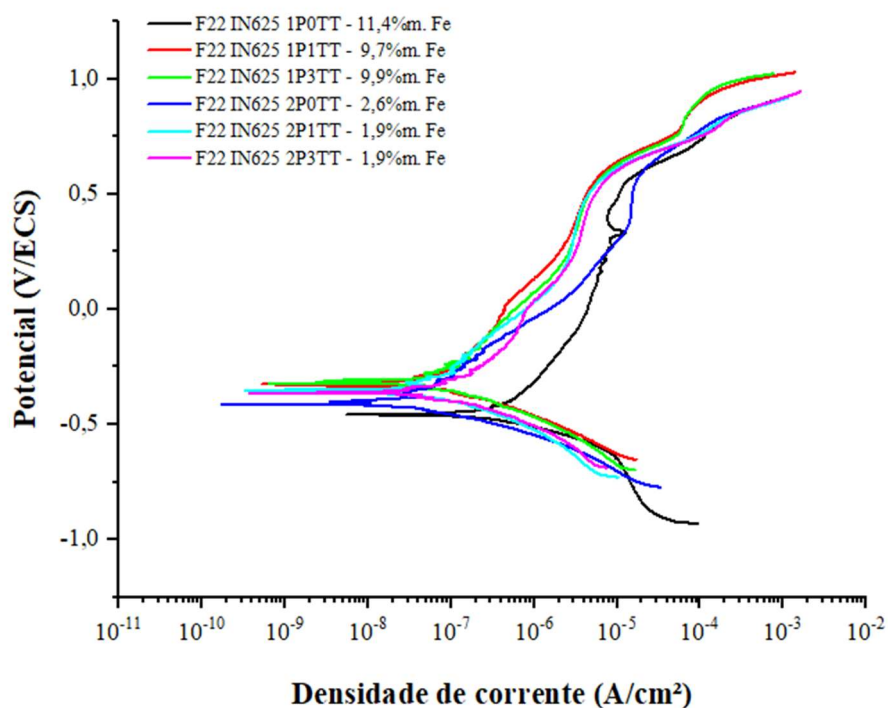
A amostra 1P1TT apresentou maior valor de potencial após 8h, o que indica maior nobreza em relação às outras amostras estudadas. A amostra com o potencial mais baixo é a amostra 1P0TT indicando que esta amostra exibe menor nobreza entre as amostras estudadas. Através do que foi observado pode-se sugerir a seguinte ordem, da amostra mais nobre para a menos nobre: 1P1TT → 1P3TT → 2P3TT → 2P1TT → 2P0TT → 1P0TT. Portanto, as amostras de 1 passe de solda, que possuem em média 10% m. Fe na superfície e sofreram tratamento térmico, apresentaram maior nobreza em comparação com as amostras de 2 passes de solda, que possuem em média 2% m. Fe na sua superfície.

Na Figura 45 são apresentadas as curvas de polarização potenciodinâmica obtidas para as amostras de 1 e 2 passes de solda com diferentes tratamentos térmicos. Todos os resultados conduziram a valores próximos de densidade de corrente, todas da ordem de 10^{-6}A.cm^{-2} .

A partir da extrapolação da curva catódica de cada amostra, obteve-se os valores da densidade de corrente de corrosão, j_{corr} , das amostras, apresentados na Tabela 11. Assim, tornou-se possível sugerir a seguinte ordem de densidade de corrente de corrosão para as amostras, da menor para a maior, que é um indicativo da velocidade de corrosão: 1P1TT \rightarrow 2P3TT \rightarrow 2P1TT \rightarrow 2P0TT \rightarrow 1P3TT \rightarrow 1P0TT. Pode-se verificar que a amostra de 1 passe e 1 ciclo de tratamento térmico, que possui aproximadamente 10% m. Fe na sua superfície apresenta menor densidade de corrente de corrosão que aquela da amostra com 2 passes e 1 ciclo de tratamento térmico, que possui aproximadamente 2% m. Fe na sua superfície.

A partir das curvas potenciodinâmicas também é possível determinar valores de densidade de corrente da região anódica da curva de polarização potenciodinâmica, na região de pseudo-passivação, escolhido como valor 0,5Vvs ECS, valores estes apresentados na Tabela 11. Tal valor é uma medida da estabilidade da camada de óxido protetivo na superfície da amostra, sendo valores menores de densidade de corrente de passivação indício de uma camada protetiva mais estável. Para a densidade de corrente de passivação pode-se sugerir a seguinte ordem do maior para o menor valor: 2P0TT \rightarrow 1P0TT \rightarrow 2P3TT \rightarrow 1P3TT \rightarrow 2P1TT \rightarrow 1P1TT.

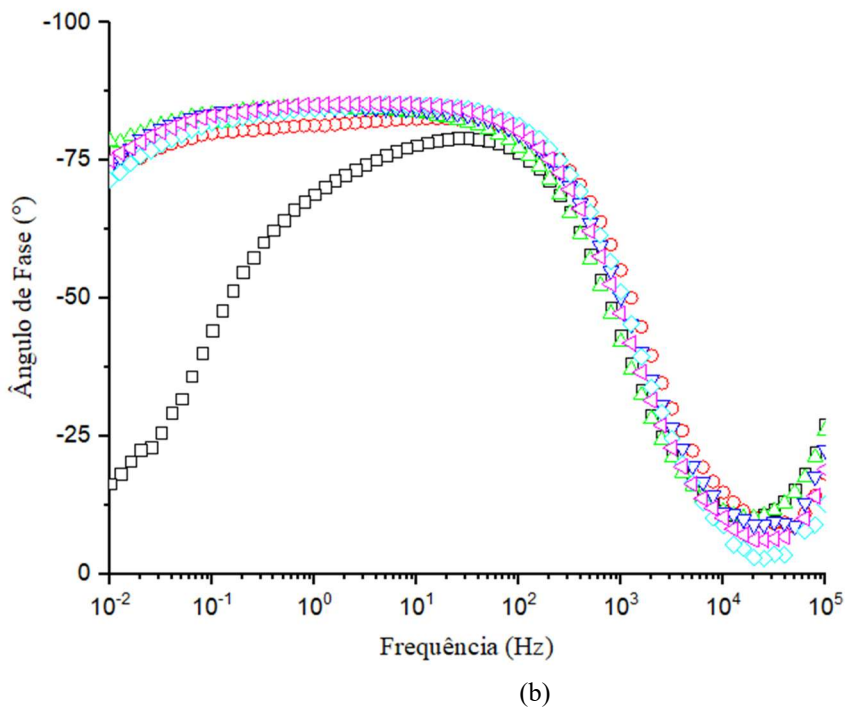
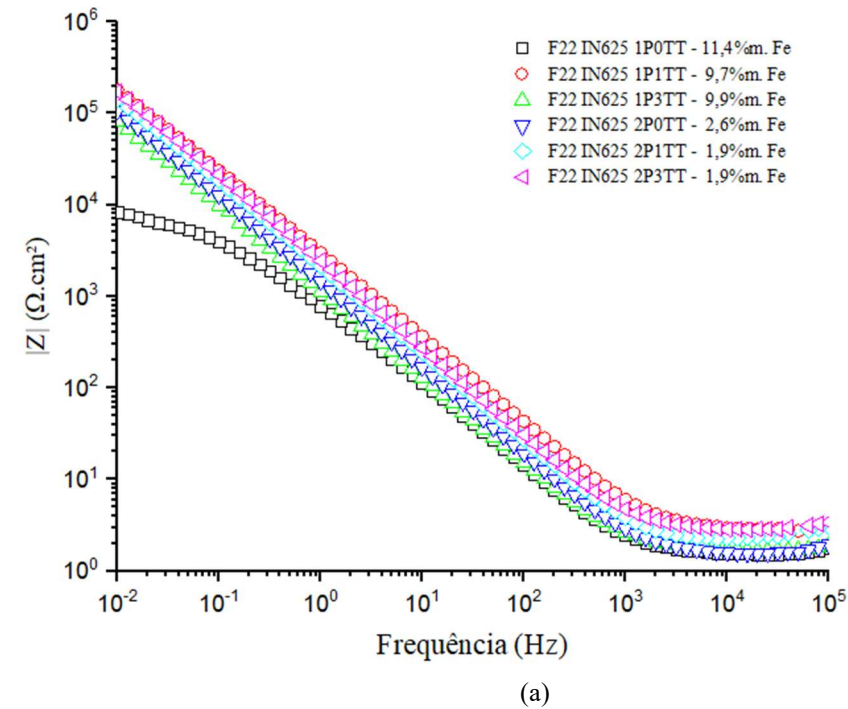
Figura 45 - Curvas potenciodinâmicas obtidas em solução de NaCl 3,5 %m/v. para os depósitos das amostras 1P0TT, 1P1TT, 1P3TT, 2P0TT, 2P1TT e 2P3TT.



Fonte: Próprio autor

A Figura 46 apresenta o diagrama de Bode para as diferentes amostras. Observa-se que as amostras, 1P1TT, 2P3TT, 2P1TT, 2P0TT, 1P3TT apresentam os valores mais elevados de módulo de impedância total em frequências mais baixas mais elevados, diminuindo na ordem que são apresentadas até o menor valor para a amostra de 1P0TT. Com o diagrama ângulo de fase (Figura 46b) é possível observar comportamentos similares para as amostras, apresentando o máximo em frequências próximas à 10^2 Hz mantendo-se estáveis até 10^{-1} Hz. Sendo que a única amostra que difere das demais é a de 1P0TT, apresentando valor máximo de ângulo de fase em frequências próximas a 10^2 Hz, com queda até a frequência de 10^{-2} Hz.

Figura 46 - EIS em solução de NaCl 3,5 %m/v para as amostras com depósitos 1P0TT, 1P1TT, 1P3TT, 2P0TT, 2P1TT, 2P3TT. (a) Diagrama de Bode e (b) Diagrama de fase.



Fonte: Próprio autor

Analisando os valores de módulo de impedância, apresentados na Tabela 11, verifica-se que eles se encontram de acordo com os dados de polarização potenciodinâmica, onde valores maiores de módulo de impedância à baixa frequência se correlacionam com os valores de densidade de corrente de corrosão mais baixos.

Na Tabela 11 encontram-se os valores de potencial de equilíbrio após oito horas, potencial de corrosão, densidade de corrente de corrosão, densidade de corrente de passivação à 0,5V/ECS e módulo de impedância das amostras após os ensaios. A partir desses valores pode-se discutir sobre a nobreza, velocidade de corrosão e resistência à corrosão dos depósitos.

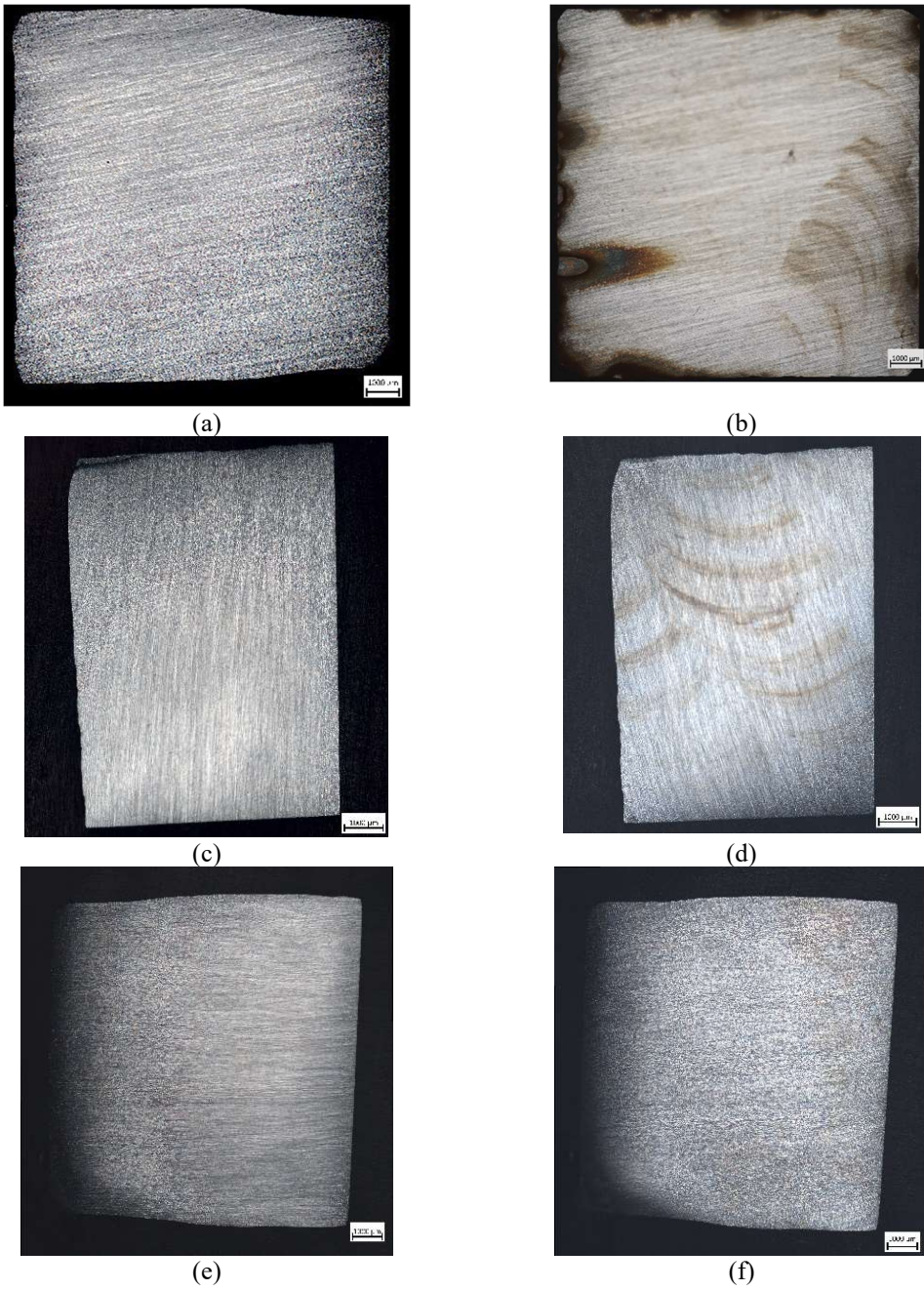
Tabela 11 - Valores de potencial de corrosão, densidade de corrente de corrosão, densidade de corrente de passivação a 0,1V e módulo de impedância a baixa frequência (0,01 Hz) para os depósitos das amostras 1P0TT, 1P1TT, 1P3TT, 2P0TT, 2P1TT, 2P3TT.

Amostra	Potencial de equilíbrio após 8h E_{OCP} [mV/ECS]	Potencial de corrosão E_{corr} [mV/ECS]	Densidade de corrente de corrosão j_{corr} [$\mu A/cm^2$]	Densidade de corrente de passivação a 0,5V/ECS j_{pass} [$\mu A/cm^2$]	Módulo de Impedância $ Z $ [$k\Omega.cm^2$]
1P0TT	-318,07	-457,29	0,206	10,58	8,26
1P1TT	-156,97	-319,92	0,027	4,31	178,41
1P3TT	-178,86	-319,92	0,059	4,63	82,82
2P0TT	-277,24	-414,15	0,028	15,36	105,13
2P1TT	-235,71	-352,93	0,028	4,60	141,45
2P3TT	-221,31	-364,13	0,027	5,47	173,67

Fonte: Próprio autor

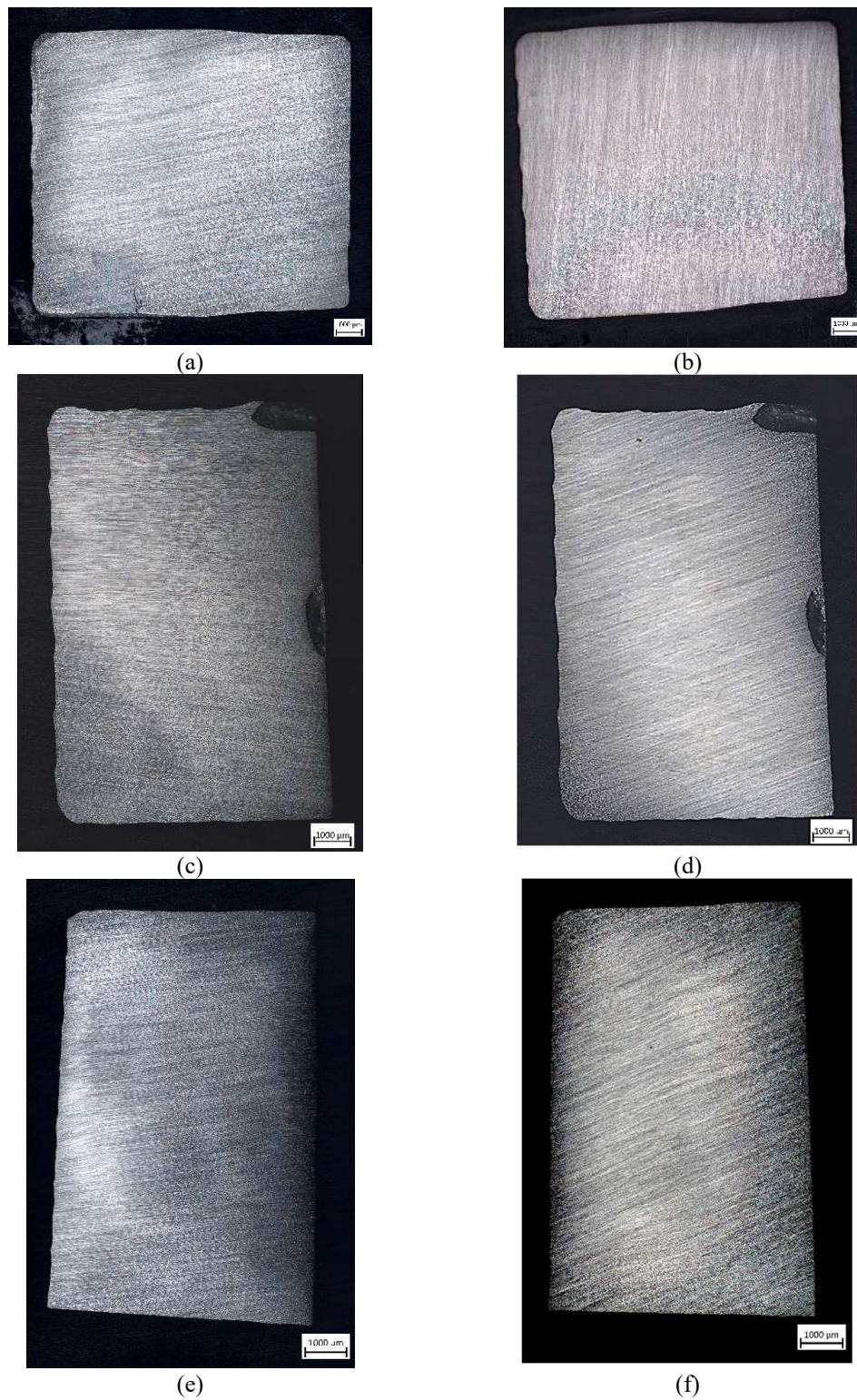
A Figura 47 apresenta macrografias da superfície total exposta das amostras (a) 1P0TT, (c) 1P1TT, (e) 1P3TT, antes dos ensaios eletroquímicos e (b) 1P0TT, (d) 1P1TT, (f) 1P3TT, após os ensaios. A Figura 48 apresenta macrografias da superfície total exposta das amostras (a) 2P0TT, (c) 2P1TT, (e) 2P3TT, antes dos ensaios eletroquímicos e (b) 2P0TT, (d) 2P1TT, (f) 2P3TT, após os ensaios. Nada digno de nota observa-se nestas imagens quando comparamos as amostras antes e após os ensaios eletroquímicos.

Figura 47 - Macrografias das amostras (a) 1P0TT, (c) 1P1TT, (e) 1P3TT, antes dos ensaios eletroquímicos e (b) 1P0TT, (d) 1P1TT, (f) 1P3TT, após os ensaios, via MO por mosaico.



Fonte: Próprio autor

Figura 48 - Macrografias das amostras (a) 2P0TT, (c) 2P1TT, (e) 2P3TT, antes dos ensaios eletroquímicos e (b) 2P0TT, (d) 2P1TT, (f) 2P3TT, após os ensaios, via MO por mosaico.

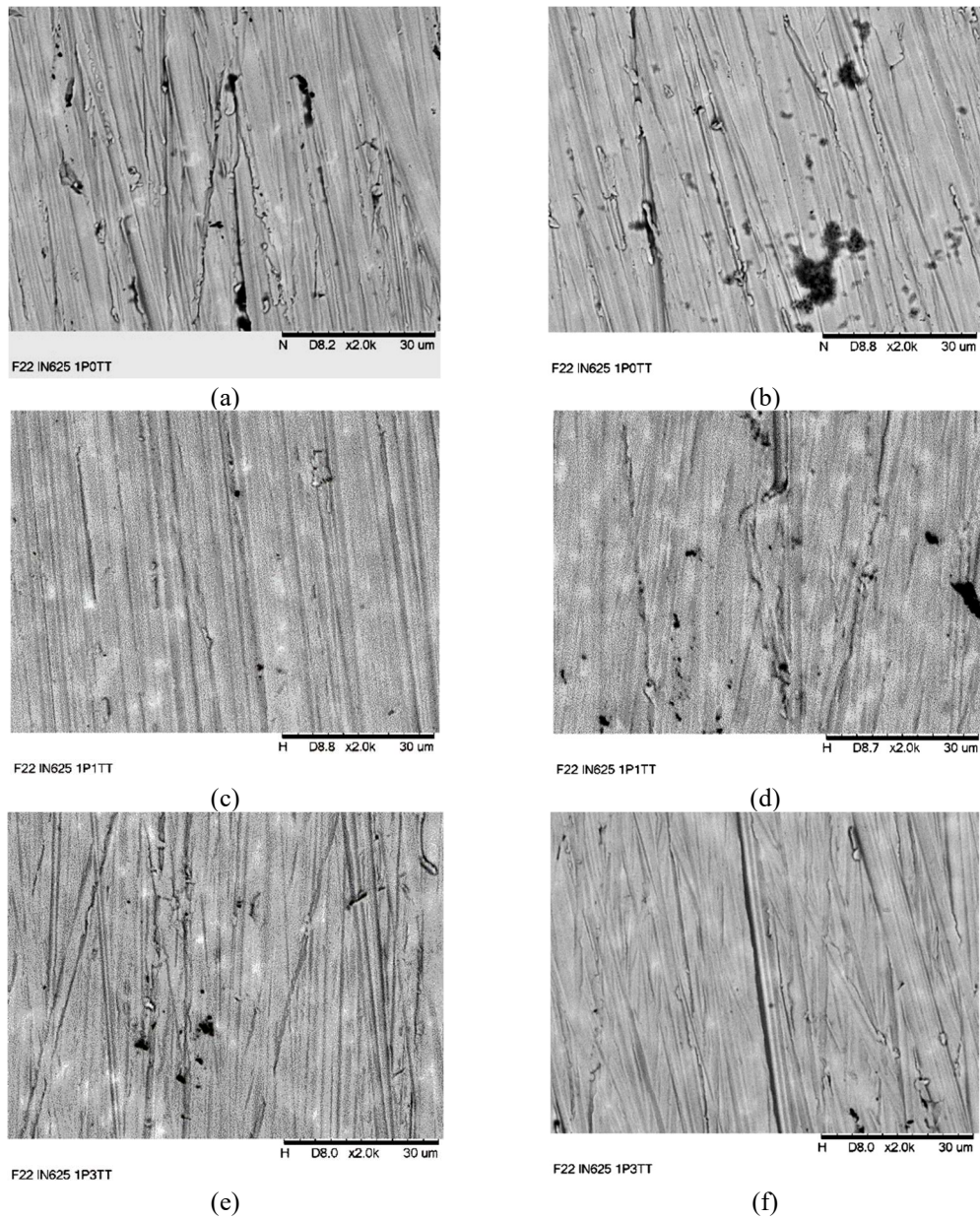


Fonte: Próprio autor

As imagens de MEV, Figura 49 e 50, referem-se às amostras após polarização, a uma densidade de corrente de $0,001\text{A}/\text{cm}^2$. A Figura 49 mostra imagens das amostras

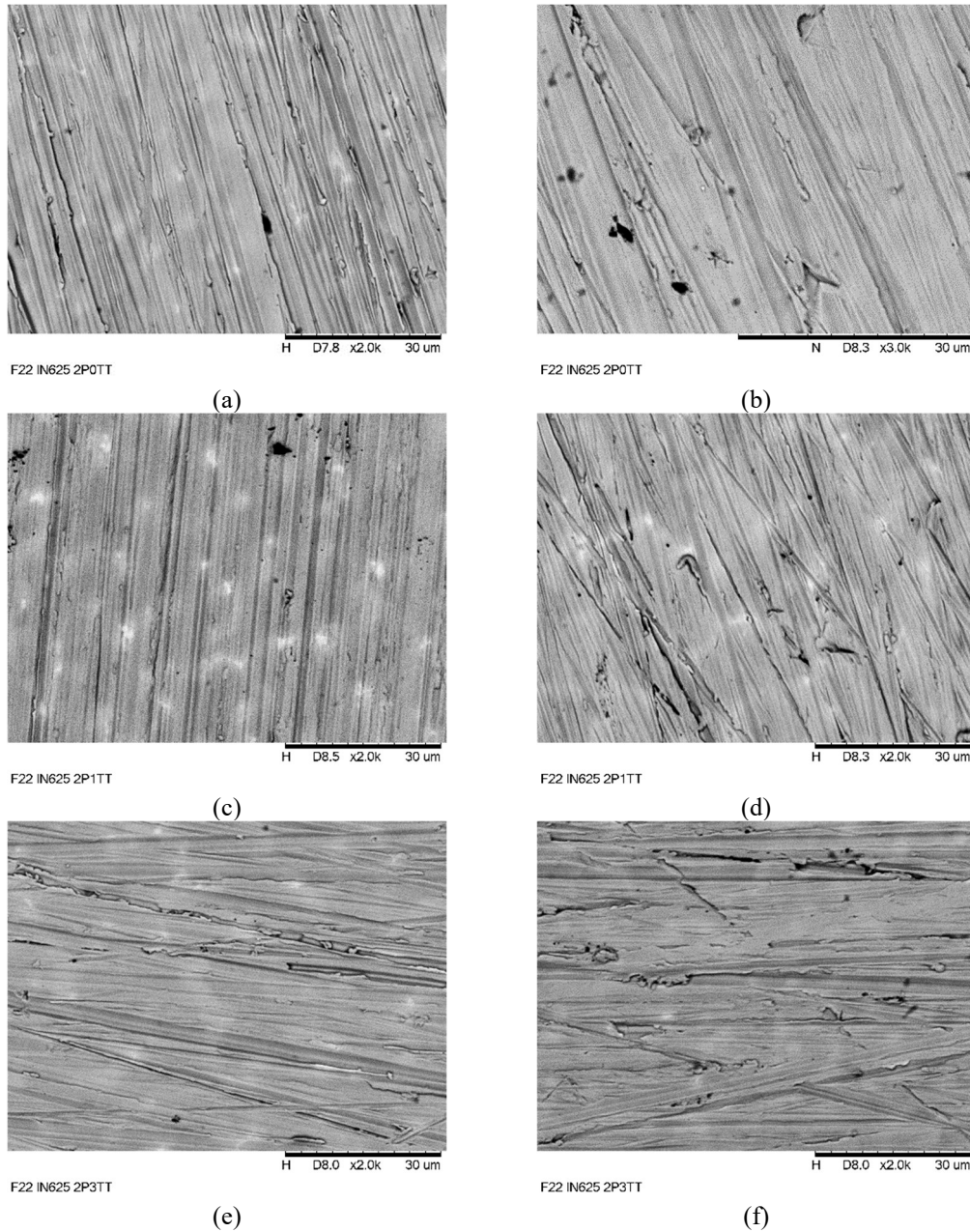
(a) 1P0TT, (c) 1P1TT, (e) 1P3TT, antes dos ensaios eletroquímicos e (b) 1P0TT, (d) 1P1TT, (f) 1P3TT, após os ensaios e a Figura 50 das amostras (a) 2P0TT, (c) 2P1TT, (e) 2P3TT, antes dos ensaios eletroquímicos e (b) 2P0TT, (d) 2P1TT, (f) 2P3TT após os ensaios. Podem ser observados os riscos de lixamento em todas as amostras. As regiões de coloração mais clara devem se tratar das fases Laves e/ou MC, conforme literatura (LOURENÇO *et al.*, 2021 e HE, 2022). Não é possível verificar com base nestes dados se houve modificação das superfícies iniciais associada à polarização das amostras, por exemplo, corrosão localizada (pit). Parece não haver ataque localizado nas regiões mais claras correspondentes a Laves/MC.

Figura 49 - Micrografias das amostras (a) 1P0TT, (c) 1P1TT, (e) 1P3TT, antes dos ensaios eletroquímicos e (b) 1P0TT, (d) 1P1TT, (f) 1P3TT, após os ensaios, via MEV com aumento de 2000X.



Fonte: Próprio autor

Figura 50 - Micrografias das amostras (a) 2P0TT, (c) 2P1TT, (e) 2P3TT antes dos ensaios eletroquímicos e (b) 2P0TT, (d) 2P1TT, (f) 2P3TT, após os ensaios, via MEV com aumento de 2000X.



Fonte: Próprio autor

Na Tabela 12 são apresentados os valores em porcentagem em massa de cada elemento das amostras, obtidos via EDS, antes e após os ensaios eletroquímicos. Pode-se observar, que a composição global das amostras não se modifica.

Tabela 12 - Porcentagem em massa dos elementos nas amostras 1P0TT, 1P1TT, 1P3TT, 2P0TT, 2P1TT, 2P3TT antes dos ensaios eletroquímicos e após os ensaios, via EDS com aumento de 50X.

%m. elementos	antes dos ensaios						após os ensaios					
	1P0TT	1P1TT	1P3TT	2P0TT	2P0TT	2P3TT	1P0TT	1P1TT	1P3TT	2P0TT	2P0TT	2P3TT
Ni	56,12	57,99	56,70	62,58	61,97	62,13	54,14	57,17	56,54	62,60	62,09	61,94
Cr	20,13	20,44	20,06	21,57	21,75	22,01	19,55	20,31	20,60	21,79	21,98	21,45
Fe	11,42	9,69	9,93	2,59	1,88	1,89	13,50	9,71	10,36	2,35	2,00	2,27
Mo	8,28	8,16	8,82	8,51	9,74	9,52	8,53	8,70	8,07	9,13	9,27	9,20
Nb	3,25	3,23	3,93	4,05	4,18	3,78	3,61	3,46	3,73	3,53	3,88	4,29
Si	0,32	0,18	0,26	0,45	0,30	0,39	0,42	0,36	0,33	0,31	0,35	0,30
Al	0,24	0,09	0,18	0,25	0,01	0,08	0,11	0,13	0,15	0,14	0,21	0,17
Ti	0,25	0,22	0,13	0,00	0,17	0,21	0,15	0,16	0,21	0,14	0,23	0,38

Fonte: Próprio autor

Comparando o acompanhamento do potencial em circuito aberto, polarização potenciodinâmica e espectroscopia de impedância eletroquímica com a porcentagem em peso dos elementos, obtidos via EDS, mostrados na Tabela 12, observou-se que, de fato, não existe uma correlação direta entre a quantidade de ferro na superfície e possível aumento/diminuição da resistência à corrosão dos depósitos.

5.4 Medidas da espessura removida nos ensaios eletroquímicos

Na Tabela 13 são apresentados os valores da espessura removida no lixamento entre os ensaios eletroquímicos, medidos com auxílio de um micrometro. Em média é removida uma espessura de 0,044 mm da superfície da amostra, variando de 0,02 a 0,1 mm.

Tabela 13- Espessura removida da amostra entre os ensaios eletroquímicos

	Antes [mm]	Depois [mm]	Espessura removida [mm]
1P0TT	20,920	20,900	0,030
	20,940	20,910	
	20,910	20,870	
Média	20,923	20,893	
1P1TT	18,360	18,360	0,027
	18,420	18,330	
	18,380	18,390	
Média	18,387	18,360	
1P3TT	20,740	20,720	0,037
	20,780	20,750	
	20,730	20,670	
Média	20,750	20,713	
2P0TT	23,350	23,250	0,020
	23,270	23,320	
	23,310	23,300	
Média	23,310	23,290	
2P1TT	19,180	19,140	0,053
	19,190	19,150	
	19,180	19,100	
Média	19,183	19,130	
2P3TT	24,850	24,750	0,100
	24,810	24,730	
	24,860	24,740	
Média	24,840	24,740	

Fonte: Próprio autor

A partir desse valor médio de espessura removida e os gráficos de porcentagem de cada elemento obtido via EDS, em função da distância a partir da interface aço/depósito, pode-se afirmar que a composição química da superfície é a mesma para os ensaios em duplicata, pois ela se mantém constante de 1mm a 3 mm na amostra de 1 passe e de 3mm a 6,5 mm na amostra de 2 passes. Lembrando que apenas 0,044 mm de material é removido quando a amostra é lixada de um ensaio para o outro.

6 CONCLUSÕES

Este trabalho investigou a liga Inconel 625® depositada sobre aço ASTM A182 F22, analisando as suas propriedades resistência à corrosão levando às seguintes conclusões:

- Observou-se que a amostra com 1 passe possui espessura de deposição de 3,11mm. Já a amostra com 2 passes a espessura do primeiro passe em torno de 2,24. Concluindo, com isso, que foi removido aproximadamente 0,8mm do primeiro passe antes da realização do segundo passe. O segundo passe possui 3,51mm, e considerando o conjunto dos dois passes, tem-se uma espessura de depósito de 5,8mm.
- Da análise microestrutural via microscópio ótico, foi possível observar uma microestrutura dendrítica equiaxial no topo do depósito de Inconel 625, passando a uma estrutura de grãos colunares ao se aproximar da interface com o aço. Para o aço ASTM A182 F22 foi observada uma microestrutura bainítica sendo que ao se afastar da interface de solda há um aumento do tamanho de grão. Na região de interface também foi possível observar a penetração nos contornos de grão e a zona parcialmente misturada, na qual pela literatura, pode ocorrer a difusão de carbono e formação de carbonetos.
- Pela análise de microscopia ótica também foi observado que a interface de solda varia ao longo da amostra não sendo uma linha reta e com regiões onde a zona de crescimento planar é maior em alguns pontos, em outros a zona de fusão se apresenta com grãos colunares. Em outras já apresenta grão com formato mais próximo ao equiaxial. Sendo que tais detalhes microestruturais tornam-se função das condições de solidificação, ou seja, composição, faixas de temperatura de solidificação e propriedades termo físicas dos metais de base e de revestimento, gradiente de temperatura na zona de transição dissimilar, entre outros.
- Pela análise via MEV FEG observou-se que há uma segregação de elementos mais pesados para as regiões interdendríticas onde são encontrados precipitados de fases/constituintes secundários. Acredita-

se que essas fases secundárias sejam MC e Laves, sendo que ao realizar o mapeamento da distribuição dos elementos foi possível observar que as regiões com maiores teores de Mo e Nb das fases/constituintes secundários são as regiões onde a fase Laves está presente.

- Ao realizar o perfil dos elementos em %m ao longo da amostra, desde o aço até a superfície externa do depósito, foi possível verificar que a amostra de 1 passe apresenta aproximadamente 10% m. Fe na superfície e a de 2 passes entre 2% e 3% m. Fe. Quanto aos teores de Ni, Cr e Mo verifica-se que eles aumentam na interface e se mantêm estáveis em aproximadamente 60%, 20% e 10% respectivamente na superfície. Já os teores de Nb, Ti e Al são menores que 5% e não apresentam muita variação.
- Quanto aos tratamentos térmicos, observou-se que eles proporcionam uma leve homogeneização dos elementos na amostra de 1 passe, não apresentando esse mesmo comportamento para a amostra de 2 passes.
- No ensaio de potencial em circuito aberto, a amostra 1P1TT apresentou maior nobreza, enquanto a amostra com 1P0TT apresentou a menor nobreza em relação às outras amostras estudadas. O comportamento das amostras também indica a formação de camada de passivação, com crescimento da camada protetiva, sendo que os possíveis óxidos de serem formados são Ni (OH)₂ e Cr₂O₃. Sendo que, em termos de estabilidade de óxido, todas as curvas ocorreram dentro do potencial de estabilidade.
- Quanto aos ensaios potenciodinâmicos, foi possível observar que a amostra com menor densidade de corrente de corrosão foi a de 2P3TT enquanto a amostra com 1P0TT apresentou a maior densidade de corrente de corrosão, entretanto todas apresentaram valores próximos na faixa de mA/cm².
- Para os ensaios de espectroscopia de impedância eletroquímica observou-se que as amostras, 1P1TT, 2P3TT, 2P1TT, 2P0TT, 1P3TT apresentam os valores de módulo de impedância total em frequências mais baixas, mais elevadas, diminuindo na ordem que são apresentadas até o menor valor para a amostra de 1P0TT. Quanto ao ângulo de fase

é possível observar comportamento similar para as amostras. Com valor máximo de ângulo de fase em frequências próximas à 10^2 Hz mantendo-se estáveis até 10^{-1} Hz.

- Por fim, ao comparar as curvas de circuito aberto, polarização e impedância com a porcentagem em peso dos elementos, obtidos via EDS, observou-se que, de fato, não existe uma correlação direta entre a quantidade de ferro na superfície e o comportamento de resistência à corrosão das amostras estudadas. Como, pela observação da densidade de corrente de passivação verificou-se que a diferença entre elas possa ser devido a formação de óxidos é necessário estudo da microestrutura e superfície das amostras para que se possa levantar mais hipóteses.

REFERÊNCIAS

AGUIAR, W. M. Revestimento por soldagem MIG/MAG empregando ligas níquel para aplicações em componentes do setor de petróleo e gás natural, 2010. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais). Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências de Tecnologia. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Fortaleza, 2010.

ALEXANDROV, B. T. *et al.* Fusion boundary microstructure evolution associated with embrittlement of Ni–base alloy overlays applied to carbon steel. **Weld World**, v. 57, n. 1, p. 39–53, 2013.

ASM HANDBOOK. Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection. **ASM Handbook**, 2003. v. 13A.

BAKARE, M.S. X-ray photoelectron spectroscopy study of the passive films formed on thermally sprayed and wrought Inconel 625. **Applied Surface Science**, v. 257, n. 3, p. 786-794, 2010.

BEAUGRAND, V.C.M, SMITH, L. S., GITTO, M. F. Hydrogen embrittlement of 8630M/625 subsea dissimilar joints: factors that influence the performance. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON OCEAN, OFFSHORE AND ARCTIC ENGINEERING OMAE2009, 28., Proceedings of the ASME. Honolulu, Hawaii, 2009.

BRANDOLIN, B. Avaliação microestrutural de interface em juntas soldadas submetidas a diferentes tratamentos térmicos pós-soldagem. 2016. 87 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

BRITO, F. F. G. Avaliação da Técnica de Dupla Camada na Soldagem TIG Considerando a Tenacidade e Características Metalúrgicas de Juntas de Aço AISI 8630M e ASTM A182 F22. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2014.

BUTAIN, R. Effect of Microstructure on Hydrogen Assisted Cracking in Dissimilar Welds of Low Alloy Steel Pipes Joined with Nickel Based Filler Metals. Dissertação (Doutorado em Engenharia de Soldagem), Ohio State University, Ohio, 2020.

Disponível em:

https://etd.ohiolink.edu/apexprod/rws_olink/r/1501/10?clear=10&p10_accession_number=osu1577785066479763. Acesso em: 06 jun. 2021.

CAMPBELL, F. C. Manufacturing technology for aerospace structural materials. Amsterdam: Elsevier, 2011.

CAVALCANTE, N. E. Influência do envelhecimento na resistência à corrosão da superliga de níquel Inconel 625. 2013. Projeto de Graduação – Engenharia Metalúrgica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2013.

CLICK MACAÉ. Petrobras e suas cidades submarinas - Conheça os itens que compõem esse cenário 'urbano'. Disponível em:
<https://clickmacae.com.br/noticias/15769/petrobras-e-suas-cidades-submarinas-conheca-os-itens-que-compoem-esse-cenario-urbano>. Acesso em: 30 nov. 2020.

DAI, T., LIPPOLD, J. Characterization of the Interface of an Alloy 625 Overlay on Steels Using Nanoindentation. **Journal of Materials Engineering and Performance - JMEPEG**. ASM International, v. 27, p. 3411–3418, 2018.

DUFOUR, J. **An introduction to metallurgy – Complete and enlarged. Metallurgy Handbook**, 7th edition, Cameron. One Subsea - SLB Private Material, s.d.

DUPONT, J. N.; LIPPOLD, J. C.; KISER, S. D. **Welding metallurgy and weldability of nickel-base alloys**. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2009. 440 p.

FENSKE, J. A. *et al.*, Hydrogen Effects on the Failure Mechanisms in Fe-Ni Weldments. **Microscopy Society of America. Microsc. Microanalyses**, v.16, n. 2, p. 776 – 777, 2010.

FENSKE, J. A. *et al.*, Microstructure and Hydrogen-Induced Failure Mechanisms in Fe and Ni Alloy Weldments. **The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International. Metallurgical and materials transactions A**, v. 43, p. 3011–3022, 2012.

FORTES, C. **Apostila Metalurgia da Soldagem. Desenvolvimento e Pesquisa – ESAB BR**. Disponível em:
<https://www.esab.com.br/br/pt/education/apostilas/upload/apostilametalurgiasoldagem.pdf>. Acesso em: 10 fev. 2021.

FREITAS GOMES, J. H. de. Análise e otimização da soldagem de revestimento de chapas de aço ABNT 1020 com utilização de arame tubular inoxidável austenítico. 2010. 120f. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Itajubá. Itajubá, 2010.

GARCIA, D. N.; FERRARESI, V.A.; MOTA, C. A. M. da. Metallurgical and Mechanical Behaviors of 309L-Si and ERNiCrMo-3 Dissimilar Weld on ASTM A182 F22 Steel. **Materials Research**, v. 23, n. 3, 2020.

GOMES, B. F. Estudo da soldagem SW revestimento a laser em tubo de AISI 4130 empregando pó de inconel 625®. 2016. Trabalho de Conclusão do Curso (Engenharia Metalúrgica), Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2016. Disponível em: <http://monografias.poli.ufrj.br/monografias/monopoli10017014.pdf>. Acesso em: 20 mar. 2020.

GUIMARÃES, A. K. V. Extração do óleo e caracterização dos resíduos da borra do petróleo para fins de reuso. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007.

KHAN, M. S.; ENRIQUE, P.; SONG, G.; FARIA, M. I. S. T.; ZHOU, Y. Laser-assisted wire cladding using a retrofitted laser welding system. **Surface Engineering**, v. 37, n. 3, p. 1-8, 2020.

KEJELIN, N. Z.; BUSCHINELLI, A. J. de A.; BOHÓRQUEZ, C. E. N. Soldagem dissimilar do aço X-60 com Inconel 625. Disponível em: https://labsolda.ufsc.br/images/premios/soldagem_dissimilar.pdf. Acesso em: 02 mar. 2020.

KEJELIN, N. Z. Soldagem de revestimento de aços comuns C-Mn com superliga a base de níquel Inconel 625. 2012. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Santa Catarina, 2012. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/96380>. Acesso em: 15 mar. 2020.

KIM, J.; LEE, H. A Study on Effect of Intergranular Corrosion by Heat Input on Inconel 625 Overlay Weld Metal. **International Journal of Electrochemical Science**. v. 10, p. 6454 – 6464, 2015.

KLEINER, C. C. C. Avaliação da dureza do aço ASTM A182-P22 após a simulação física do processo de soldagem por atrito de pino não consumível quando submetido a diferentes ciclos térmicos. Trabalho de Conclusão do Curso (Engenharia de Manufatura), Universidade Estadual de Campinas. Limeira, 2017.

HE, *et al.* Comparison on the microstructure and corrosion behavior of Inconel 625 cladding deposited by tungsten inert gas and cold metal transfer process. **Journal Surface & Coatings Technology**, v. 435, 2022

LI, G. *et al.* The interface microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of dissimilar joints during multipass laser welding for nuclear power plants. **Journal Optics and Laser Technology**, v. 101, p. 479-490, 2018.

LOURENÇO, J. C. *et al.* Influence of the iron content on the microstructure and electrochemical behavior of as-cast modified Inconel 625. **Journal Corrosion Science**, v. 193, 2021.

MACHADO, J. P. S. E. *et al.* Effect of temperature on the level of corrosion caused by heavy petroleum on AISI 304 and AISI 444 stainless steel. **Materials Research Journal of Materials**, v. 9, n. 2, 2006.

MADALENA, F. C. A. Estudo comparativo de revestimentos metálicos com as ligas AISI 904L e Inconel 625 obtidos pelo processo de soldagem eletroescória. 2013. Dissertação (Mestrado). Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca. Rio de Janeiro, 2013

MORAIS, J. M. Petróleo em águas profundas: uma história tecnológica da Petrobras na exploração e produção offshore. Brasília – DF, 2013. Disponível em: http://www.ipea.gov.br/agencia/images/stories/PDFs/livros/livros/livro_petrobras_aguas_profundas.pdf. Acesso em: 15 mar. 2020.

OLIVEIRA, L. G. de. Soldagem Dissimilar dos aços AISI 8630M e ASTM A182 F22 para aplicações subaquáticas. 2013. 205f. Dissertação (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – Universidade Federal do Ceará. Fortaleza – Ceará, 2013.

OLIVEIRA, P. G. Estudo de Confiabilidade de Sistemas de Controle de Dispositivos de Segurança de Sub-superfície em Poços de Petróleo. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

PESSOA, E. F. Soldagem de revestimento com ligas de níquel empregando o processo MIG/MAG com duplo arame para aplicações em componentes do setor de petróleo e gás natural. 2014. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza, 2014.

PETROBRAS. Conheça curiosidades sobre equipamentos de nossos sistemas submarinos. Fatos e Dados Petrobras. Disponível em: <https://petrobras.com.br/fatos-e-dados/conheca-curiosidades-sobre-equipamentos-de-nossos-sistemas-submarinos.htm>. Acesso em: 28 nov. 2020.

PETROBRAS. Somos a maior operadora mundial de equipamentos submarinos para águas profundas e ultraprofundas. Fatos e Dados Petrobras. Disponível em: <https://petrobras.com.br/fatos-e-dados/somos-a-maior-operadora-mundial-de-equipamentos-submarinos-para-aguas-profundas-e-ultraprofundas.htm>. Acesso em: 29 nov. 2020.

SANTOS *et al.* Study of influence of the PTA-O welding process parameters on corrosion behavior of Inconel 625 coatings. **Revista Matéria**, v. 24, n. 1, 2019. Disponível em: https://www.scielo.br/scielo.php?pid=S1517-70762019000100310&script=sci_arttext. Acesso em: 06 nov. 2020.

SANTOS, R. P. G. Micro abrasão-corrosão de revestimentos de Inconel 625 depositados por plasma pó (PTAP). 2018. 178 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Disponível em: <https://repositorio.ufu.br/bitstream/123456789/21489/3/Microabras%C3%A3o-Corros%C3%A3o%20de%20Revestimentos.pdf>. Acesso em: 02 fev. 2021.

SHOEMAKER, L. E. Alloys 625 and 725: Trends in properties and applications – Superalloys 718, 625, and Derivatives – E.A Loria – **TMS The Mineral, Metals & Material Society**. Disponível em: https://www.tms.org/Superalloys/10.7449/2005/Superalloys_2005_409_418.pdf. Acesso em: 20 jun. 2022.

SILVA, C. C. Revestimentos de liga de níquel depositados pelo processo TIG com alimentação de arame frio: aspectos operacionais e metalúrgicos. 2010. 326 f. Tese (Doutorado em Ciência de Materiais) – Centro de Tecnologia, Universidade Federal

do Ceará, Fortaleza, 2010. Disponível em:
<http://www.repositorio.ufc.br/handle/riufc/15941>. Acesso em: 28 jun. 2020.

SILVA, C. C. *et al.* Aspectos metalúrgicos de revestimentos dissimilares com a superliga à base de níquel inconel 625. **Revista Soldagem & Inspeção**, v.17, p.251-263, 2012.

SILVA, C. C. *et al.* New insight on the solidification path of an alloy 625 weld overlay. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 2, n. 3, p. 228-237, 2013.

SILVA, M. V. S. da. Avaliação da liga NiCrMo-3 soldada em AISI 8630 com alteração da temperatura de soldagem. 2016. 106 f. Dissertação (Mestrado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca – CEFET/RJ. Rio de Janeiro- Reio de Janeiro. Disponível em: http://dippg.cefet-rj.br/ppemm/attachments/article/81/60_Marco%20Vinicius%20Soares%20da%20Silva.pdf. Acesso em: 17 ago. 2020.

SILVA, R. O. da. Estudo da fragilização pelo hidrogênio no aço 2,25Cr-1Mo-0,25V submetido a tratamentos térmicos de envelhecimento. 2016. 116 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

SOUZA, J. A. de. Análise comparativa de arames TIG usados para soldagem do aço inoxidável superduplex UNS S32750, 2009. Tese (Doutorado). Universidade Federal Fluminense, Niterói - RJ, 2009.

XU, *et al.* Electrochemical Behavior of Corrosion Resistance of X65/Inconel 625 Welded Joints. *International Journal of Electrochemical Science*, v.8, n. 2, p. 2069-2079, 2013.

WAINER, E; BANDI, S.D.; MELLO, F. D. H., **Soldagem: processos e metalurgia** São Paulo: Edgard Blücher LTDA. 2004.