

UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO – Engenharia Mecânica
Disciplina MEC041 - Trabalho Final de Graduação II

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE REVESTIMENTOS DE INCONEL 625 DEPOSITADOS EM BASE DE AÇO MICROLIGADO API X 65 PELO PROCESSO TIG HOT WIRE

Autor 1 – Érik Rogério Manica
173817@upf.br

Autor 2 – Professor Dr. William Haupt
williamhaupt@upf.br

Comissão Examinadora – Professor Dr. Charles Leonardo Israel, Professor Volmir Supptitz

RESUMO

Indústrias petrolíferas buscam constantemente otimizações de seus materiais sujeitos a meios agressivos, visando redução de possíveis danos ambientais ou econômicos, buscando adequações que atendam a esta necessidade. Uma alternativa tem sido a utilização da superliga Inconel 625, como um metal de adição para um revestimento em outro material de menor custo. O processo de cladeamento pode ocasionar rearranjos microestruturais, buscando reduzi-lo optando pelo processo *Gas Tungsten Arc Welding* com sua variação *Hot wire*, visando uma maior taxa de deposição de material. Para reduzir as consequências causadas na microestrutura do Inconel, será realizado um tratamento térmico, buscando uma redução das fases precipitadas. Neste estudo busca-se a análise e caracterização das fases precipitadas de um aço API X65 revestido de Inconel 625, em seu estado bruto de fusão e, após um tratamento térmico, buscando comparar o comportamento da liga para os dois casos retratados.

Palavras chave: Cladeamento; *Inconel 625*; revestimento; *GTAW Hot Wire*; tratamento térmico.

1 INTRODUÇÃO

Com o constante crescimento da produção do petróleo e gás, cresceu juntamente os desafios enfrentados nas plataformas de extração de petróleo. Muito devido às severas condições que as reservas do pré-sal se encontram. Deste modo, se faz necessário avaliar as características do meio a que está instalado, bem como a profundidade, tipos de materiais utilizados e o processo de soldagem adequado para se obter bons resultados. Desta forma, se tem buscado novos materiais que suportem estas condições adversas (Ferreira Junior, 2020).

Knerek (2019) observou uma grande busca das indústrias petrolíferas por materiais que tragam uma maior confiabilidade para seu meio de produção, devido a seu trabalho em meios altamente agressivos para as características estruturais do metal. Desta maneira, empresas que agem na área de extração de petróleo tem buscado a opção de materiais revestidos para serem instalados em seu processo. Desta forma, se busca obter materiais que contenham resistências mecânicas e corrosivas adequadas para sua necessidade. Assim, evitando prováveis prejuízos, ambientais ou econômicos, ocasionado por possíveis rupturas de seus dutos responsáveis pela extração e transporte do petróleo.

Um dos materiais que está sendo avaliado e testado para esta melhoria resistiva, evitando os prejuízos citados, tem sido as superligas de níquel, onde Fesharaki et al (2018) citam que estas ligas são caracterizadas por sua alta resistência ao calor, corrosão e oxidação, e estão sendo muito utilizadas na fabricação de componentes que são sensíveis, quando expostos a severas condições de operações, como o caso de óleo dutos de petrolíferas. As superligas de níquel podem ser utilizadas como metal de adição para revestimentos soldados.

Kejelin (2012) citou em seu trabalho que a utilização do processo GTAW tem mostrado muita qualidade no revestimento de peças com menores dimensões, ou que apresentem difícil soldabilidade, entretanto também tem se destacado no cladeamento de grandes superfícies e tubulações quando utilizado sua variação hot-wire, permitindo uma maior taxa de deposição devido ao pré-aquecimento do arame.

Ferreira Junior (2020) cita que para as demandas necessárias para o processo de extração do petróleo, vem sendo muito utilizado como material base os aços ARBL. Onde Moraes et al (2021) retrata que os aços ARBL utilizados para esta finalidade são conhecidos como classe API 5L.

Partindo desta constante evolução de pesquisas e otimização de revestimentos obtidos pelo processo de soldagem, buscou-se neste trabalho uma melhor compreensão do comportamento micro e macro estrutural dos corpos revestidos por soldagem de um aço X65 normatizado pela norma API 5L com revestimento de Inconel 625, visando uma caracterização das camadas de revestimento resultadas do processo de soldagem, podendo ser avaliado as precipitações de fases dos materiais do corpo soldado.

1.1 Objetivos Gerais

Avaliação e comparação de camadas de um aço API X65 revestido por uma liga de Inconel 625 pelo processo de soldagem GTAW hot-wire, sendo esta avaliação focada na região da camada de revestimento com o intuito de analisar o comportamento das fases precipitadas em condição de pós soldagem, e também posteriormente a realização do tratamento térmico de normalização.

1.2 Objetivos Específicos

- Realizar avaliações do comportamento microestrutural dos materiais após realização dos processos de soldagem com auxílio do microscópio ótico;
- Analisar a precipitação ocorrida no Inconel 625 após soldagem com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) com espectroscopia de energia dispersiva (EDS);
- Realizar tratamento térmico de normalização no corpo de prova e analisar novamente os pontos definidos para comparação ao material pós soldado.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Para uma correta a compreensão deste trabalho, será tratando assuntos chaves relacionados ao material de estudo, cujo trata de um metal base (API X65) revestido por uma liga de Inconel 625 pelo processo GTAW hot-wire. Sendo assim, será levantado conteúdos que reforcem uma correta análise destes materiais e do processo escolhido para aplicação do revestimento.

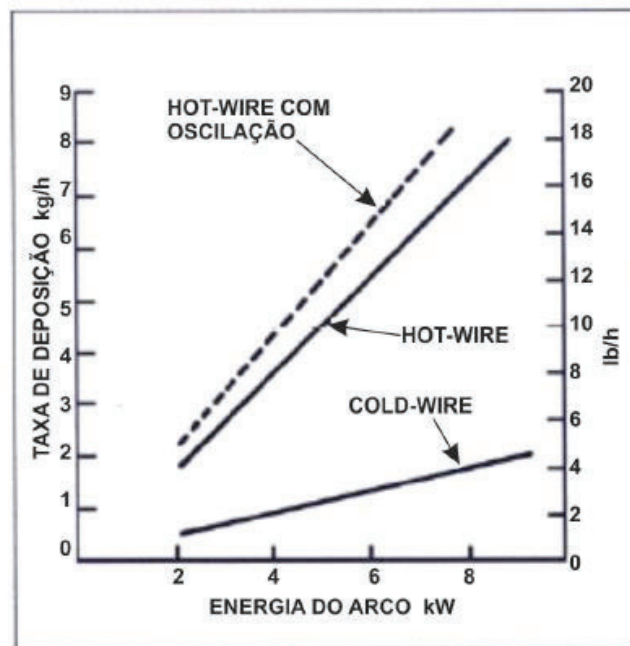
2.1 Processo GTAW Hot-Wire

O processo de soldagem GTAW hot-wire foi desenvolvido na década de 60 com a finalidade de elevar a taxa de deposição de material no processo de soldagem com gás inerte, mantendo as características de acabamento da soldagem GTAW, evitando os respingos de

soldagem oriundos do processo MIG/MAG e obtendo uma melhor eficiência de soldagem ao comparado com o GTAW Cold-Wire, podendo conseguir taxas de deposição dobradas, podendo ser observado na figura 1.

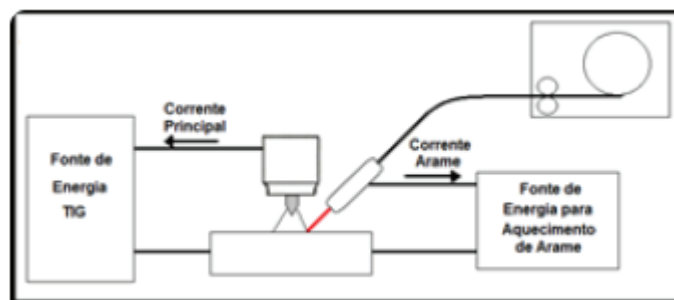
Para este método de soldagem o arame contendo o material depositado é considerado como uma resistência para o fluxo de corrente elétrica, aquecendo o mesmo e facilitando seu derretimento ao ser depositado na poça de fusão, onde material depositado normalmente passa por trás do eletrodo de tungstênio. O arame pode ser aquecido por vários métodos diferentes, entretanto o mais simples se trata do aquecimento por efeito Joule, observado na figura 2, onde circula uma corrente elétrica pelo arame com o material de adição, quando fechado o circuito elétrico em contato com a poça fundida, reduzindo assim a quantidade de energia necessária para o material ser fundido. Este método só pode ser utilizado em arames que possuem alta resistência elétrica.

Figura 1-Taxa de deposição GTAW Hot-wire comparada ao Cold-Wire.



Fonte: W Lucas (1990).

Figura 2 - Processo TIG Hot-Wire por efeito Joule.



Fonte: The Welding Land (2021)

2.2 Cladding com GTAW hot-wire

O processo GTAW vem sendo melhorado para sua aplicação em soldagem de revestimento. Um dos pontos evoluídos foi levantado por Kejelin (2012) que retrata que neste método necessita de um certa robustez em seu processo, onde este pode ser obtido com a alimentação de material no formato de arame, como o princípio utilizado na soldagem MIG/MAG que consiste em utilizar uma tocha convencional do método GTAW aliado a um dispositivo que realiza a alimentação do

arame de deposição na poça de fusão (figura 3). Além da modificação na alimentação simples, pode-se utilizar o processo de GTAW automatizado, onde é possível controlar a velocidade da alimentação de acordo com as características decorrentes da operação de soldagem.

Figura 3-Tocha GTAW com alimentação de arame.



Fonte: IMC Soldagem, acessado em 23/10/2021.

Um das características fundamentais da soldagem de revestimento é a taxa de deposição, no qual tem influência direta no tempo de processo. Para melhorar este ponto na utilização de GTAW em revestimentos, pode ser utilizado o método de arame quente (Hot-Wire). Segundo Teichmann (2016 apud KNEREK, 2019) para processos onde busca-se uma elevada resistência à corrosão, o processo hot-wire é muito indicado devido a sua melhor taxa de deposição aliado à sua reduzida taxa de diluição, condição buscada para um revestimento com resultados satisfatórios.

Observa-se na tabela 1 abaixo os efeitos causados nas características de revestimentos quando aplicado variáveis do processo GTAW.

Tabela 1- Efeitos das variáveis do processo GTAW em revestimento.

Variável	Alteração da variável	Influência nas características de revestimento		
		Diluição	Taxa de deposição	Espessura do depósito
Polaridade	CA	Média	Média	Média
	CC	Alta	Alta	Espessa
Gás de proteção	Argônio	Mínima	Mínima	Mais fina
	Hélio	Máxima	Máxima	Mais espessa
Corrente	Alta	Alta	Alta	Espessa
	Baixa	Baixa	Baixa	Fina
Técnica	Filetado	Alta	Sem efeito	Espessa
	Tecimento	Baixa	Sem efeito	Fina
Espaçamento entre cordões	Estreito	Baixa	Sem efeito	Espessa
	Grande	Alta	Sem efeito	Fina
Diâmetro do eletrodo	Pequeno	Alta	Baixa	Fina
	Grande	Baixa	Alta	Espessa
Tensão	Baixa	Baixa	Sem efeito	Fina
	Alta	Alta	Sem efeito	Espessa
Velocidade de soldagem	Rápida	Alta	Sem efeito	Fina
	Lenta	Baixa	Sem efeito	Espessa
Arame auxiliar		Baixa	Alta	Espessa

Fonte: Adaptado de Welding Handbook, 1998 (apud KEJELIN 2012).

2.2.1 Superligas de níquel

As superligas de níquel estão constituindo uma essencial classe de materiais de engenharia devido ao fato de combinarem uma elevada resistência mecânica em temperaturas elevadas. Conjunto com sua característica de excelentes resistências corrosivas podendo assim serem utilizadas em inúmeros setores industriais atuais (Silva et al, 2012).

É referenciado por Braga (2017) que dentre as superligas, as mais utilizadas são as que possuem uma base de ferro, níquel e cobalto juntamente com adição de elementos de liga como tungstênio, molibdênio, tântalo, titânio entre outros, suas classificações mais comuns são na forma de liga níquel-cobre (Monel), liga níquel-cromo-molibdênio (Inconel) e liga níquel-ferro-cromo-molibdênio (Incoloy). Neste trabalho será trabalhado com uma das variações da classificação Inconel.

2.2.2 INCONEL 625

As ligas a base de níquel são utilizadas para revestimento de aços carbono quanto estes estão dispostos em meios corrosivos onde o revestimento em INOX não é eficiente, como exemplo de válvulas usadas na área de extração de petróleo, onde estas são revestidas de Inconel 625 (FERREIRA JUNIOR, 2020).

Pode ser utilizada para revestimento com qualquer método de soldagem, obtendo bons resultados e mantendo suas características até em temperaturas extremamente baixas. Entretanto, como levantado por Ferreira Junior (2020) “Suas principais limitações têm relação com o uso de uma elevada energia de soldagem, o que pode produzir precipitações de carbonetos em excesso, ou fases intermetálicas, que pode levar a formação de trincas ou perda de resistência a corrosão”.

A superliga de Inconel 625 possui ótimas características mecânicas além de resistência a temperaturas elevadas, suportando um elevado stress dentro ou fora d’água, o que permite sua utilização nos mais variados meios, também devido a sua alta resistência corrosiva em ambientes ácidos ou marinhos (BRAGA, 2017).

A liga de Inconel 625 não é endurecida por tratamentos térmicos, seu fortalecimento só pode ser alcançado através de trabalhos a frio, o material é fornecido em forma recozida (EVERHART, 1971). Esta liga apresenta uma matriz austenítica de fase γ com uma estrutura cúbica de face centrada (CFC), a austenita presente em sua estrutura não é magnética, desta forma o material é dúctil em uma grande faixa de temperaturas, fazendo assim que o mesmo não tenha uma transição dúctil-frágil e nem fraturas frágeis (BRAGA, 2017)

Como está classificada como uma superliga, o Inconel 625 é composto de 4 materiais bases, sendo eles níquel, cromo, molibdênio e ferro, observa-se na tabela 3 sua composição química.

Tabela 2- Composição química Inconel 625.

Composição (%)												
Ni	Cr	Mo	Fe	Nb+Ta	Co	Mn	Si	Al	Ti	C	S	P
mín 58	20 a 23	8 a 10	5	3,15 a 4,15	1	0,5	0,5	0,4	0,4	0,1	0,015	0,015

Fonte: Adaptado de ASTM 2007.

2.2.3 Soldagem GTAW com Inconel 625

Um dos principais problemas retratados na utilização do Inconel em soldagem é a possibilidade de perda de suas características mecânicas e de corrosão (DEEPAN; SAMPATH; MAHESWARAN, 2020).

O processo GTAW resulta em uma soldagem de revestimento de ótima qualidade quando trabalhada com o Inconel como metal de adição, devido a sua capacidade de manter uma alta

estabilidade do arco, reduzindo a quantidade de calor que chega na peça, desta forma reduzindo a taxa de diluição do material, tudo isso unido ao fato do material ter uma boa soldabilidade (MIRANDA et al, 2015).

A soldagem de revestimento de materiais dissimilares resulta na formação de 3 fases importantes para investigação, sendo elas a zona fundida, a interface de revestimento e a zona afetada pelo calor (SILVA et al, 2012).

No método de soldagem GTAW, devido ao alto aporte térmico, conseqüente à fusão da haste de enchimento e do arco de tungstênio, influência na formação de uma diluição geométrica e um espessamento da estrutura, obtendo uma extensão de diluição com cerca de 40% (FESHARAKI et al, 2018).

Segundo a normal API 6 (2005), para revestimento com Inconel, pode ser classificado em duas categorias, devido ao percentual de diluição obtido no processo de soldagem, Fe5 quando se obtém até 5% de diluição e Fe10 ao ser obtido 10% de diluição. Teichmann (2016, apud KNEREK, 2019) traz em seu trabalho que quanto maior for a diluição de ferro no revestimento de Inconel, sua resistência a corrosão reduz devido ao percentual de carbono na zona fundida.

2.2.4 Características da interface soldada com Inconel 625

A interface de soldagem de revestimento com Inconel 625 permite a avaliação da região de transição de limite entre os materiais soldados, onde nesta é observado geralmente a composição de duas regiões distintas, uma delas lisas com contornos de grão com interfaces dendríticas, onde possui solidificação de forma planar, e uma segunda região com características de crescimento celular, esta interface é retratada na literatura de vários modos, entretendo mais encontrado como zona parcialmente misturada (ZPM) (SILVA et al, 2012).

Ao se aproximar da ZPM, a taxa de carbono tende a diminuir potencialmente, estabilizando em torno de 10% após sair desta área, o níquel cresce rapidamente podendo chegar a 56% ao final da transição e estabilizando, os demais constituintes como Cr, Mo e Nb crescem em uma menor taxa, mas também estabilizando após sair da ZPM. Com base nestes resultados Silva et al (2012) identifica a existência de uma zona com microestrutura CFC rica em Fe estabilizada a temperatura ambiente, devido a incorporação parcial do níquel oriundo do metal de adição.

Silva et al (2012) ainda retrata que do ponto de vista cristalográfico não há bruscas modificações entre as zonas, estas modificações são encontradas apenas de modo composicional.

O inconel 625 tende a formar fases precipitadas devido a temperatura de soldagem aplicada para fusão deste material quando utilizado como material de adição, onde pode ser observado na tabela 3 estas possíveis fases encontradas dentro da microestrutura da super liga de níquel.

Tabela 3- Estrutura e composição típica das fases encontradas em inconel 625 quando expostas a altas temperaturas.

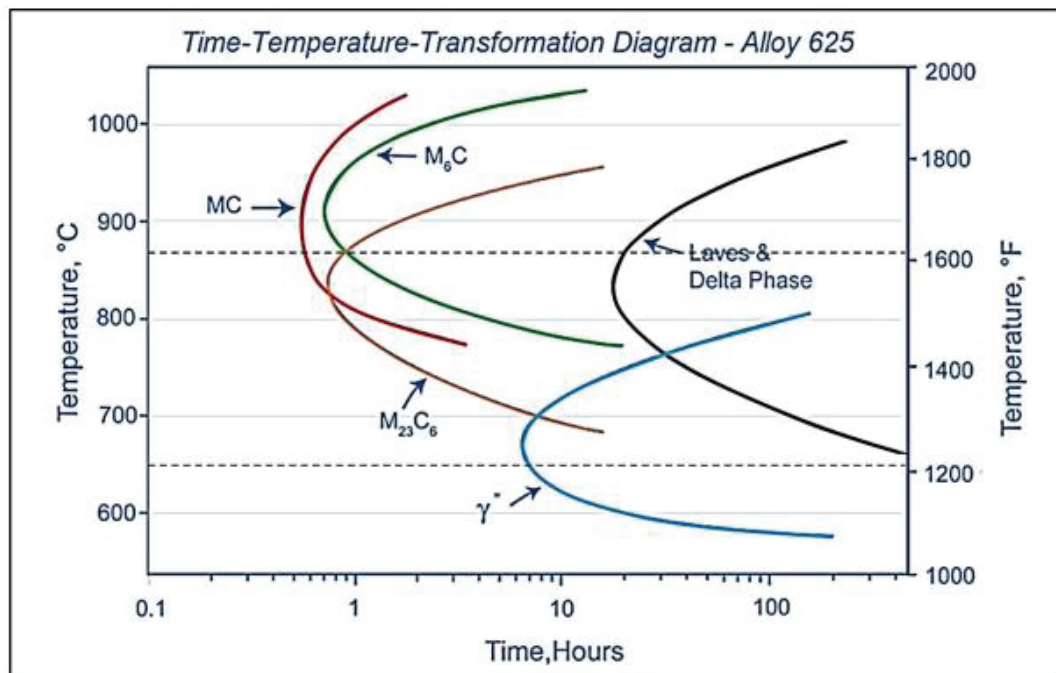
Fase	Estrutura	Composição
MC	Cúbica	(Ti,Cr,Fe,Ni,Nb,)C
M ₆ C	Cúbica	(Cr,Fe,Ni, Nb,Mo,Si) ₆ C
M ₂₃ C ₆	Cúbica	(Cr,Fe,Ni,Mo) ₂₃ C ₆
γ''	Tetragonal	Ni ₃ (Nb,Ti,Al)
δ	Ortogonal	Ni ₃ (Nb)
Laves	Hexagonal	(Cr,Fe,Ni) ₂ (Si,Ti,Nb,Mo)
(Cr,Nb) ₂ N	Tetragonal	(Cr,Ni,Nb,Mo) ₂ N

Fonte: Souza, 2016 (apud Floreen et al 2016).

2.2.5 Tratamento térmico em Inconel 625

O Inconel 625 permite endurecimento apenas por solução sólida. Sendo assim, é válido para temperaturas baixas ou altas. Entretanto, existem faixas de temperaturas que são prejudiciais para sua propriedade de fluência, devido a formação de precipitados prejudiciais para a liga, tal faixa normalmente se dá entre 650 a 875 °C (BRAGA, 2017). Pode ser observado a formação de fases indesejadas na figura 4.

Figura 4 - Diagrama TTT para Inconel 625.



Fonte: Braga, 2017 (apud SHOEMAKER, 2005).

Braga (2017), ressalta que na exposição às temperaturas elevadas de soldagem, este tipo de liga pode vir a formar fases indesejadas, como fase δ (delta ortorrômbica) formado por Ni_3Nb , fase σ (Sigma tetragonal de corpo centrado) formado por $FeCrMoNi$, fase Laves hexagonal formado por Fe_2 (Ni, Ti, Mo, Ta) e a fase η (eta hexagonal compacta) formada por Ni_3Nb (apud VOORT, 1985).

Ao ser submetido a temperaturas próximas a 700 °C, os precipitados de γ' com estrutura cristalina tetragonal encontrado com uma morfologia de disco, começam a se formar, em uma temperatura de 725 °C ocorre a precipitação da fase δ com uma estrutura cristalina ortorrômbica e morfologia tipo agulha, ao ser atingido a temperatura de 875 °C, praticamente é dissolvido ambos os precipitados, recuperando desta forma a característica a fluência presente na liga, elevando sua vida útil no meio a ser utilizada (BRAGA, 2017).

Souza (2016) apresenta em seu trabalho a possibilidade da formação de carbonetos (MC) como fases precipitadas dentro do inconel 625, onde estes são uma combinação de carbono (C) com átomos de algum metal (M) onde é obtido após solidificação, e normalmente surgem distribuídos de forma interdendrítica. Entretanto, os carbonetos MC quando expostos a temperaturas de 760°C a 980°C tendem a degenerar e formar carbonetos mais estáveis, do tipo $M_{23}C_6$ ou M_6C .

2.3 Aço X65

O material base X65 trata-se de um aço da família ARBL (alta resistência e baixa liga), largamente utilizado para dutos de extração de petróleo, tendo sua composição química

normatizada pela API-5L, norma na qual é regulamentada pelo instituto americano de petróleo API (*American Petroleum Institute*). Usualmente estes aços são microligados com materiais como nióbio, titânio e ou vanádio para garantir uma boa tenacidade a fratura, manter uma alta resistência a tração e principalmente uma resistência à fragilização por hidrogênio (MONTE, 2013, apud ASKELEN,1990; CHEN, 1984).

Observa-se na tabela 4 a composição química do aço X65 conforme a norma API 5L.

Tabela 4- Composição química X65.

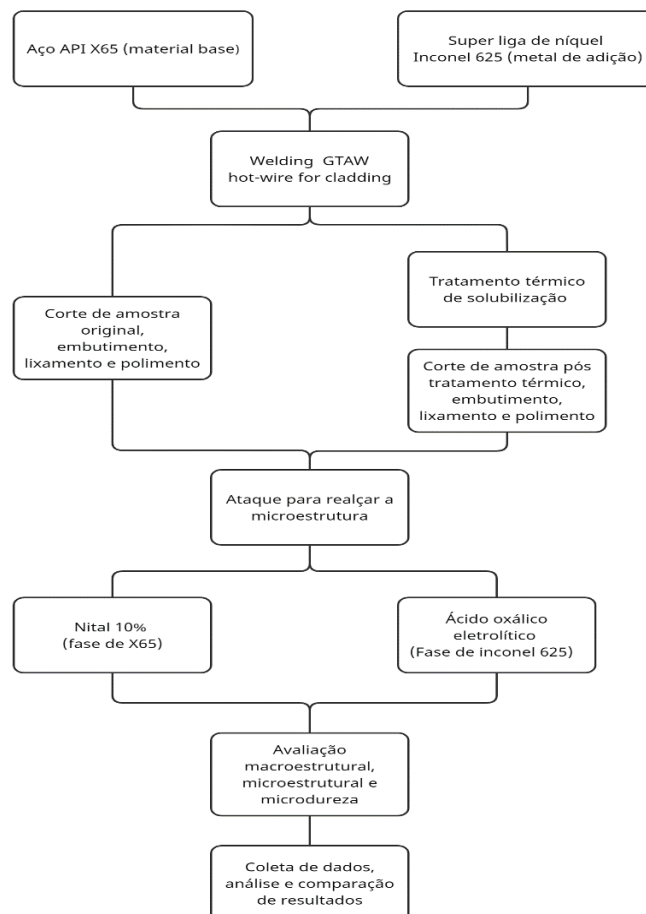
Composição (% em massa)											
C	Mn	Si	P	S	Al	Nb	Cu	Cr	Ni	V	Ti
0,04	1,4	0,25	0,01	0,02	0,04	0,04	0,09	0,02	0,5	0,06	0,01

Fonte: Adaptado norma API 5L (2004).

3 METODOLOGIA OU PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Nesta seção será abordado o método adotado para andamento do trabalho, trazendo a evolução sequencial e detalhamento do processo de amostragem, realização dos testes propostos, coleta de dados, análise de resultados e demais passos que foram importantes para conclusão parcial dos apuramentos obtidos. Pode ser observado no fluxograma abaixo um panorama referente ao método de realização do experimento.

Figura 5- Procedimento experimental.



Fonte: Autor (2022).

3.1 Condições e parâmetros do revestimento

Foi utilizado como material base um aço ARBL X65, sendo revestido pelo metal de adição Inconel 625, da classe de arrame ER NiCrMo-3, utilizando o processo de soldagem GTAW com sua variação hot-wire. O material em sua forma pronta para teste foi fornecido pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), onde estes realizaram o revestimento em duas camadas, com as parametrizações de soldagem encontrados na tabela 5.

Tabela 5-Parametrização da soldagem de revestimento

Etapa de Soldagem	Classe do Consumível	Diâmetro do Consumível (mm)	Posição de Soldagem	Intensidade da Corrente (A)		Tensão (V)		Velocidade de Soldagem (cm/min)	Energia de Soldagem (kJ/cm)	Gás de Proteção e vazão	Temperatura de Pré-Aquecimento (°C)	
				Min	Max	Min	Max				Min	Max
Etapa 01	ER NiCrMo-3	1,0	1G	212	220	10,2	10,8	27,94	5,1	Ar- 20l/min	>70	<300
Etapa 02	ER NiCrMo-3	1,0	1G	222	230	10,3	10,9	26,67	5,39	Ar- 20l/min	>70	<300

Fonte: Autor (2022)

Como observado, o eletrodo da liga de níquel utilizado como material de deposição para a amostra de teste foi o ER NiCrMo-3, onde este foi fornecido pela Sandvik contendo certificado de qualidade de sua composição química, observado na tabela 6.

Tabela 6- Composição química do arame de adição

Composição (%Peso)												
Ni	Cr	Mo	Fe	Nb+Ta	Cu	Mn	Si	Al	Ti	C	S	P
65,10	21,66	8,73	0,430	3,660	0,03	0,02	0,05	0,140	0,183	0,008	0,000	0,006

Fonte: Autor (2022)

3.2 Preparação das amostras

Inicialmente foi realizado o seccionamento das amostras com o auxílio de uma serra policorte com disco próprio para análises metalográficas, utilizando o fluido de corte de modo que conseguisse evitar um aquecimento da aresta, que pudesse vir alterar as características do material, ocasionando erros de análise.

Após o corte de 6 amostras, 3 destas foram destinadas ao processo de tratamentos térmico. Foi realizado o embutimento das amostras brutas de soldagem onde, uma destas foi embutida numa posição de topo, com a finalidade de analisar a área onde contém apenas o material de adição. Enquanto as duas restantes foram posicionadas lateralmente. Tornando possível a avaliação e observação da fase de transição X65 para Inconel 625 juntamente com a ZAC. Após o embutimento, foi realizado o processo de lixamento dos corpos de prova, onde foi utilizado lixas com granulometria de 80, 150, 220, 400, 600 e finalizando com a 1200 para remover todas as possíveis imperfeições da face amostra.

Finalizado o lixamento, as amostras passaram por um polimento com alumina de grão abrasivo de 1 µm para que a superfície analisada ficasse isenta de riscos que pudessem atrapalhar na coleta das imagens.

3.3 Condições de ataque da superfície preparada

Após a preparação da amostra com lixamento e polimento, os corpos de prova foram mergulhados em um material reativo para destacar a microestrutura em sua face a ser analisada pelo microscópio.

Foi utilizado nital 10% para o aço X65 e para o inconel 625 o ataque foi realizado de forma eletrolítica com 5 V em ácido oxálico por 15 segundos, para que o segundo ataque não prejudicasse

a área com o outro material do corpo revestido, foi realizado um isolamento da camada de X65 com verniz de unha.

Ambos os ataques apresentaram resultados satisfatórios para a posterior avaliação microestrutural.

3.4 Parâmetros do tratamento térmico

Para o objetivo de análise deste trabalho foi optado por um tratamento térmico de normalização, com intuito de ser observado o comportamento de recuperação microestrutural do material, onde este tem fragilizações devido a temperatura de soldagem, temperatura está que pode causar formação de fase δ , laves e até formação de carbonetos no inconel 625.

Pode-se observar no trabalho de Ban et al (2016) o comportamento do inconel 625 que quando exposto ao aumento de temperatura, o material de estudo começa a dissolver a fase γ'' na faixa de temperatura entre 850-950°C. Entretanto, quando mantido por um tempo mais elevado de forno, a 950°C as fases γ'' e γ quase desaparecem completamente.

Partindo deste estudo, em conjunto com o objetivo que o tratamento térmico solubilize as fases resultadas da temperatura de soldagem, foi aplicado ao material uma temperatura de 950°C durante 1 hora de forno e resfriamento de normalização (ao ar).

3.5 Apresentação dos ensaios propostos

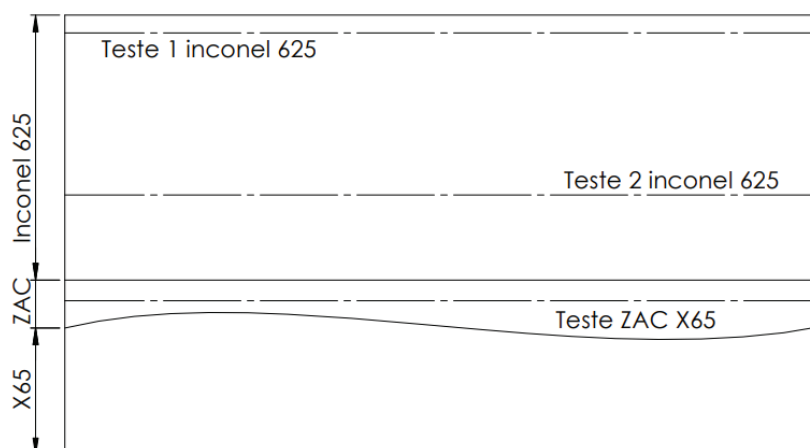
Neste tópico serão retratados os ensaios realizados para a coleta de dados necessária para a avaliação e definição dos objetivos propostos.

3.5.1 Parâmetros para avaliação de microdureza

A avaliação da microdureza se fez necessária para compreender o comportamento da dureza das fases do corpo soldado, podendo assim comparar tal resultado com a dureza base dos materiais definidos pela norma.

Neste contexto, foi realizado o ensaio de microdureza vickers com auxílio de um microdurômetro da marca Shimadzu. Proposto no ensaio a medição linear em toda a longitude do corpo teste em distâncias de 0,05 mm. Buscou-se a coleta em 3 diferentes pontos para comparação via gráfico, 2 destas na fase constituída pelo Inconel 625 abrangendo a primeira e a segunda camada de revestimento, e outra próxima a alteração do material, o outro ponto coletado é para análise da ZAC do X65. Podendo assim avaliar o comportamento do mesmo após submetido a soldagem. Pode se observar na figura 6 o esquema de coordenadas do teste.

Figura 6- Coordenadas teste microdureza HV



Fonte: Autor (2021).

Segundo a norma API 5L, no que se diz respeito a microdureza, a mesma delimita que o aço carbono e o Inconel 625 devem conter apenas microdurezas inferiores a 250 HV. O não cumprimento deste parâmetro pode ocasionar na redução da eficiência dos projetos que utilizam este material revestido devido a dureza elevada.

3.5.2 Ensaio de Macrografia

Para uma melhor observação na ZAC ocasionada pelo processo de soldagem no aço X65, e da interface entre metal base e de adição, foi realizado um teste macrográfico. Este possibilita a análise do aspecto da amostra metálica, como este tipo de teste trabalha com ampliações menores. Auxilia na observação da heterogeneidade química existente na amostra, evidenciando possíveis fissuras, porosidades e etc. Desta forma, utilizou-se um microscópio ZEISS AxioCam MRc5.

3.5.3 Avaliação de micrografia

O ensaio de micrografia tornou possível a análise sobre a estrutura dos materiais. Podendo assim, detectar alterações na matriz microestrutural do corpo estudado, como tamanhos de grão, precipitação de fases entre outros.

Com a finalidade de observar a característica microestrutural do corpo soldado, aplicou-se então um teste micrográfico para coletar imagens a serem analisadas e comparadas a resultados já encontrados por outros autores.

3.6 Análise de precipitados em microscópio eletrônico de varredura (MEV)

Para um comparativo mais detalhado a literatura e trabalhos já realizados sobre o comportamento microestrutural de revestimentos com inconel 625, fez-se necessário a coleta de imagens em um microscópio eletrônico de varredura, equipamento este que se encontra na Universidade Passo Fundo.

As imagens dos corpos amostras levadas para o MEV foram coletadas em aumentos de 400 e 6000 vezes, com intuito de ser observado de uma melhor forma as fases precipitadas do material, tornando possível a identificação destas com o auxílio do acessório de detecção de energia dispersiva (EDS), no qual possibilita a verificação da composição química elementar qualitativa da amostra. O EDS se fez importante devido a proporcionar uma maior assertividade na caracterização dos precipitados, tornando possível a comparação da constituição química dos pontos avaliados com resultados de outros testes e estudos.

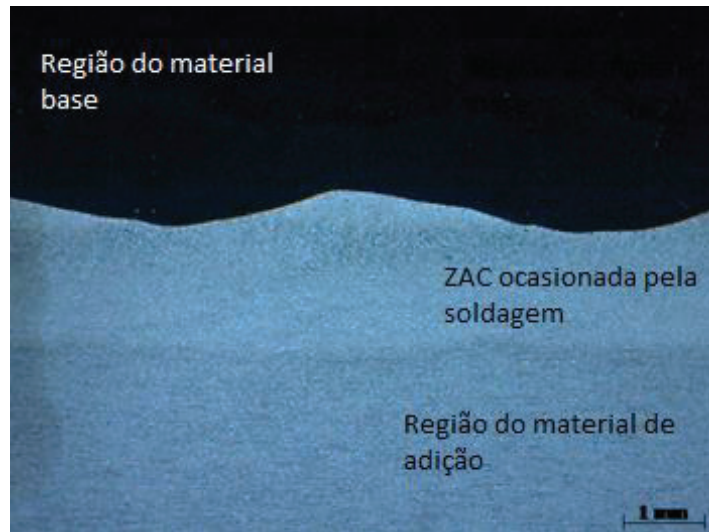
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após as etapas de preparação das amostras e dos testes realizados, pode-se observar alguns comportamentos comuns quando se trata de soldagem com inconel. Além disso, a verificação de características diferentes devido a execução do tratamento térmico de normalização. Pode ser verificado estes pontos nas imagens a seguir.

Nota-se que a figura 7, resultada de um ensaio macrográfico, que a soldagem de revestimento de GTAW Hot-Wire ocasionou uma zona termicamente afetada ocasionada pela alta temperatura do processo de soldagem, devido a não ter sido evidenciado as medidas do metal base X65 antes de ser exposto ao revestimento, não foi possível aproximar a taxa de diluição obtida nos corpos de teste, não sendo capaz de definir perante a norma API6 se o revestimento se encaixou dentro do grupo Fe5 ou Fe10, onde estes são definidos de acordo com a taxa de diluição. Entretanto, pode ser presumido pela profundidade que a ZAC entra em alguns pontos do material base que a solda de revestimento teve um percentual de diluição razoavelmente elevado, o que

pode acarretar num maior percentual de Fe na microestrutura final do inonel, resultada de uma provável mistura incompleta.

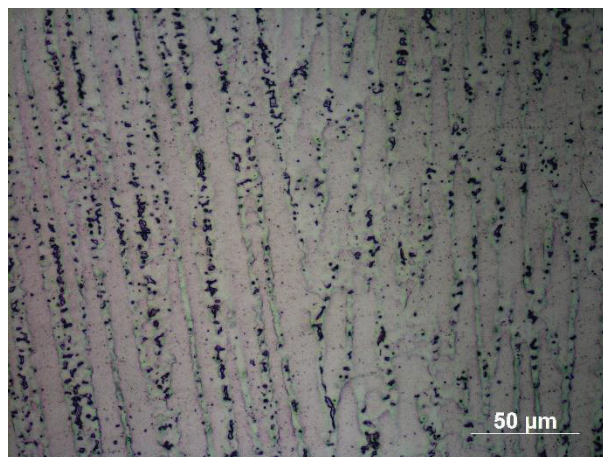
Figura 7- Macrografia da região de transição do material revestido.



Fonte: Autor (2021)

Avaliando o material revestido em microscópio eletrônico a 500x de aumento (figura 8), avalia-se de inicialmente a formação de arranjos dendríticos no material de adição, onde Braga (2017), Soares et al (2017) e Orozco et al (2018) retratam ser comum este tipo de arranjo para microestruturas brutas de fusão de inonel 625.

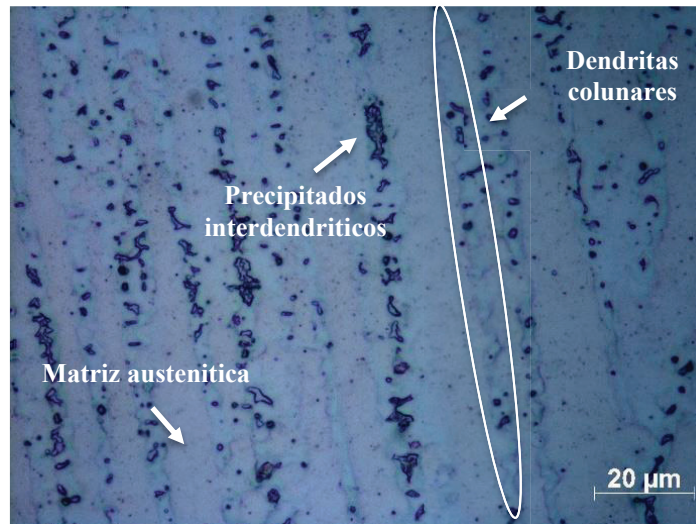
Figura 8- Primeira camada de revestimento de inonel 625 região lateral pós soldagem com 500x de aumento.



Fonte: Autor (2021)

Braga (2017) retrata em seu trabalho que na microestrutura bruta de fusão é normalmente encontrado austenita colunar nestas formações dendríticas, com as fases precipitadas, devido ao processo de soldagem, aparecendo de forma interdendrítica. Os conceitos trazidos por Braga são evidenciados na figura 9 com uma ampliação de 1000x onde é evidenciado a presença de austenita colunar (região mais clara da dendritas), juntamente com a observação das fases precipitadas de forma interdendríticas. Prabu et al (2021) referência em seu trabalho que a presença de nióbio no material base acarreta numa tendência de redução do nível de subresfriamento, facilitando assim uma formação dendrítica seja colunar, tanto no aço X65 quanto no arrame ER NiCrMo-3 é encontrado um percentual de Nb, fazendo com que seja explicado a formação dendrítica colunar.

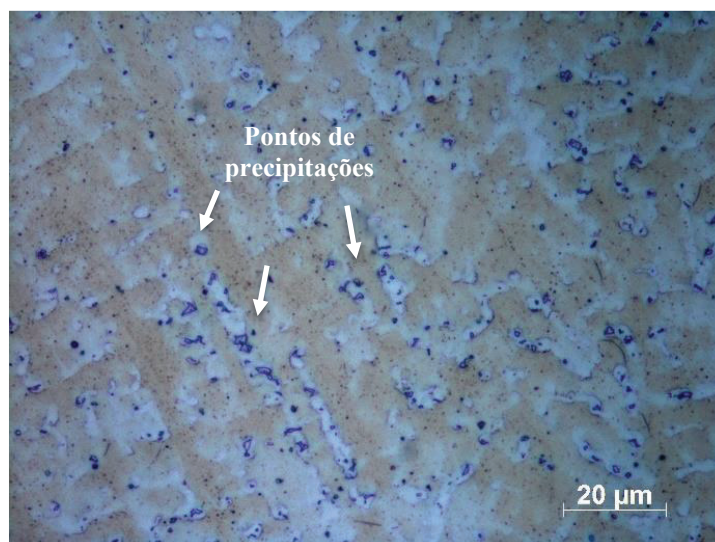
Figura 9- Primeira camada de revestimento de inconel 625 região lateral pós soldagem com 1000x de aumento.



Fonte: Autor (2021)

A figura 10 representa uma imagem da parte superior, retratando apenas a segunda camada do material de adição, verificando a mesma característica retratada anteriormente de dendritas com base austenitica e precipitados interdendríticos. Entretanto, torna-se visivelmente possível a avaliação de uma redução de fases precipitadas, devido a se tratar da segunda camada de revestimento do corpo cladeado, estando mais distante do material base. Desta forma, não sendo afetado pela diluição da soldagem de diferentes tipos de materiais, o que ocasiona um maior percentual de migração de Fe, elemento que está presente em tipos diferentes de precipitados maléficos as características do inconel 625.

Figura 10- Segunda camada de revestimento de inconel 625 região superior pós soldagem com 500x de aumento.

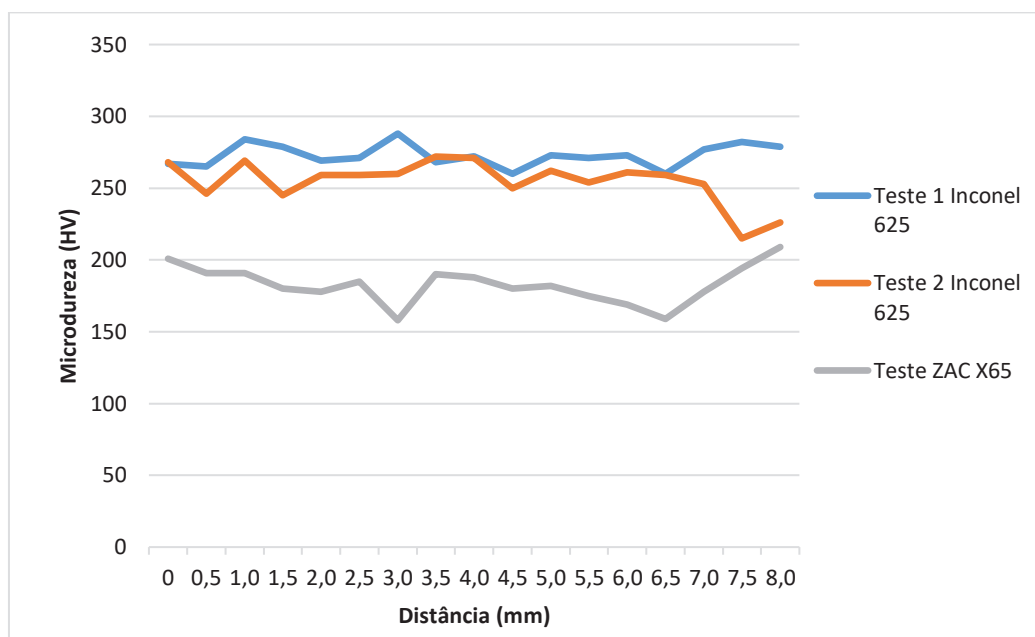


Fonte: Autor (2021)

No teste de dureza vickers realizado na amostra bruta de soldagem, com os pontos demonstrados na figura 6, observa-se que o teste 2, referente a primeira camada de revestimento, teve durezas levemente reduzidas quando comparadas ao teste 1 da região da segunda camada. Este fato foi retratado por Soares et al (2017) e por Kejelin et al (2012), onde este explicam que para revestimentos em inconel com mais de uma camada de material de adição, a camada inferior acaba por ser afetada termicamente pelo passe subsequente, normalizando a microestrutura, reduzindo sua dureza e melhorando a tenacidade.

Observa-se no gráfico 1 que em todos os pontos analisados tiveram resultados inferiores a 300 HV indicando que não houve formação de constituintes frágeis na ZAC, onde Soares (2017) retrata em seu trabalho que valores de dureza acima de 300 HV são indícios desta formação frágil.

Gráfico 1-Variação de microdureza HV Inconel 625 e X65 pós soldagem.

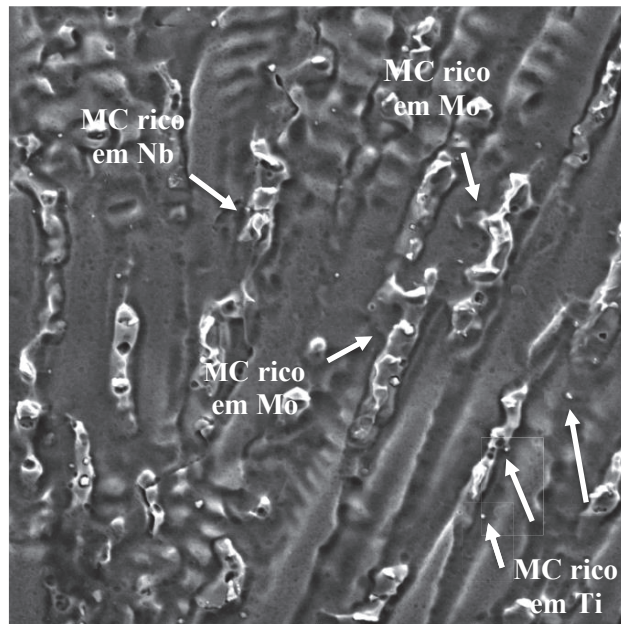


Fonte: Autor (2021)

A figura 11 representa o corpo de prova bruto de fusão com um aumento de 4000x em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Verificado com mais qualidade a formação dendrítica com precipitados interdendríticos, com o auxílio do software ImajeJ foi aproximado que o percentual de precipitados equivalem a cerca de 2% da área total da figura 11, onde as principais composições químicas destes são evidenciadas na figura 12, demonstrando regiões ricas de cada componente químicos levantado por EDS. Observa-se que as regiões interdendríticas possuem pontos ricos em Nb, Mo e Ti, o que evidenciado por outros autores, como Soares et al (2017) e Souza (2016) identificam estes pontos como carbeto MC ricos em Nb e Mo (Soares et al 2017), já no trabalho de Souza (2016) foi observado um comportamento do Ti equivalente ao encontrado no material de x65 revestido de inconel 625, e pode ser definido este como carbonetos ricos em titânio (TiC)

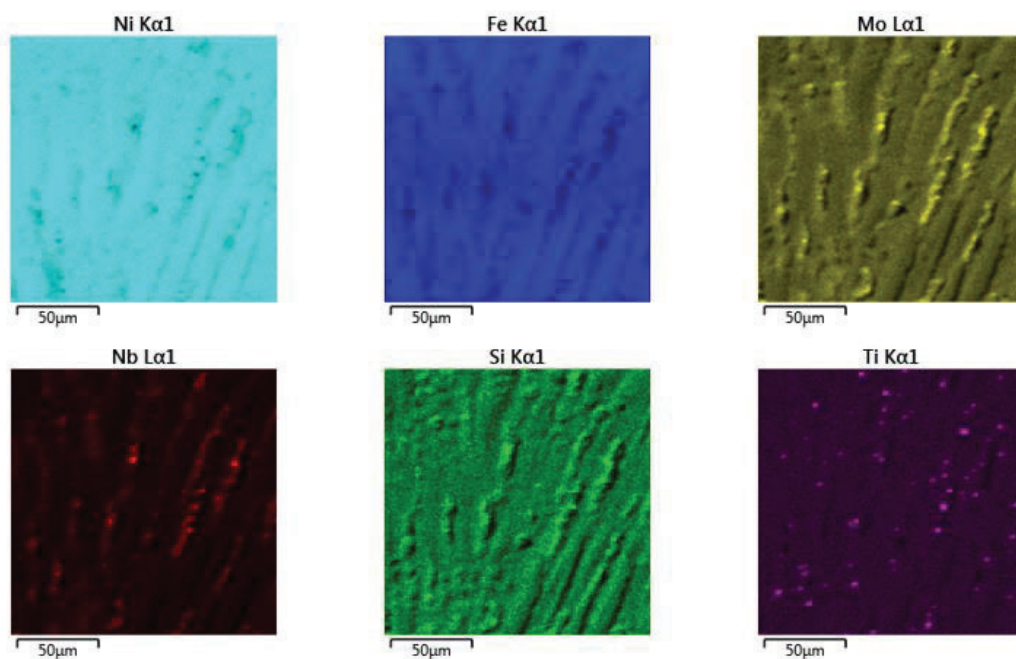
A figura 13 retrata o mapa de soma dos espectros, onde é notório o aumento no percentual de Fe ao comparado com a tabela 5, contendo a composição base do arame ERNiCrMo-3. Este aumento no percentual de Fe de aproximadamente 14,87% é explicado por alguns autores como Orozco et al (2017) que está diferença ocorre por duas razões, sendo elas a erosão ou uma retrodifusão ocorrida durante o processo de revestimento, tendo Fe deslocado do x65 para o inconel 625, Soares (2017) também encontra em seu trabalho este aumento de Fe no revestimento, definindo que este ocorreu devido a diluição deste elemento do material base. Entretanto, devido aos picos de Ni, Cr e Nb observados na figura 13, é evidenciado a presença de uma matriz austenítica do material.

Figura 11- Primeira camada de inconel 625 região lateral pós soldagem com 6000x de aumento em MEV.



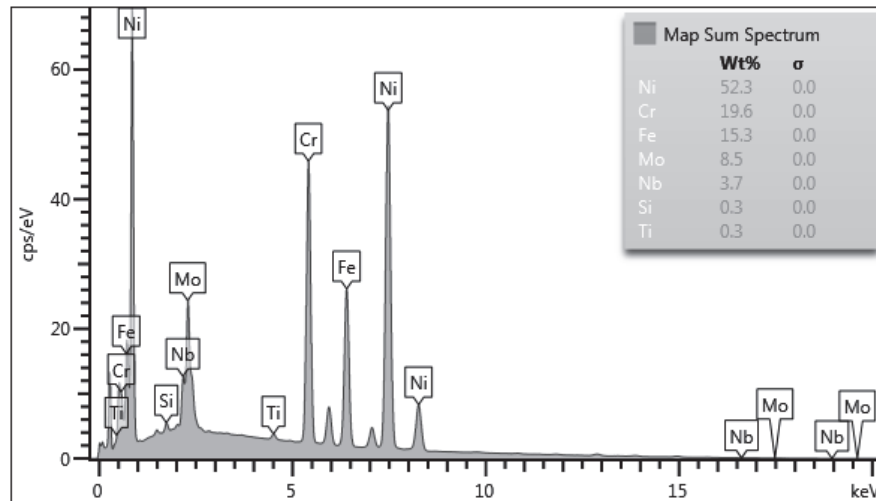
Fonte: Autor (2022)

Figura 12- Mapa de espectroscopia por energia dispersiva da primeira camada de inconel 625 pós soldagem.



Fonte: Autor (2022)

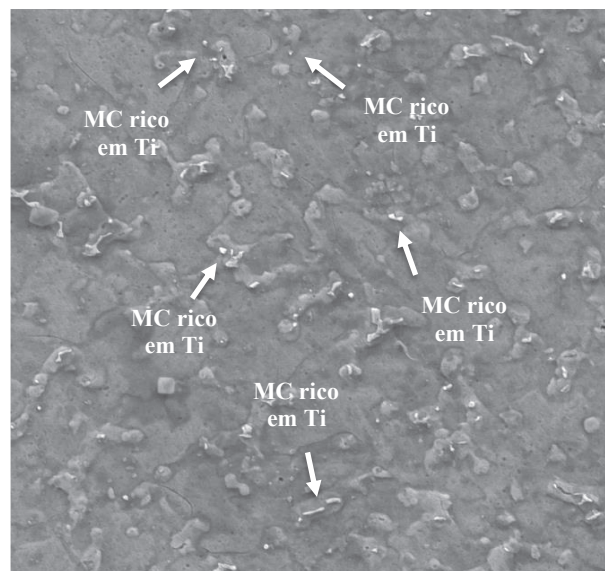
Figura 13- Mapa de soma dos espectros encontrado em EDS na primeira camada de revestimento pós soldagem.



Fonte: Autor (2022)

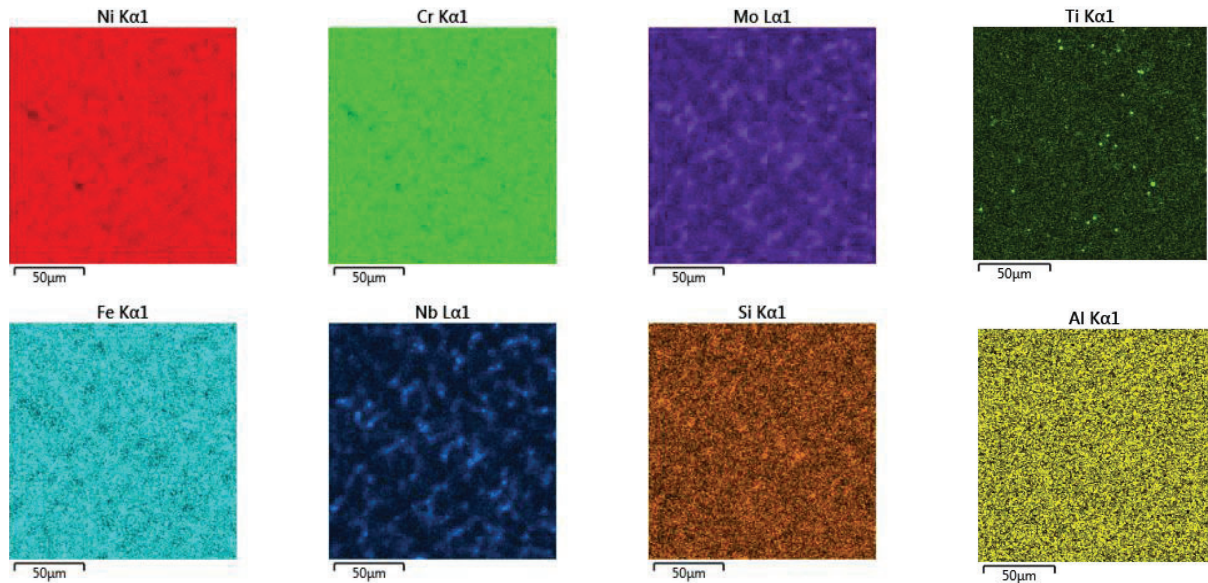
Avaliando a segunda camada em sua parte superior no MEV, conforme observado na figura 14, nota-se um percentual de 0,4% da área total de fases precipitadas, uma redução de 1,6% comparado a primeira camada de cladeamento, evidenciando assim uma matriz mais uniforme. Ao ser avaliado a figura 15, dos constituintes em EDS, são encontrados solubilizados a matriz os constituintes do certificado de qualidade do arame de inconel, e nos precipitado são pontos ricos Ti, evidenciando novamente a presença dos carbonetos ricos em Ti, mas em um percentual menor, devido a segunda camada ter sido aplicado a cima de uma camada já revestida de inconel 625. O que explica a redução de precipitados desta região, devido menor tendência de migração de constituintes do x65, além não ter ocorrido um reaquecimento devido a soldagem da segunda camada, o que ocasionado a precipitação de mais fases, devido a exposição dupla a temperatura de soldagem.

Figura 14- Segunda camada de inconel 625 região superior pós soldagem com 6000x de aumento em MEV.



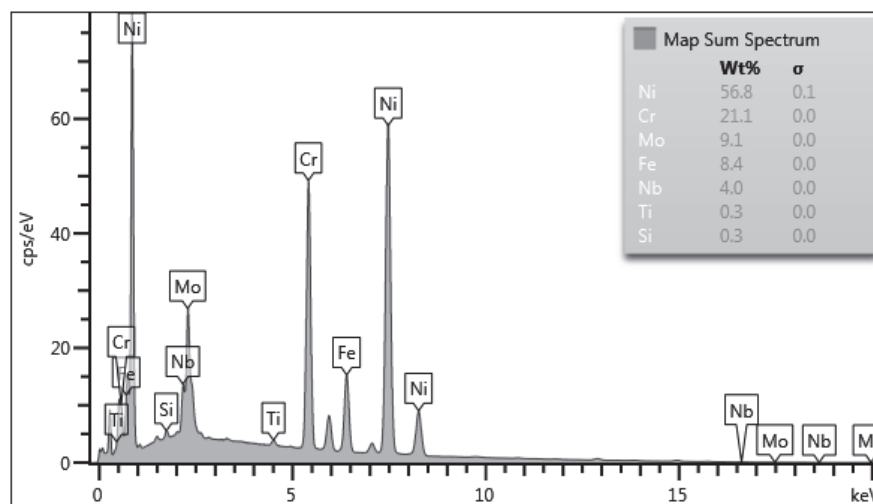
Fonte: Autor (2022)

Figura 15- Mapa de espectroscopia por energia dispersiva da segunda camada de inonel 625 pós soldagem.



Fonte: Autor (2022)

Figura 16- Mapa de soma dos espectros encontrado em EDS na primeira camada de revestimento pós soldagem.



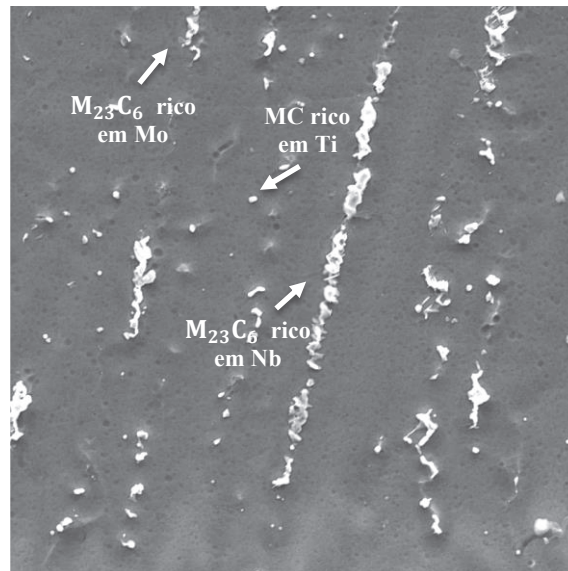
Fonte: Autor (2022)

Após a realização do tratamento térmico de solubilização definido na metodologia, foi novamente analisado os corpos de prova de inonel e levado estes para o MEV com o objetivo de avaliar o comportamento dos precipitados e de sua matriz autêntica a exposição da temperatura de 950°C por 1 h com o resfriamento ao ar, como citado anteriormente.

De primeiro momento é visível na figura 17 uma homogeneização da microestrutura, perdendo a característica dendrítica colunar visualizada na figura 11. Entretanto, foi observado que a taxa de precipitados permanece basicamente a mesma, ou até com um leve aumento, apenas teve um rearranjo destes, devido a homogeneização das dendritas, os precipitados que eram interdendríticos, migraram para um formato colunar unicamente composto de fases precipitadas. Totalizando um total de 4% da área avaliada, um aumento de 2% comparado ao material bruto pós soldagem. Este aumento ocorreu devido a formação de novos precipitados, consequência da temperatura do forno por tempo elevado, vindo a precipitar uma nova fase, Soares et al (2017) também observou algo parecido em seu trabalho, onde ele avaliou a precipitação de carbonetos derivados do tipo MC, onde estes são estáveis a temperatura utilizada para o tratamento térmico, como pode ser observado o TTT do inonel na figura 4.

Com essa primeira avaliação e sendo visualizado um aumento de área precipitada, pode-se presumir que as fases encontradas no corpo bruto de soldagem não foram solubilizadas para a matriz, muito provável devido a temperatura baixa utilizada no tratamento térmico.

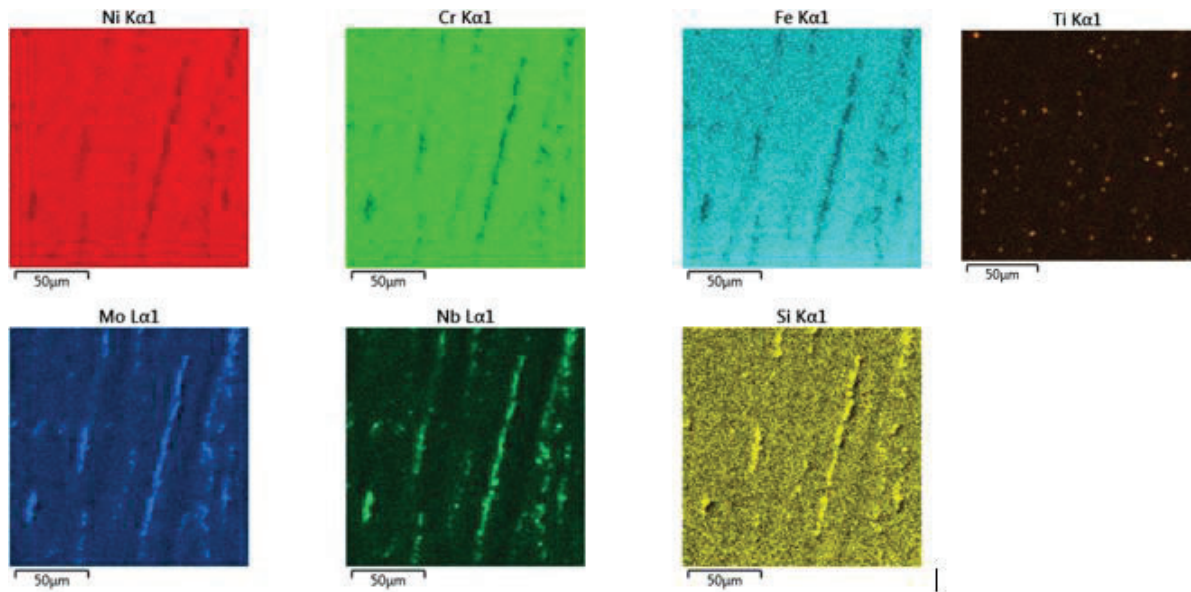
Figura 17- Primeira camada de inconel 625 região lateral pós solubilização a 950 °C com 6000x de aumento em MEV.



Fonte: Autor (2022).

Observando a figura 18, é verificada regiões ricas em Nb, Mo e Ti, onde pode ser definido que as regiões com precipitados ricas em Mo e Nb se tratam de carbonetos estáveis do tipo $M_{23}C_6$, muito comuns em ligas de alto teor de cromo, como é o caso do Inconel 625, e eles são formados a partir da degeneração dos carbonetos MC, onde Souza (2016) traz que os carbonetos $M_{23}C_6$ surgem durante tratamentos térmicos na faixa de 760°C a 980°C, sendo que a temperatura de 950°C utilizada para a normalização se encaixa dentro da faixa de precipitação deste tipo de carboneto. Já os pontos ricos em Ti se tratam de pequenos carbonetos de Ti, com o comportamento parecido ao encontrado por Souza (2016). Entretanto, este tipo de precipitado é benéfico à estrutura do Inconel 625, uma vez que ele impede que os átomos de cromo fiquem susceptíveis à formação de carbonetos de Cr, o que ocasionaria um empobrecimento deste elemento na região de formação deste precipitado, podendo tornar estas regiões mais propícias à corrosão. Ao comparar a figura 18 a 12 verifica-se que os CTi permanecem iguais, devido a serem estáveis à temperatura utilizada para o tratamento térmico, não tendo aumento.

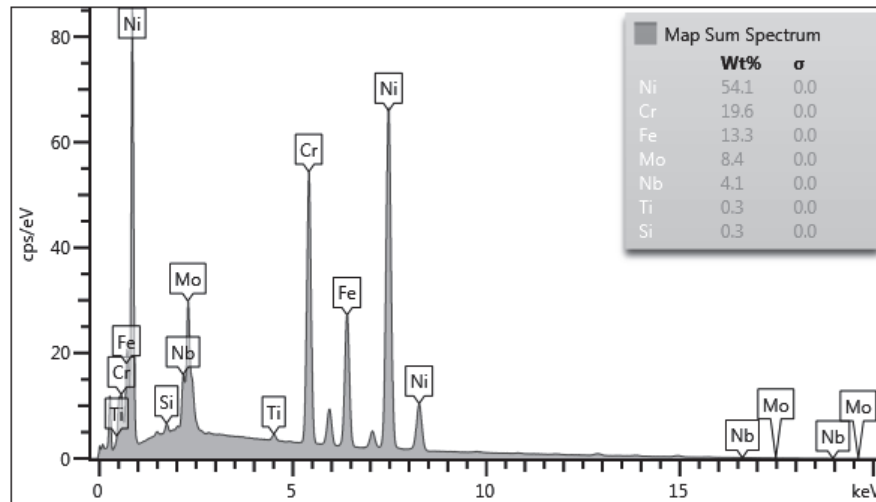
Figura 18- Mapa de espectroscopia por energia dispersiva da primeira camada de inconel 625 pós tratamento térmico.



Fonte: Autor (2022).

Na figura 19 onde representa o mapa de soma dos espectros encontrados em EDS para o corpo da primeira camada pós tratamento térmico. É verificado uma redução de 13,07% no teor de Fe na microestrutura, sendo o tratamento térmico benéfico neste ponto, reduzindo o elemento que é torna o material mais propício a corrosão.

Figura 19- Mapa de soma dos espectros encontrado em EDS na primeira camada de revestimento pós tratamento térmico.



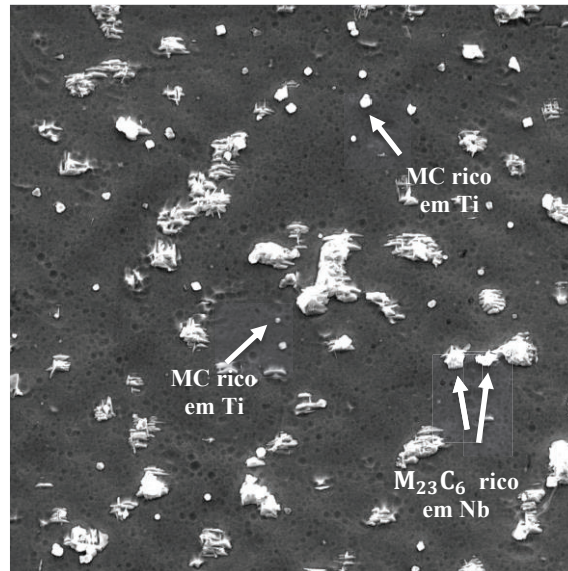
Fonte: Autor (2022).

Analisando a segunda camada de revestimento de inconel 625 (figura 20) onde representa a microestrutura, posterior ao tratamento térmico aplicado, é verificado de primeiro momento o mesmo comportamento encontrado na primeira camada, que é uma homogeneização cristalográfica, onde as dendritas colunares foram homogeneizadas na matriz austenítica. Outro comportamento equivalente ao da primeira camada foi o aumento da área de precipitados, onde no corpo de teste bruto de soldagem foi obtido um percentual de 0,4% da área total, e na amostra pós

tratamento térmico foi avaliado um percentual de 8% de precipitados, um aumento de 7,6%, sendo maior que o encontrado para a primeira camada de revestimento.

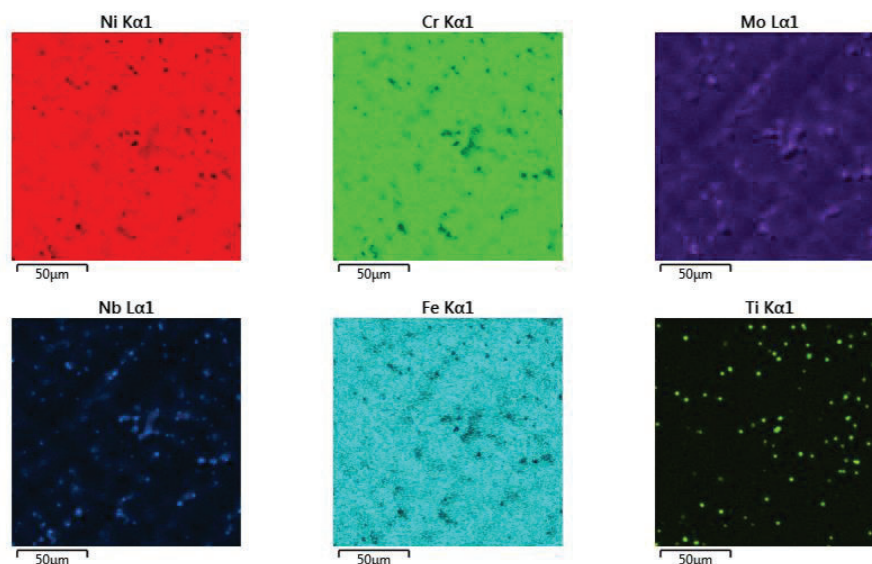
Os precipitados encontrados na figura 20, quando analisados pelo EDS (figura 21), torna perceptível a visualização que as precipitações são ricas em Nb e Ti, onde estas composições tiveram um aumento em seu percentual de peso quando comparado ao mapa de soma dos espectros da figura 16. Os precipitados ricos em Nb e Ti são carbonetos ricos destes constituintes, onde o rico em Nb, como definido anteriormente por Souza (2016) são do tipo $M_{23}C_6$, presumindo que estes foram precipitados devido temperatura utilizada para normalização.

Figura 20- Segunda camada de inconel 625 região superior pós tratamento térmico com 6000x de aumento em MEV.



Fonte: Autor (2022).

Figura 21- Mapa de espectroscopia por energia dispersiva da segunda camada de inconel 625 pós tratamento térmico.

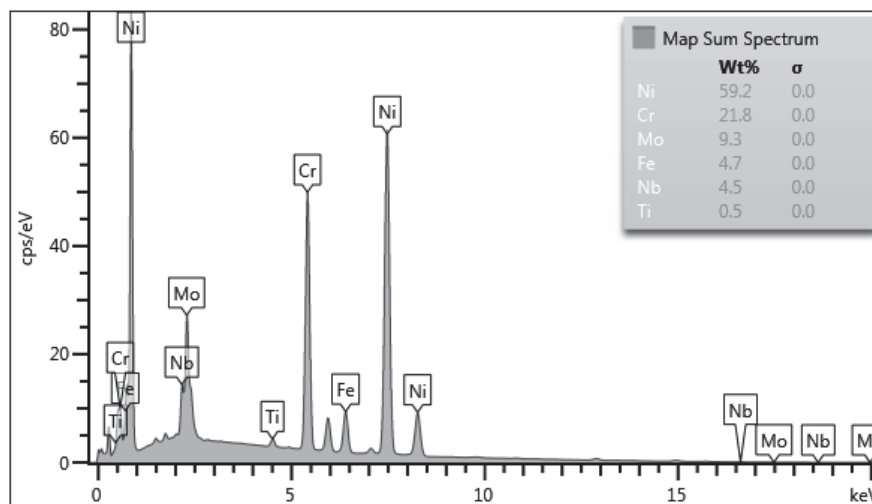


Fonte: Autor (2022).

No mapa de soma dos espectros da segunda camada pós tratamento térmico (figura 22), também foi observado a redução do percentual de Fe, uma redução de 44,05% ao comparado com o material bruto de soldagem, novamente um ponto muito positivo do tratamento térmico, reduzindo o Fe na camada que teria contato direto com o produto corrosivo a qual seria aplicado

este material, sendo eficiente para uma melhora na característica corrosiva que poderia ter sido levemente comprometida devido a diluição de Fe do x65 para o material de adição de inconel 625, onde este, normatizado, deveria ter um percentual de Fe de até 5%, neste caso a segunda camada de revestimento após o tratamento térmico teve um percentual de Fe dentro do limite da ASTM.

Figura 22- Mapa de soma dos espectros encontrado em EDS na segunda camada de revestimento pós tratamento térmico.



Fonte: Autor (2022).

5 CONCLUSÕES

Diante dos resultados obtidos, podem ser destacados as seguintes conclusões:

- O tratamento térmico aplicado foi eficiente para uma redução no percentual de Fe presente nas camadas de revestimento, sendo 13,07% de redução para a primeira camada de revestimento e 44,05% na segunda camada, camada está que na prática seria a que teria contato direto ao meio agressivo.
- A dureza do material bruto pós soldagem não teve pontos superiores a 300 HV, demonstrando que o revestimento de GTAW Hot-Wire não expôs o material a uma temperatura que causasse formação de pontos frágeis no material.
- O material bruto de cladeamento teve um comportamento microestrutural tipicamente encontrado para revestimento de inconel 625, demonstrando dendritas colunares e precipitados interdendriticos, com uma matriz autenítica.
- Os precipitados analisados no corpo pré tratamento térmico não foram dissolvidos pelo tratamento de normalização, tendo um aumento na área total avaliada de 2% para a primeira camada e 7,6% para a segunda camada.
- As fases encontradas no material foram todos carbonetos do tipo MC, sendo ricas de Ni, Mo e Ti, onde após o tratamento térmico os carbonetos ricos em Nb e Mo foram degradados e formaram carbonetos mais estáveis do tipo $M_{23}C_6$, já o Ti permaneceu no formato MC devido a ser estável a temperatura utilizada, entretanto este tipo de precipitado é benéfico ao material, evitando o empobrecimento de Cr.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

API. API 5L - Specification for Line Pipe. 2004. American Petroleum Institute, Washington, DC.

API. API 6A - Specification for Wellhead and Christmas Tree Equipment. 2005. American Petroleum Institute, Washington, DC.

ASTM. Standard Specification for Nickel-Chromium-Molybdenum-Columbium Alloys (UNS N06625 and UNS N06852) and Nickel-Chromium-Molybdenum-Silicon Alloy (UNS N06219) Pipe and Tube. 2007.

BAN, S. Corrosion Resistance of Inconel 625 Overlay Welded Inside Pipes as a Function of Heat Treatment Temperature. *International Journal of Electrochemical Science*, p. 7764–7774, set. 2016.

BRAGA, Flávio José Villela. Revestimento de Inconel 625 sobre aço carbono ARBL utilizando variantes do processo TIG visando alta produtividade e baixa diluição. 2017. 160 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campo dos Goytacazes, 2017.

EVERHART, John L. *Engineering Properties of Nickel and Nickel Alloys*. Westfield: Plenum Press, 1971.

FERREIRA JUNIOR, Cleber do Prado. Estudo do revestimento por soldagem de Inconel 625 sobre aço com 9% de Ni. 2020. 109 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2020.

Fesharaki, MN, *Optics and Laser Technology*, <https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2018.09.011>
FESHARAKI, Mohammad Naghiyan et al. Microstructure investigation of Inconel 625 coating obtained by laser cladding and TIG cladding methods. *Surface And Coatings Technology*, [S.L.], v. 353, p. 25-31, nov. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.08.061>.

IMC, Soldagem. Direcionador de arrame TIG alimentado. Disponível em: <https://www.imc-soldagem.com.br/pt-br/acessorios/sptig-al>. Acesso em: 24 out. 2021.

KEJELIN, Norton Zanette. SOLDAGEM DE REVESTIMENTO DE AÇOS COMUNS C-Mn COM SUPERLIGA A BASE DE NÍQUEL INCONEL 625. 2012. 219 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.

KNERREK, Rangel. Caracterização de um duto de aço API X65 revestido com Inconel 625. 2019. 56 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Regional Integrada do Alto Uruguai e das Missões, Erechim, 2019.

LAND, The Welding. Modalidades modernas do processo TIG para aumento da produtividade. Disponível em: <https://www.weldingland.com.br/post/modalidades-modernas-do-processo-tig-para-aumento-de-produtividade>. Acesso em: 14 set. 2021.

LUCAS, W. *TIG and Plasma Welding: process techniques recommended practices and applications*. Cambridge: Abington Publishing, 1990.

MORAES, N. R. D. C. DE et al. Experimental and Analytical Investigation on the Effect of Heat Treatment Parameters on the Mechanical Properties of an API 5L X65 Steel. *Materials Research*, v. 24, n. 2, 2021.

MIRANDA, Edvan Cordeiro de et al. Avaliação do Uso do Tecimento sobre o Nível de Diluição e Geometria do Cordão de Solda na Soldagem T. *Soldagem & Inspeção*, [S.L.], v. 20, n. 2, p. 180-190, jun. 2015. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0104-9224/si2002.06>.

MONTE, Isabel Rocha do. Caracterização Microestrutural do aço API 5L X65 Soldado por Feixe de Elétrons com diferentes Aportes Térmicos. 2013. 90 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo Escola de Engenharia de Lorena, Lorena, 2013.

OROZCO, K. M. et al. Experimental study and thermodynamic computational simulation of phase transformations in centrifugal casting bimetallic pipe of API 5L X65Q steel and Inconel 625 alloy. *Journal of Manufacturing Processes*, v. 32, p. 318–326, abr. 2018.

S. Sampath Kumar, C.B. Maheswaran and T. Deepan Bharathi Kannan, Experimental investigation on a pulsed TIG welding of Inconel 625, *Materials Today: Proceedings*, <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.09.724>

SENTHUR PRABU, S.; DEVENDRANATH RAMKUMAR, K.; ARIVAZHAGAN, N. Microstructural evolution and elemental variation across the fusion interface of AISI 904L and Inconel 625 dissimilar weldments. *Materials Today: Proceedings*, v. 46, p. 8260–8265, 2021.

SILVA, Cleiton Carvalho et al. Aspectos Metalúrgicos de Revestimentos Dissimilares com a Superliga à Base de Níquel Inconel 625. *São Paulo*, v. 17, n. 3, p. 251-263, set. 2012.

SOARES, Jefferson Pinto et al. Efeito dos Tratamentos Térmicos de Normalização e de solubilização na Microestrutura de uma Junta Dissimilar Soldada entre um Tubo de Aço API 5L X-52 e o Inconel 625. *Soldagem & Inspeção*, Brasil, ano 2017, v. 1, p. 357-372, 23 nov. 2017.

SOUZA, Edilberto da Silva. Caracterização microestrutural e microdureza de um sistema aço C-Mn/revestimento de INCONEL 625 e avaliação de diferentes tratamentos térmicos. Orientador: Prof^ª. Dra. Maria Celeste Monteiro de Souza Costa. 2014. 91 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2016.