CEFET/RJ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO EM REVESTIMENTOS DE SUPERLIGA DE NÍQUEL USADAS PARA CLADEAMENTO

William Dias Alfradique Valente

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

Orientador:

Hector Reynaldo Meneses Costa

Rio de Janeiro

Dezembro de 2017

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO EM REVESTIMENTOS DE SUPERLIGA DE NÍQUEL USADAS PARA CLADEAMENTO

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

William Dias Alfradique Valente

Presidente, Prof. Hector Reynaldo Meneses Costa, D.Sc. (CEFET/RJ) (orientador)

Prof. Ricardo Alexandre Amar de Aguiar, D.Sc. (CEFET/RJ)

Prof. José Brant de Campos, D.Sc. (UERJ)

Rio de Janeiro

Dezembro de 2017

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central do CEFET/RJ

V154 Valente, William Dias Alfradique
Avaliação da resistência à corrosão em revestimentos de superliga de níquel usadas para cladeamento / William Dias Alfradique Valente.—2017.
102f. : il. (algumas color.) , grafs. , tabs. ; enc.

Dissertação (Mestrado) Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca , 2017.
Bibliografia : f. 95-102
Orientador : Hector Reynaldo Meneses Costa

1. Metais – Corrosão. 2. Ligas de níquel. 3. Resistência de materiais. 4. Ligas de níquel – Tratamento térmico. 5. Soldagem. I. Costa, Hector Reynaldo Meneses (Orient.). II. Título.

CDD 620.112

DEDICATÓRIA

A Laercio da Silva Dias *(in memoriam)*

À Nizele Pereira Dias

AGRADECIMENTOS

À minha mãe Laércia, ao meu pai Carlos Augusto e a minha irmã Vivian pelo apoio, ajuda e carinho.

À minha namorada e amiga Veneranda Nicolitt pelo apoio, carinho, paciência e incentivo, principalmente nos momentos de desânimo.

Ao meu orientador Dr. Hector Reynaldo Meneses Costa por todos os conhecimentos transmitidos e, principalmente, pelo entusiasmo e motivação passados com suas aulas e pesquisas.

Ao Professor Dr. Ivan Napoleão Bastos e ao Dr. Iuri Bezerra de Barros, do Instituto Politécnico da UERJ de Nova Friburgo, pela receptividade, explicações e ajudas nos ensaios e suas respectivas interpretações de resultados.

Ao Professor Dr. José Brant de Campos, da UERJ, pelo auxilio na interpretação de resultados. E o Dr. Vitor Santos Ramos pela ajuda e disponibilidade para realizar os ensaios para esse trabalho no CBPF.

Ao Engenheiro Hiron Akira Yamada Magalhães do CEFET/RJ pela grande ajuda na preparação das amostras fundamentais para os estudos realizados.

Ao CEFET/RJ, UERJ e CBPF.

EPÍGRAFE

“The sky is still clearing, we're never afraid
And the consequences opens the door”
(’Til we die - Slipknot)

RESUMO

AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CORROSÃO EM REVESTIMENTOS DE SUPERLIGA DE NÍQUEL USADAS PARA CLADEAMENTO

William Dias Alfradique Valente

Orientador:

Hector Reynaldo Meneses Costa, D.Sc.

Resumo da dissertação de mestrado submetida ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de mestre em engenharia mecânica e tecnologia de materiais.

Este trabalho tem como objetivo avaliar a resistência à corrosão e identificar as fases presentes na superliga de níquel (Inconel 625), superliga esta que reveste o substrato de um aço carbono baixa liga (AISI 8630). O revestimento foi feito utilizando a soldagem TIG/GTAW com variação da temperatura de pré-aquecimento, sendo que as amostras foram avaliadas antes e depois de sofrerem tratamento térmico pós-soldagem. Também foram realizadas medições de microdureza, sendo analisadas as amostras antes e após o tratamento térmico de pós-soldagem. Para avaliação da resistência à corrosão do revestimento, foram utilizados os métodos de potencial de circuito aberto (OCP) e a espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS), nas amostras com o revestimento exposto, foram analisadas antes e após serem submetidas ao tratamento térmico de pós-soldagem, juntamente com a amostra contendo apenas o substrato com o aço AISI 8630. A identificação de fases foi feita utilizando a técnica de difração de raios-x. A difração gerou difratogramas para que pudessem ser comparados com padrões já catalogados e, assim, identificados. Os resultados do ensaio de microdureza indicaram a necessidade do tratamento pós-soldagem, pois a Zona Termicamente Afetada (ZTA) das amostras sem tratamento térmico eram muito mais duras, fragilizando o material. A resistência à corrosão das amostras que não foram submetidas ao tratamento térmico de pós-soldagem foi muito superior ao das amostras submetidas a esse tratamento, A difração de raios-x identificou duas fases em ambas as amostras estudadas: a fase γ (gama) e a fase σ (sigma), sendo distinto apenas o percentual das fases. A fase σ (sigma) foi quatro vezes superior na amostra com tratamento térmico pós-soldagem, podendo esse ser o motivo do baixo desempenho devido ao seu efeito deletério em relação a corrosão.

Palavras-chave: Corrosão; Revestimento; Inconel 625; Potencial de circuito aberto; Tratamento térmico pós-soldagem

Rio de Janeiro
Dezembro de 2017

ABSTRACT

EVALUATION OF CORROSION RESISTANCE IN NICKEL SUPERALLOY COATINGS USED FOR CLADING

William Dias Alfradique Valente

Advisor:

Hector Reynaldo Meneses Costa, D.Sc.

Abstract of dissertation submitted to Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais of the Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca, CEFET/RJ, as partial fulfillment of the requirements for obtaining a master's degree in mechanical engineering and materials technology.

This work aims to evaluate the corrosion resistance and identify the phases in the nickel superalloy (Inconel 625), the superalloy that coats the substrate of a low-alloy carbon steel (AISI 8630). The coating was done using TIG/GTAW welding with preheating temperature variation, and the samples were evaluated before and after the post weld heat treatment (stress relief). Microhardness measurements were also performed and the samples were analyzed before and after the post-weld heat treatment. Open circuit potential (OCP) and electrochemical impedance spectroscopy (EIS) methods were used to evaluate the corrosion resistance of the coating in the samples before and after the post-weld heat treatment, together with the sample containing only the low-alloy carbon steel substrate (AISI 8630). The phase identification was performed using the X-ray diffraction technique. The diffraction technique generated diffractograms that were compared with the standards already catalogued and therefore identified. The microhardness test results indicate the necessity for post-welding treatment because the heat affected zone (HAZ) of the samples without heat treatment were very hard, weakening the material. The corrosion resistance of the samples that were not submitted to the post-weld heat treatment was much higher than the samples submitted to this treatment. The X-ray diffraction identified two phases in both samples, the γ (gamma) and the σ (sigma) phases, with only the percentage of phases being different. The σ (sigma) phase was the quadruple in the sample with post-weld heat treatment, which may be the reason for the low performance due to its deleterious effect in relation to corrosion.

Keywords: Corrosion; Coating; Inconel 625; Open circuit potential; Post weld heat treatment

Rio de Janeiro
December 2017

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1: Válvula com corrosão decorrente da exposição em uma atmosfera industrial muito agressiva [11]. 23
Figura 2: Metais que podem ser encontrados com o níquel bruto [25]. 28
Figura 3: Moeda é um dos exemplos onde o níquel pode ser utilizado [28]. 29
Figura 4: A moeda de 5 *cents,* dos Estados Unidos da América, é conhecida como Níquel [29]. 29
Figura 5: Estrutura CFC (Cúbica de face centrada) do Níquel [45]. 33
Figura 6: Micrografia da fase ɣ' precipitada capturada pelo microscópio eletrônico de transmissão [32]. 35
Figura 7: Micrografia da fase de ɣ'' (gama primária dupla) precipitada capturada pelo microscópio eletrônico de transmissão [55]. 36
Figura 8: Precipitação da fase δ (delta) capturada através do microscópio eletrônico de varredura [57]. 37
Figura 9: Fase η (eta) [58]. 38
Figura 10: Uma das várias morfologias da fase μ (mu) [59]. 38
Figura 11: Fase Laves capturada por microscópio eletrônico de varredura [60]. 39
Figura 12: Precipitação da fase σ (sigma) nos contornos da matriz ɣ (gama) [32]. 40
Figura 13: Fase P identificada por Silva através da difração de elétrons [49]. 41
Figura 14: Curvas de Tafel onde se obtem os pontos E_c e i_{corr} [66]. 46
Figura 15: Esquema da montagem do ensaio de potencial de circuito aberto [7]. 46
Figura 16: Exemplo de um gráfico de Nyquist [67]. 49
Figura 17: Exemplo de um diagrama de Bode unificado em um só gráfico [67]. 49
Figura 18: Difração de raios-X segundo a lei de Bragg [69]. 50
Figura 19: Esquema de um difratometro moderno [70]. 51
Figura 20: Difratograma do NaCl [68]. 51
Figura 21: Corpo de prova com as temperaturas de pré-aquecimento identificadas, as linhas de corte estão representadas pelas linhas brancas [43]. 54

Figura 22: Detalhe da montagem do corpo de prova [43]. 56
Figura 23: Aspecto do controlador de temperatura do substrato [43]..... 57
Figura 24: Afiação recomendada para o eletrodo de tungstênio [43]. 58
Figura 25: Croquis da medição de dureza das amostras. 62
Figura 26: Croqui dos cortes feitos nas amostras para o ensaio de corrosão. . 63
Figura 27: Croquis das amostras para o ensaio de corrosão. 63
Figura 28: Amostras prontas para os ensaios de corrosão. 65
Figura 29: Quantidade de NaCl diluída na água deionizada. 65
Figura 30: Banho termostatizado com a temperatura de 25°C. 66
Figura 31: Potenciostato/galvanostato/ZRA utilizado realizar as medições. 67
Figura 32: Amostra analisada dentro do porta-amostra posicionada dentro do difratômetro de raios-x. 68
Figura 33: Exemplo do software TOPAS (Fonte: software TOPAS)..... 69
Figura 34: Esquema indicando como a amostra foi analisada com o posicionamento aproximado de 1mm entre os pontos de medição de microdureza Vickers. 70
Figura 35: Gráfico das medições de microdureza Vickers nas amostras sem tratamento térmico..... 72
Figura 36: Gráfico das medições de microdureza Vickers nas amostras com tratamento térmico..... 72
Figura 37: Gráfico das medições de microdureza Vickers comparando as amostras com tratamento térmico e as sem tratamento térmico. 73
Figura 38: Gráfico do potencial de corrosão em função do tempo. 76
Figura 39: Curva de polarização das amostras de Inconel 625 e do substrato. 77
Figura 40: Diagrama de Nyquist obtido através da Espectroscopia de Impedância Eletroquímica. 78
Figura 41: Detalhe A do diagrama de Nyquist. 79
Figura 42: Diagrama de Bode de fase (Ângulo de fase *versus* frequência). 80
Figura 43: Diagrama de Bode de módulo (impedância *versus* frequência). 81
Figura 44: Amostra de 50°C sem tratamento térmico pós-soldagem - interface substrato e revestimento com análise por EDS através de análise de linha [43]. 84
Figura 45: Análise de linha por EDS da amostra de 50°C sem tratamento térmico pós-soldagem - interface substrato e revestimento [43]. 85

Figura 46: Amostra de 50°C com tratamento térmico pós-soldagem - interface substrato e revestimento com análise por EDS através de análise de linha [43]. 86
Figura 47: Análise de linha por EDS da amostra de 50°C com tratamento térmico pós-soldagem - interface substrato e revestimento [43]. 86
Figura 48: Difratograma da amostra de 50°C sem tratamento térmico pós-soldagem - revestimento geral. 87
Figura 49: Difratograma da amostra de 50°C sem tratamento térmico pós-soldagem - revestimento detalhe até 55 (2θ). 87
Figura 50: Difratograma da amostra de 50°C sem tratamento térmico pós-soldagem - revestimento detalhe a partir de 55 (2θ). 88
Figura 51: Difratograma da amostra de 50°C com tratamento térmico pós-soldagem - revestimento geral. 88
Figura 52: Difratograma da amostra de 50°C com tratamento térmico pós-soldagem - revestimento detalhe até 55 (2θ). 89
Figura 53: Difratograma da amostra de 50°C com tratamento térmico pós-soldagem - revestimento detalhe a partir de 55 (2θ). 89

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Propriedades do Níquel [24]. 28
Tabela 2: Propriedades mecânicas do Inconel 625 [40]. 31
Tabela 3: Composição química nominal Inconel 625 (UNS: N06625) segundo o fabricante Special Metals Corporation [38]. 32
Tabela 4: Tipo de carbonetos formados com os elementos de liga [37]. 34
Tabela 5: Tipo de fases formadas na matriz ɣ (gama) [37-49,50]. 35
Tabela 6: Composição química do substrato AISI 8630 [43]. 55
Tabela 7: Propriedades mecânicas encontradas no substrato AISI 8630 [43]. 55
Tabela 8: Tratamento térmico do substrato AISI 8630 [43]. 55
Tabela 9: Composição química nominal Inconel 625(UNS: N06625) [7]. 56
Tabela 10: Parâmetros utilizados no processo de soldagem [43]. 58
Tabela 11: Valores medidos no ensaio de microdureza nas amostras sem tratamento térmico pós-soldagem. 71
Tabela 12: Desvio padrão das amostras sem tratamento térmico pós-soldagem. 71
Tabela 13: Valores medidos no ensaio de microdureza nas amostras com tratamento térmico pós-soldagem. 71
Tabela 14: Desvio padrão das amostras com tratamento térmico pós-soldagem. 71
Tabela 15: Percentuais das fases identificadas nas amostras submetidas ao ensaio de difração de raios-x. 89

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABRACO - Associação Brasileira de Corrosão
AISI – American Iron and Steel Institute
ANSI – American National Standards Institute
API - American Petroleum Institute
ASM – American Society for Microbiology
ASME - American Society of Mechanical Engineers
ASTM - American Society for Testing and Materials
AUX – Eletrodo Auxiliar
AWS – American Welding Society
CEFET/RJ – Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca
CFC – Cúbica de Face Centrada
E – Tensão elétrica
EBSD – Electron Backscatter Diffraction
EDS – Energy-dispersive X-ray Spectroscopy
EIS – Electrochemical Impedance Spectroscopy
GMAW – Gas Metal Arc Welding
GTAW – Gas-Shielded Tungsten Arc Welding
HC – Hexagonal Compacta
i – Intensidade da corrente elétrica
ICSD – Inorganic Crystal Structure Database
IGC – Intergranular Corrosion
IPRJ – Instituto Politécnico do Rio de Janeiro
ISO – International Organization for Standardization
LabCOR – Laboratório de Corrosão
LAMAT – Laboratório de Materiais
NACE – National Association of Corrosion Engineers
MET – Microscópio Eletrônico de Transmissão
MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura
OCP – Open-Circuit Potential
PE – Ponto de ebulição
PF – Ponto de fusão
PIB – Produto Interno Bruto
PPAD – Pulsed Plasma Arc Deposition

PTIG – Pulsed Tungsten Inert Gas
PVC – Polyvinyl Chloride
REF – Eletrodo de Referência
S/ TT – Sem Tratamento Térmico Pós-Soldagem
TCC – Tetragonal de Corpo Centrado
TCP – Topologically Closed-Packed
TIG – Tungsten Inert Gas (Gás inerte tungstênio)
TT – Com Tratamento Térmico Pós-Soldagem
UERJ – Universidade do Estado do Rio de Janeiro
UNS – Unified Numbering System
W – Eletrodo de trabalho
ZPD – Zona Parcialmente Diluída
ZTA – Zona Termicamente Afetada

LISTA DE SÍMBOLOS

° – Graus

°C – Graus Celsius

µm - micrômetro

Ω – ohm

A – ampère

Ag – Prata

Al – Alumínio

C – Carbono

Cl – Cloro

Co - Cobalto

Cr – Cromo

Cu – Cobre

cm^2 - centímetro quadrado

cm^3 - centímetros cúbicos

Fe – Ferro

g – grama

GPa – Giga pascal

H – Hidrogênio

Hf - Háfnio

HV – Vickers hardness (Dureza Vickers)

Hz – Hertz

K – kelvin

K – Potássio

kgf – Quilograma-força

kV – quilovolt

m – metro

mA – miliampère

mm – milímetro

mm^2 – milímetro quadrado

Mo – molibdênio

MPa – Mega pascal

Na - Sódio

Nb – Nióbio

Ni – Níquel

O – Oxigênio

S – Enxofre

s – segundo

Ta – Tântalo

Th – Tório

Ti - Titânio

US$ - United States dollar (Dólar Norte Americano)

V – volt

W – Tungstênio

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO 19

1.1 INTRODUÇÃO 19
1.2 OBJETIVO 20

CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 21

2.1 DESGASTE 21
2.1.1 Corrosão 21
2.1.1.1 Corrosão em água do mar 25
2.1.1.2 Corrosão e Superligas de Níquel 26
2.2 NÍQUEL 27
2.2.1 Descoberta do Níquel 27
2.2.1.1 Origem do Nome 28
2.2.2 Desenvolvimento Tecnológico 28
2.2.2.1 Superligas 29
2.2.3 Propriedades das ligas à base de níquel 30
2.2.3.1 Características e propriedades da superliga Inconel 625 31
2.2.3.2 Liga Matriz da superliga Inconel 625 33
2.2.3.3 Fases da superliga Inconel 625 34
2.2.3.4 Microestrutura de revestimentos de ligas de níquel 41
2.3 ENSAIOS DE CORROSÃO 42
2.3.1 Métodos de avaliação eletroquímica 44
2.3.1.1 Potencial de circuito aberto e curvas de polarização 45
2.3.1.2 Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS) 47
2.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X 50

CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS 53

3.1 CORPO DE PROVA 53
3.1.1 Obtenção do corpo de prova 53
3.1.1.1 Propriedades do corpo de prova 54
3.1.2 Pré-aquecimento 56
3.1.3 Parâmetros de soldagem 57
3.1.4 Corte 58
3.1.5 Tratamento térmico 59

3.1.6 Embutimento das amostras 59
3.1.7 Lixamento e polimento das amostras 60
3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE DE MICRODUREZA 60
3.3 ANÁLISE DE MICRODUREZA 61
3.4 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA ENSAIO DE CORROSÃO 62
3.5 ENSAIO DE CORROSÃO 65
3.6 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA A DIFRAÇÃO DE RAIOS-X 67
3.7 ENSAIO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X 68
CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES 70
4.1 RESULTADO DO ENSAIO DE MICRODUREZA 70
4.2 DISCUSSÕES DO ENSAIO DE MICRODUREZA 73
4.3 RESULTADO DO ENSAIO DE CORROSÃO 75
4.4 DISCUSSÕES DOS ENSAIOS DE CORROSÃO 81
4.5 RESULTADOS DO ENSAIO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X E EDS 83
4.6 DISCUSSÕES DO ENSAIO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X 90
CAPÍTULO 5 – CONCLUSÃO 92
CAPÍTULO 6 – SUGESTÃO PARA FUTUROS TRABALHOS 94
CAPÍTULO 7 – REFERENCIA BIBLIOGRAFICA 95

CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO

1.1 Introdução

A indústria do petróleo e gás está cada dia se desenvolvendo mais e se tornando ainda mais competitiva. Um exemplo disso foi a descoberta de petróleo na camada pré-sal, um óleo leve com excelente valor comercial. A produção saltou de 41 mil barris de petróleo, em 2010, para um milhão de barris de petróleo, em meados de 2016 [1].

Esse aumento significativo na produção, de quase 24 vezes, aumentou também o interesse das indústrias e, consequentemente, a competitividade entre elas. As indústrias investem em pesquisas para melhorar o desempenho, além de diminuir custos [2].

A corrosão adiciona um grande custo para os projetos, tanto no dimensionamento quanto na manutenção. Perdas econômicas originárias da corrosão podem ser divididas em dois grupos: as perdas diretas e as perdas indiretas [3]. O custo com a corrosão ultrapassa os bilhões de dólares e, por esse motivo, há uma preocupação da indústria de todos os ramos neste quesito [4].

Na indústria de petróleo e gás não é diferente, a preocupação é ainda maior por ser submetida a ambientes extremamente agressivos. E todas as etapas da produção são afetadas por esse fenômeno.

Nesta dissertação, será estudado um material bastante utilizado em equipamentos da indústria de petróleo e gás. Esse material é o Inconel 625, uma superliga de níquel, cromo e molibdênio bastante utilizada nessa indústria, devido a sua excelente característica contra a corrosão, além de suas ótimas propriedades mecânicas.

Logo, um estudo detalhado desse material é de suma importância para melhor entendê-lo. Um melhor entendimento do material, assim como de suas características, é essencial para um projeto menos custoso e também para um melhor planejamento das manutenções.

Porém, essa superliga é um material bastante caro, devido a sua composição química nobre. Caso o projeto fosse feito apenas utilizando esse material, o Inconel 625 inviabilizaria o projeto por causa do alto custo. Uma solução bastante utilizada é a

construção dos equipamentos com materiais menos nobres, apenas revestidos pelo Inconel 625, reduzindo, então, o custo do projeto.

Esta dissertação avaliou a resistência à corrosão e caracterizou a microestrutura dos corpos de prova de substrato AISI 8630 revestidos de Inconel 625.

Esses corpos de prova foram soldados utilizando o processo TIG (Tungsten Inert Gas) ou GTAW (Gas-Shielded Tungsten Arc Welding) pulsado para evitar o aquecimento demasiado da peça, o processo utilizado é automatizado e com alimentação automática do arame. Os corpos de prova utilizados são os das extremidades que sofreram o pré-aquecimento de 50ºC, 100ºC, 450ºC e 500ºC, e, para cada temperatura, existem dois corpos de prova, sendo um com tratamento térmico e o outro não. Após esse processo, as amostras foram cortadas e embutidas. Em seguida, foram lixadas e polidas para a realização do ensaio de microdureza, de corrosão e da difração de raios-X.

1.2 Objetivo

Esta dissertação tem como objetivo avaliar a microdureza, a corrosão e caracterizar a superliga Inconel 625, que revestiu o substrato do aço AISI 8630 através do processo TIG/GTAW. Essa avaliação será feita comparando os corpos de prova que foram submetidos a diferentes temperaturas de pré-aquecimento e o substrato. Cada temperatura de preaquecimento possui dois corpos de prova, em que um foi submetido a um tratamento térmico pós-soldagem e o outro não. Com esse estudo, pode-se avaliar a melhor temperatura de preaquecimento da soldagem e a influência do tratamento térmico, levando em consideração os aspectos de corrosão. Nos próximos capítulos serão explicados os principais tópicos abordados na revisão bibliográfica, detalhamento da preparação das amostras e dos ensaios realizados no capítulo de materiais e métodos, apresentando e discutindo os resultados com base em outros artigos acadêmicos no capítulo de resultados e discussões e em seguida realizando uma breve conclusão com os resultados coletados.

CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Desgaste

O desgaste ocorre em qualquer equipamento e em todos os ramos da indústria. Este fenômeno ocorre por causa da perda superficial do material de maneira indesejada, seja esta perda por processos físicos, seja por processos químicos. Isto é uma reação do material em relação ao meio em que ele atua. O desgaste afeta diretamente a durabilidade, a confiabilidade, o custo do projeto e reduz, consideravelmente, a eficiência do equipamento. Como o desgaste reduz a dimensão do equipamento, poderá ocorrer tanto o aumento das vibrações quanto o desalinhamento, ocasionando outros danos como a fratura. Esse desgaste é acelerado com a presença de fricção, aquecimento, meios corrosivos. A taxa com que o material sofre o desgaste depende de vários fatores, tais como: a interação dos componentes, o tipo de carregamento, valor da carga, a temperatura de trabalho e o meio em que o material está submetido. Os principais tipos de desgaste são por fricção, erosão, cavitação, adesão, além dos desgastes abrasivos e dos corrosivos. A despesa com a manutenção devido ao desgaste é uma das principais formas de perda de financeira. Isso ocorre devido à necessidade de reposição, recuperação de peças e/ou equipamento. Ocorre também o superdimensionamento das peças e dos equipamentos, já prevendo a perda do material, aumentando também o peso do equipamento, o volume, o valor gasto com o transporte, entre outras coisas [5,6].

O desgaste estudado será o corrosivo, pois a amostra analisada é oriunda de um equipamento da indústria de petróleo e gás. Este equipamento é *subsea*, logo, é submetido a um ambiente corrosivo, que é a água do mar.

2.1.1 Corrosão

Segundo Gentil [3], a corrosão é a deterioração de um material, geralmente metálico, por ação química ou eletroquímica do meio ambiente, aliada ou não a esforços mecânicos. A deterioração causada pela interação físico-química entre o material e o seu meio operacional representa alterações prejudiciais indesejáveis, sofridas pelo material, tais como desgaste, variações químicas, ou modificações estruturais, tornando-o inadequado para uso.

Roberge [7] afirma que a corrosão é o ataque destrutivo de um material pela reação com seu ambiente. A corrosão gera enormes e graves consequências, causando a paralisação de plantas industriais, desperdício de recursos, perdas e/ou contaminações dos produtos, perda de eficiência e aumenta o valor de projeto devido à previsão de perda de material.

Para Freitas [8], corrosão é a deterioração de um material pela ação química ou eletroquímica do meio ambiente associada ou não a esforços mecânicos.

Van Vlack [9] define que a corrosão é a deterioração e a perda de um material devido a um ataque químico. As condições que favorecem a corrosão estão sempre presentes, envolvendo tanto alterações químicas como eletroquímicas.

Assim como os outros tipos de desgaste, a corrosão também poderá ocasionar falhas nos equipamentos, o que gera um custo de reparo bem elevado e até mesmo ocorrer a parada da produção, como é o caso dos equipamentos da indústria de petróleo e gás, estudados nesta dissertação. Além disso, a corrosão pode causar o gasto de produtos perdidos ou contaminados, o custo de danos ao meio ambiente e, e no pior dos casos, em termos de segurança humana.

Como a corrosão é um fenômeno espontâneo e está avançando constantemente nos materiais, a vida útil e a eficiência diminuem consideravelmente de acordo com o avanço desse fenômeno. Além de todos esses problemas, a negligência ou a falta de conhecimento da corrosão além de causar prejuízo financeiro, pode custar vidas. Grandes empresas, indústrias e agências governamentais estabeleceram associações e comitês para cuidar de questões relacionadas à corrosão, como a Associação Brasileira de Corrosão (ABRACO), o Comitê Brasileiro de Corrosão e a *National Association of Corrosion Engineers* (NACE).

Os metais, geralmente, são encontrados na natureza sob a forma de óxidos e sulfetos. Logo, esses metais têm como característica a tendência a voltar a sua forma original: se oxidando. A exemplo disso estão: a Hematita e a Magnetita de onde obtemos o Ferro, a Bauxita de onde obtemos o Alumínio e a Molibdenita de onde obtemos o Molibdênio. O Ferro, por exemplo, tende a reagir com os líquido e gases, originando a corrosão.

À exceção estão os chamados “metais nobres” como o ouro e a platina. Esses metais têm o comportamento similar com o dos gases nobres, com uma tendência muito baixa para uma reação química [3,10]. A Figura 1 mostra uma válvula com corrosão decorrente da exposição em uma atmosfera industrial muito agressiva.



Figura 1: Válvula com corrosão decorrente da exposição em uma atmosfera industrial muito agressiva [11].

Como a corrosão é uma reação espontânea, ela afeta todo o tipo de indústria. Porém, alguns tipos de indústrias são mais afetados por atuarem em ambientes mais agressivos, como a indústria petrolífera e a indústria naval.

A corrosão ocorre principalmente aonde há a existência de substâncias corrosivas (Cl^- em água do mar, CO_2 e H_2S no petróleo e gás) no ambiente de serviço. Ademais, a erosão e a corrosão aumentam a perda de material e aceleram a falha do equipamento [12].

As perdas financeiras que têm como origem a corrosão são extremamente elevadas. Um estudo feito nos Estados Unidos sobre os custos da corrosão, tanto o direto quanto o indireto, 3,1% do PIB. Se essa mesma estimativa for empregada para o Brasil, o custo com a corrosão pode chegar a US$54,5 bilhões de dólares. Caso medidas preventivas sejam tomadas, o Brasil poderá economizar cerca de 1% do PIB [4].

Gentil [3] divide as perdas econômicas em dois tipos: as perdas diretas e indiretas.

Diretas – As perdas diretas são fáceis de mensurar, como a troca de peças danificadas, custo do retrabalho, troca de catodos, repintura etc.:

- Os custos de substituição das peças ou equipamentos que sofreram corrosão, incluindo a energia utilizada e mão de obra.
- Os custos e a manutenção dos processos de proteção (proteção catódica, recobrimentos, pinturas etc.).

Indiretas - As perdas indiretas são mais difíceis de avaliar. Entretanto, com alguns exemplos, podemos concluir que muitas vezes elas podem gerar custos maiores que as próprias perdas diretas, sendo algumas delas perdas difíceis até de mensurar:

- Paralisações acidentais
  - Levando à parada da produção não programada.
- Perda de produto
  - Perda de petróleo e gás, fluidos de lubrificação etc.
- Perda de eficiência
- Contaminação
  - Podendo ocorrer contaminação do meio ambiente, decorrente do vazamento de petróleo
- Superdimensionamento dos projetos
  - Levando à necessidade de mais material que o necessário, devido ao valor desconhecido da velocidade de corrosão.

Ao contrário do que muitos pensam, a corrosão não afeta somente os metais, mas também afeta os polímeros e os cerâmicos. A corrosão é o resultado de uma interação entre o ambiente e o material. Exemplos disso são: o inchaço do PVC em contato com um solvente e o ataque alcalino em tijolos refratários [13].

Nesta dissertação, iremos estudar materiais metálicos, e a ASM International divide em duas as principais áreas:

- **Corrosão aquosa (úmida)**– O metal é exposto a um meio eletrolítico, normalmente água.
- **Corrosão gasosa (a seco)** – O metal é exposto a um ambiente gasoso [14].

Todavia, essa divisão não deve ser salientada, já que existem semelhanças, como a nucleação e crescimento das camadas de óxido e outros compostos e o uso de técnicas analíticas de superfície [14].

A morfologia da corrosão também é uma forma de caracterizá-la, em seguida as principais classificações:

- **Corrosão uniforme –** Essa corrosão é caracterizada pela perda homogênea de material sobre toda superfície. Essa perda de material é similar em todos os pontos, além disso, é a corrosão menos agressiva [3,15-16].
- **Corrosão em placas –** Essa corrosão consiste na remoção de material, e é caracterizado pela perda de material em formato de placas. Essas placas se soltam e expõe o metal novamente ao ataque dando continuidade ao processo de corrosão. Possui o tamanho maior que a corrosão por pite, porém não chega a ser uma corrosão tão grande a ponto de ser considerada uniforme [3,15-16].
- **Corrosão alveolar –** Esse tipo de corrosão localizada tem o aspecto de crateras, sulcos ou escavações. Essa corrosão também tem a característica de uma superfície arredondada no fundo da cratera e esta cratera possui, normalmente, uma profundidade menor que o seu diâmetro [3,15-16].
- **Corrosão por pite ou puntiforme –** A remoção de material também ocorre de forma localizada, mas em um ponto isolado da superfície. Geralmente, inicia-se em locais com a superfície mais ativa, como inclusões ou qualquer lugar com uma película passiva diminuída. Esses pontos possuem uma profundidade bem maior que o seu diâmetro em direção ao interior do material [3,15-17].
- **Corrosão intergranular –** Essa corrosão intercristalina ocorre quando o ataque se dá ao longo dos limites dos grãos. (Inter-Granular Corrosion – IGC). Esse tipo de corrosão possui um alto número de falhas nos equipamentos, podendo causar fraturas com tensões menores que o esperado, como a corrosão sob tensão [3,18].
- **Corrosão transgranular –** Essa corrosão transcristalina ocorre quando o ataque é no interior dos grãos cristalinos sob a forma de trinca [19].

2.1.1.1 Corrosão em água do mar

A água do mar possui uma salinidade constante, aproximadamente 3,5% de NaCl. Como a concentração de sal na água influencia diretamente na corrosão sofrida

pelo material, essa proporção é utilizada para simular as condições da água do mar [3,20].

Gentil [3] afirma que a água do mar é um meio corrosivo bastante complexo, ela é constituída de sais contendo matéria orgânica viva, lodo, gases dissolvidos e matéria orgânica em decomposição. Logo, a ação corrosiva da água do mar não é oriunda apenas da ação isolada do sal (NaCl), pois certamente ocorre uma ação conjunta dos diferentes constituintes. Os tipos mais frequentes de corrosão em um ambiente marinho são a uniforme, por placas e por pite ou alvéolos.

Porém, não são apenas as partes submersas dos equipamentos que são submetidas à corrosão de origem marinha. As áreas que possuem uma submersão intermitente também sofrem com a corrosão, isso se deve principalmente à variação das marés e também às áreas que sofrem com os respingos quando a onda se choca contra o equipamento. Essas áreas sofrem diferentes intensidades de corrosão, de acordo com as suas características.

No caso dos equipamentos alvos de estudo nessa dissertação, os equipamentos são completamente submersos, sendo que as partes expostas aos ambientes corrosivos serão revestidas com o Inconel 625.

- **Corrosão em superfícies metálicas submersas**

A profundidade em que o equipamento opera é essencial para caracterizar o tipo de corrosão que poderá atuar sobre ele. Podendo ser em águas superficiais e também em águas profundas.

Nas águas superficiais, há uma grande presença de luz, temperatura elevada e de oxigênio. A luz propicia uma maior formação de fouling (Cracas, conchas, moluscos etc.), enquanto o oxigênio acelera ainda mais a corrosão. Já nas águas profundas, a corrosão tende a ser menos acelerada, devido a menor quantidade de oxigênio, temperaturas menores e não haver incidência de luz [3].

2.1.1.2 Corrosão e Superligas de Níquel

As ligas à base de Níquel têm excelente resistência à corrosão e mecânica para suportar ambientes altamente corrosivos e de alta temperatura, como ocorre na indústria naval e nas de petróleo e gás. A adição de elementos de liga, como: Cr, Cu, Mo, Nb, Fe e W tem sido feita para melhorar a resistência à corrosão por pite e as propriedades mecânicas das ligas à base de níquel [20]. As ligas mais comuns de Níquel são: Monel, Inconel e Hastelloy.

O Inconel 625 é uma superliga de tipo endurecida por solução sólida, em que seus principais de elementos são Ni-Cr-Mo-Nb. O Cromo melhora a resistência à oxidação em alta temperatura, o Molibdênio aumenta a resistência à corrosão global e o Nióbio reduz a corrosão intergranular formando carbonetos. Esta liga de níquel tem sido amplamente utilizada nas indústrias aeroespacial, naval e nuclear, uma vez que apresenta excelente resistência à corrosão, propriedades mecânicas e soldabilidade em temperaturas intermediárias e altas. No entanto, a utilização do Inconel 625 ainda é bem limitada, devido ao seu alto custo. Para contornar esse problema, o Inconel 625 é utilizado como revestimento, sendo soldado em aço de carbono de baixo custo ou aço de baixa liga, a fim de proporcionar ao equipamento uma excelente resistência à corrosão a um custo de produção reduzido [20].

2.2 Níquel

O níquel é um dos metais passivos mais importantes do mundo no processo de eletrodeposição. Um metal é passivo quando a corrente anódica é reduzida, correspondendo a uma corrosão muito pequena e às vezes ser considerada até desprezível. Devido a essa excelente resistência à corrosão, ele é bastante utilizado em meios bem críticos, como o ácido sulfúrico (H_2SO_4). Essa propriedade resulta em um grande consumo de Níquel, sendo 65% em aço inoxidável austenítico e 12% em superligas de níquel [21-23].

2.2.1 Descoberta do Níquel

O níquel foi descoberto em 1751, pelo sueco Axel Frederik Cronstedt. Ele esperava encontrar o cobre, conhecido na época como nicolita, mas encontrou um metal claro e batizou-o de níquel. Em 1775, o também sueco Torbern Olof Bergman escreveu suas pesquisas sobre o novo metal. Bergman relatou alguns problemas na separação do arsênio do metal bruto e, assim, obteve sais puros de níquel, revelando que o metal descoberto por Cronstedt era diferente dos outros. O níquel é um metal branco prateado, levemente duro, maleável e resistente à corrosão [24]. Na Tabela 1, são apresentadas as propriedades do Níquel e, na Figura 2, o minério de níquel é mostrado com alguns elementos ainda no estado bruto.

Tabela 1: Propriedades do Níquel [24].

Nome do Elemento	Níquel
Símbolo Químico	Ni
Número Atômico (Z)	28
Peso Atômico	58,6934
Grupo da Tabela	10 (VIIIB)
Configuração Eletrônica	$1s^2\ 2s^2\ 2p^6\ 3s^2\ 3p^6\ 4s^2\ 3d^8\ 4s^2$
Classificação	Metal de Transição
Estado Físico	Sólido (T=298K ou 24,85°C)
Densidade	8,908 g/cm^3
Ponto de Fusão (PF)	1728,0 K ou 1454,85°C
Ponto de Ebulição (PE)	3186,0 K ou 2912,85°C

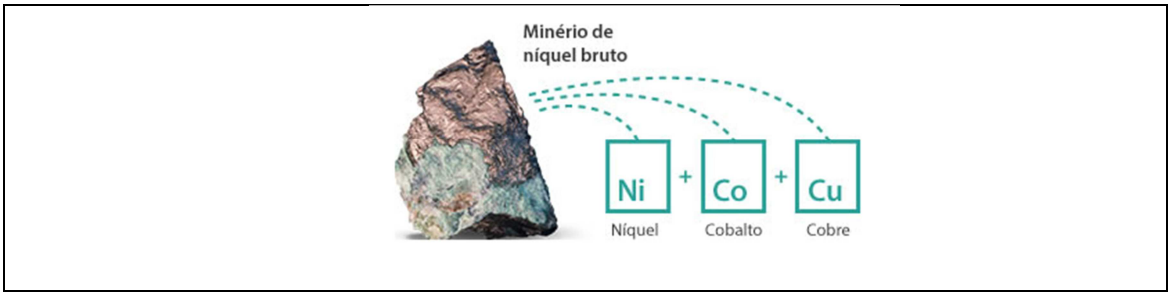


Figura 2: Metais que podem ser encontrados com o níquel bruto [25].

2.2.1.1 Origem do Nome

O nome níquel teve origem do termo alemão "kupfernickel", que significa “cobre diabólico”. Quando o níquel era fundido, no início do século XVIII, descobriram que o material branco fundido era muito duro para que fosse martelado e, assim, ter alguma utilidade, logo se pensou que o material era amaldiçoado [24].

2.2.2 Desenvolvimento Tecnológico

Com os avanços tecnológicos, a separação do níquel foi aprimorada, sendo assim possível o desenvolvimento de novas ligas. Exemplos dessas ligas são o Monel, uma liga que surgiu no início do século XX, Hastelloy, na década de 1920 e o Inconel, da década de 1940 [26-27]. O Inconel surgiu após a descoberta de que o Al e o Ti

formavam o endurecimento por precipitação nas ligas de níquel. O níquel é muito utilizado na fabricação de moedas, conforme mostrado nas Figura 3 e Figura 4.



Figura 3: Moeda é um dos exemplos onde o níquel pode ser utilizado [28].



Figura 4: A moeda de 5 *cents,* dos Estados Unidos da América, é conhecida como Níquel [29].

2.2.2.1 Superligas

Superligas são geralmente usadas em aplicações de alta temperatura. Essas ligas foram desenvolvidas especificamente para manter uma elevada resistência mecânica e elevada resistência contra a degradação superficial. A necessidade dessas superligas principiou na década de 1940, quando começou a ocorrer uma falha frequente em motores de turbinas a gás. Houve, então, um esforço para desenvolver materiais especiais que mantêm a sua alta resistência mecânica em elevadas temperaturas, acima de 540ºC [30].

Há três tipos de superligas: as ligas de níquel-ferro, as ligas de níquel e as ligas de cobalto. Uma característica comum a essas ligas é a sua estrutura CFC, cúbica de face centrada. Essas ligas são reforçadas com, pelo menos, uma das seguintes

características: endurecimento da solução sólida, endurecimento por precipitação e/ou precipitação de carbonetos [31-32].

2.2.3 Propriedades das ligas à base de níquel

As ligas à base de níquel são amplamente utilizadas em ambientes agressivos, devido à sua boa resistência à corrosão e à alta resistência mecânica. Com uma adição de quantidade cromo (Cr), molibdênio (Mo) e tungstênio (W), a resistência à corrosão aumenta significativamente, tanto em ambientes de redução como em ambientes de oxidação. O Cromo tem uma característica de formação de uma película apassivadora de Cr_2O_3 na superfície, assim, conferindo melhores propriedades de apassivamento. Molibdênio e Tungstênio são conhecidos por inibir a corrosão localizada pela formação de óxidos, retardando assim o crescimento da corrosão do tipo pite [33].

As ligas à base de níquel têm, geralmente, vários elementos de liga, mas o principal componente é o próprio Níquel, que deve ser o elemento químico em maior quantidade na sua composição. Os elementos químicos determinam algumas características dessas ligas, como a densidade, a resistência à oxidação, a resistência à corrosão e a resistência à fluência. Logo, essas ligas têm se desenvolvido com uma grande variedade de elementos de liga, para adquirir uma elevada resistência em vários tipos de ambientes corrosivos. Os principais elementos de liga em uma liga à base de níquel são: o Cromo, o Cobre, o Alumínio e o Titânio, além do Molibdênio, do Cobalto, do Nióbio e do Tungstênio [34].

A escolha do níquel como principal elemento na liga se deve à estrutura cúbica de face centrada, à alta tenacidade, à alta ductilidade e não possuir um alto custo. O níquel é bastante utilizado como revestimento de metais menos nobres mais suscetíveis à corrosão, como uma prevenção e para diminuir os custos.

Essas ligas à base de Níquel possuem uma boa resistência à degradação mecânica durante longos períodos de tempo. Além disso, elas também possuem alta resistência à fratura, boa resistência à tração e boa resistência à deformação, quando expostas à temperatura ambiente. Quando submetidas a temperaturas elevadas, a resistência à fluência e a força de ruptura aumentam.

2.2.3.1 Características e propriedades da superliga Inconel 625

A superliga Inconel 625 é uma marca registrada da Special Metals Corporation, está nada mais é do que uma superliga de níquel, cromo e molibdênio.

A presença de cromo e níquel o protege contra ambientes oxidantes, enquanto o molibdênio e o níquel resistem a todo o tipo de corrosão não oxidante [35].

Em 1950, foi iniciado o desenvolvimento do Inconel 625 (NiCrMo-3), com o intuito de suprir a necessidade de materiais com alta resistência. Esse material foi desenvolvido para ambientes críticos, onde a manutenção é difícil ou impossível. A conclusão deste desenvolvimento foi em 1962 e, desde então, iniciada a sua comercialização [36].

O Inconel 625 possui uma microestrutura formada a partir de uma de solução sólida de matriz austenítica reforçada, além disso, também ocorre a formação de diversos tipos de carbonetos, compostos intermetálicos, precipitação de uma fase secundária após transformações [20-37].

A dureza do Inconel 625 é devido ao endurecimento por solução sólida do molibdênio e do nióbio na sua matriz ɣ de níquel-cromo cúbica de face centrada (CFC). Justamente essa combinação níquel-cromo na sua matriz ɣ proporciona uma ótima resistência à corrosão [38-39].

A liga de Inconel 625 possui as seguintes características mecânicas e químicas, conforme Tabela 2 e Tabela 3:

Tabela 2: Propriedades mecânicas do Inconel 625 [40].

Tipo de microestrutura:	CFC – Cúbica de Face Centrada
Densidade:	8,44g/cm³
Coeficiente de expansão:	12,8µm/m.ºC (20ºC – 100ºC)
Ponto de fusão:	1350ºC
Módulo de elasticidade:	205,8GPa (21ºC)
Módulo de torção:	79GPa (21ºC)

Tabela 3: Composição química nominal Inconel 625 (UNS: N06625) segundo o fabricante Special Metals Corporation [38].

Elemento	(%)
Níquel	58,0 min
Cromo	20,0-23,0
Ferro	5,0 máx
Molibdênio	8,0-10,0
Nióbio (mais Tântalo)	3,15-4,15
Carbono	0,10 máx
Manganês	0,50 máx
Silício	0,50 máx
Fósforo	0,015 máx
Enxofre	0,015 máx
Alumínio	0,40 máx
Titânio	0,40 máx
Cobalto[1]	1,0 máx

Com essa composição química, o Inconel 625 é bastante resistente à corrosão em vários meios, desde a temperatura criogênica até a temperatura de 1093°C. Além dessa característica de resistência à corrosão, principalmente à fissura e por pite, o Inconel 625 tem a sua ótima resistência mecânica e tenacidade mantidas. O cromo é o segundo elemento químico mais abundante na superliga de níquel. Devido à grande presença de cromo na sua composição, entre 20,0 e 23,0%, a sua resistência a corrosão melhora, pois ocorre a apassivação continuamente com a formação de Cr_2O_3. O molibdênio, terceiro elemento químico mais abundante, melhora a resistência contra fissuras e à corrosão. Já o nióbio é utilizado contra a sensitização, estabilizando o Inconel durante a soldagem [41-42]. Todas essas características enobrecem a superliga de Níquel, o Inconel 625, pois ela é extremamente requerida em ambientes bastante agressivos e com pouca ou nenhuma manutenção, como é o caso de equipamentos *subsea*.

O Inconel 625 tem como liga matriz a matriz ɣ (gama), além dessa matriz ɣ, há também outras fases, como a fase ɣ' (gama primária) e a fase ɣ'' (gama primária dupla). Existem outras fases, mas são indesejadas as topologicamente compactadas

[1] se determinado

(Topologically Close-Packed – TCP), como: a fase δ (delta), a fase η (eta), fase σ (sigma), fase μ (mi), a fase P e a fase Laves [43-44].

2.2.3.2 Liga Matriz da superliga Inconel 625

Como o Inconel 625 é uma superliga de níquel, possui uma estrutura cristalina cúbica de face centrada. A matriz austenitica ɣ (gama) pode ter um aumento na resistência por solução sólida, precipitação de carbonetos e fases intermetálicas [43-44], conforme Figura 5.

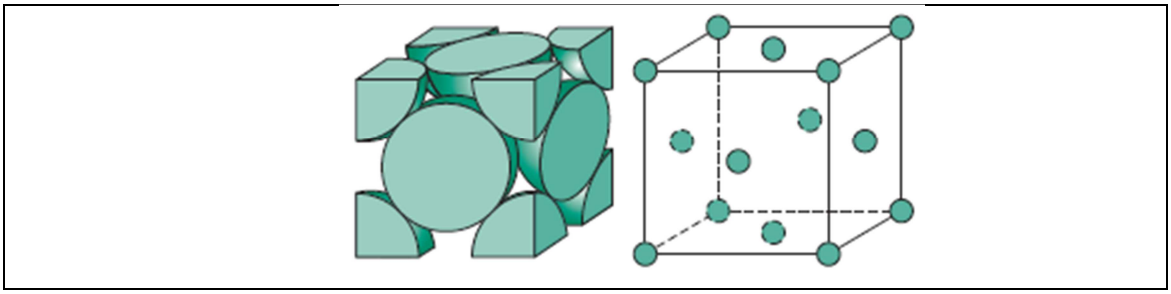


Figura 5: Estrutura CFC (Cúbica de face centrada) do Níquel [45].

Alguns elementos, como ferro, cromo, molibdênio, tungstênio, titânio e alumínio, são endurecedores por solução sólida. Isso ocorre porque há uma introdução de átomos de soluto na rede cristalina, dificultando a movimentação de discordâncias. Com essa introdução dos átomos de soluto, ocorrem deformações devido à diferença dos raios atômicos do soluto com o solvente. Quando os átomos são menores, ocorre o tracionamento e, quando os átomos são maiores, ocorre à compressão. O tungstênio e o molibdênio são mais indicados para as aplicações expostas à alta temperatura, pois possuem um ótimo efeito endurecedor e baixo coeficiente de difusão. O endurecimento por solução sólida deve satisfazer as seguintes condições: ampla faixa de solubilidade na matriz ɣ (gama), elevado ponto de fusão e diferença no tamanho do átomo em relação à matriz ɣ (gama) [43-46].

O endurecimento por formação de carbonetos ocorre com a reação do carbono com os elementos de liga, já que o níquel não é um formador de carboneto. Esses carbonetos podem ser tanto prejudiciais quanto benéficos à superliga. Os carbonetos mais encontrados estão apresentados na Tabela 4, onde M são os elementos de liga formadores de carbonetos.

Tabela 4: Tipo de carbonetos formados com os elementos de liga [37].

Carboneto	Microestrutura	Fórmula
MC	CFC	(Ti, Ta, Nb, Hf, Th)C
M_6C	CCC	$Fe_3(Mo, W, Nb)_3C$, Fe_4W_2C, Nb_3Co_3C, Ta_3Co_3C
M_7C_3	Hexagonal	Cr_7C_3
$M_{23}C_6$	CCC	$(Cr, Fe, W, Mo)_{23}C_6$

O carboneto MC, principal fonte de carbono, pode ser prejudicial para a liga caso esta seja formada nos contornos de grãos, pois reduzem a ductilidade da liga. Com a presença do molibdênio e o tungstênio, são benéficas, pois ajudam na formação do carboneto M_6C. Esse carboneto precipita e controla o tamanho dos grãos, já que tendem a se formar nos seus contornos. O carboneto M_6C aumenta a dureza, diminui a taxa de fluência da matriz em altas temperaturas. No carboneto M_7C_3, o cromo prevalece como metal, precipitando de forma intergranular. Quando esse carboneto é submetido a altas temperaturas, ele pode precipitar de maneira continua e em grandes quantidades nos contornos de grãos. Já o carboneto $M_{23}C_6$, é bastante comum em superligas com alto teor de cromo, podendo conter tungstênio, vanádio, molibdênio e níquel. A precipitação do carboneto $M_{23}C_6$ normalmente ocorre nos contornos de grãos, controlando seu tamanho quando a liga é exposta a temperaturas entre 760°C e 980°C [37,43-44].

Segundo EISELSTEIN et al. [36], SUNDARAMAN et al. [47], SHANKAR et al. [48] e PÉREZ [37], tanto a precipitação da fase intermetálica, que será vista no próximo item, quanto a precipitação de carbonetos acontece quando a superliga Inconel 625 é envelhecida entre 550°C e 750°C [36,37,47,48].

2.2.3.3 Fases da superliga Inconel 625

Na matriz ɣ (gama), ocorre a precipitação de algumas fases, algumas delas benéficas, como as fases ɣ' (gama primária) e ɣ'' (gama primária dupla), melhorando as propriedades da superliga, e outras delas prejudiciais para a liga, reduzindo a tenacidade, a resistência à fadiga e a resistência à ruptura. A Tabela 5 exemplifica a fase e a característica.

Tabela 5: Tipo de fases formadas na matriz ɣ (gama) [37-49,50].

Fase	Microestrutura	Fórmula
ɣ' (gama primária)	CFC	Ni_3Al, $Ni_3(Al, Ti)$
ɣ'' (gama primária dupla)	TCC	Ni_3Nb
δ (delta)	Ortorrômbica	Ni_3Nb
η (eta)	HC	Ni_3Ti
μ (mu)	Romboédrica	$(Fe, Co, Nb)_7(Mo, W, Ni)_6$
Laves	Hexagonal	$Fe_2(Nb, Ti, Mo, Ta)$
σ (sigma)	Tetragonal	FeCrMoNi
P	Ortorrômbica	$Cr_9Mo_{21}Ni_{20}$

A fase ɣ' (gama primária) é uma fase intermetálica do tipo CFC que, quando precipitada, resulta no endurecimento da liga. A precipitação da fase ɣ' (gama primária) ocorre devido ao tratamento térmico de endurecimento. O aumento da resistência é devido fase ɣ' (gama primária), ver Figura 6, e ocorre com o aumento da temperatura até os 800°C. As fases que mais ocorrem nesse tipo de fase da superliga é a Ni_3Al, $Ni_3(Al, Ti)$, podendo o níquel ser substituído pelo cobalto devido à abundância. Essa fase é caracterizada pela grande quantidade de alumínio, titânio e tântalo. Devido à possibilidade da nucleação homogênea com baixa energia, ela se estabiliza ao longo do tempo. O percentual de desalinhamento entre a matriz ɣ (gama) e a fase ɣ' (gama primária) caracteriza a morfologia da fase ɣ' (gama primária), podendo ser esférica, em forma de cubos ou em forma de placas [37,46,49,51].



Figura 6: Micrografia da fase ɣ' precipitada capturada pelo microscópio eletrônico de transmissão [32].

A fase ɣ'' (gama primária dupla) também é uma fase intermetálica metaestável, mas diferente da fase ɣ' (gama primária). Essa fase ɣ'' (gama primária dupla) é do tipo tetragonal de corpo centrado – TCC, ela proporciona um aumento significativo da resistência do material e isso acontece, pois há uma deformação devido ao desalinhamento entre a matriz ɣ (gama) e a fase ɣ'' (gama primária dupla), assim como ocorre na fase ɣ' (gama primária). Em temperaturas superiores a de 700°C, ocorre alterações na microestrutura. Nessas temperaturas, aparece a fase ɣ''(gama primária dupla) Ni_3Nb ao longo das regiões interdendríticas, que melhora ainda mais as propriedades mecânicas por causa do endurecimento por precipitação desta fase ɣ'' (Ni_3Nb), conforme Figura 7. A fase ɣ'' (gama primária dupla) é encontrada em ligas de Ferro-Níquel que contenham nióbio, pois é o nióbio que proporciona resistência à fragilização. Essa precipitação ocorre após o recozimento durante um longo período a essa alta temperatura [20,37,44,49,52-55].



Figura 7: Micrografia da fase de ɣ'' (gama primária dupla) precipitada capturada pelo microscópio eletrônico de transmissão [55].

A fase δ (delta), embora tenha a mesma composição da fase ɣ'' (gama primária dupla) Ni_3Nb, passa a ter estrutura ortorrômbica e uma morfologia agulhada. Esse fenômeno ocorre quando a temperatura de envelhecimento acontece entre 700°C e 950°C. Porém, diferente da fase ɣ'' (gama primária dupla), a fase δ (delta) não é benéfica para a superliga, já que reduz a resistência e a ductilidade [37,44,56]. Segundo SHANKAR et al., a fase δ (delta) pode ser claramente observada quando tratada termicamente a 850°C. Já quando foi submetida a temperatura de 950°C, essa fase foi dissolvida na matriz ɣ (gama), como pode ser observado na Figura 8 [56].

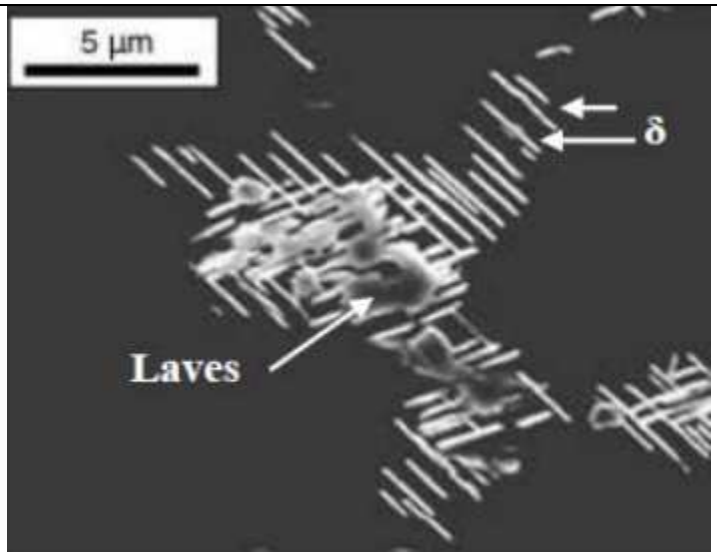


Figura 8: Precipitação da fase δ (delta) capturada através do microscópio eletrônico de varredura [57].

A fase η (eta) possui uma estrutura hexagonal, com uma composição de Ni_3Ti e pode se formar nas principais superligas a base de ferro-níquel, níquel e cobalto. Essa fase, assim como a fase δ (delta), pode prejudicar a ductilidade da superliga se precipitar nos contornos de grãos com a morfologia celular, como pode se observar na Figura 9, além de prejudicar a tenacidade. Caso a morfologia dessa fase seja placas de Widmanstätten, o que será reduzido são a resistência e a tenacidade dela. Essa fase é fácil de ser identificada, pois pode formar partículas grandes, que podem ser observadas em microscópio ótico, reage com a maioria dos reagentes e também difrata raios-X [37,44,58].

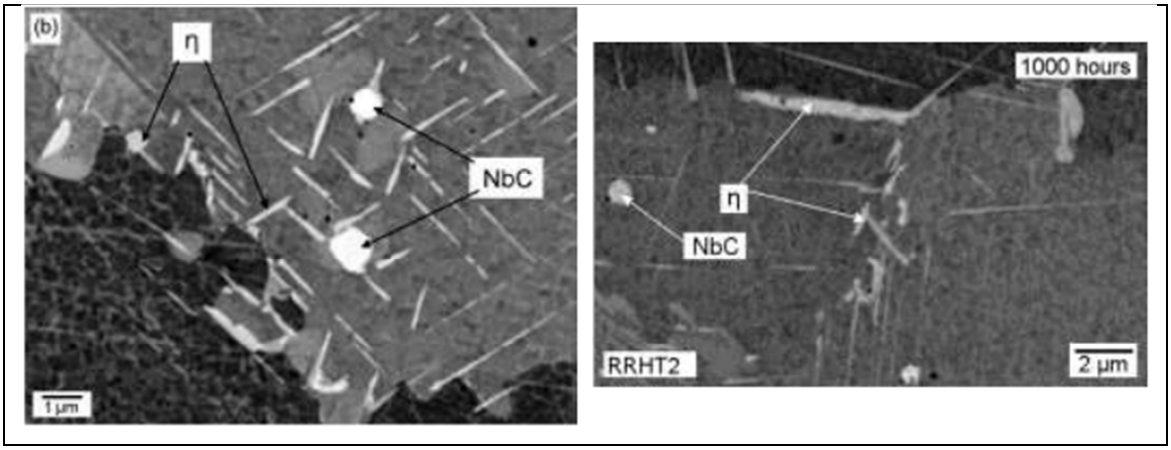


Figura 9: Fase η (eta) [58].

A fase µ (mu) é uma fase intermetálica que possui uma estrutura romboédrica, com sua composição: $(Fe, Co)_7(Mo, W)_6$, Ni_7Cr_6, Fe_7W_6. Essa fase é muito prejudicial, pois, além de reduzir a resistência mecânica, prejudica a resistência a corrosão. O motivo desse efeito prejudicial pode ser devido a baixos teores de cromo, níquel, molibdênio e cobalto. A morfologia dessa fase é na forma de nódulos, glóbulos e placas de Widmanstätten, demonstrado na Figura 10 [44,49,50,59].

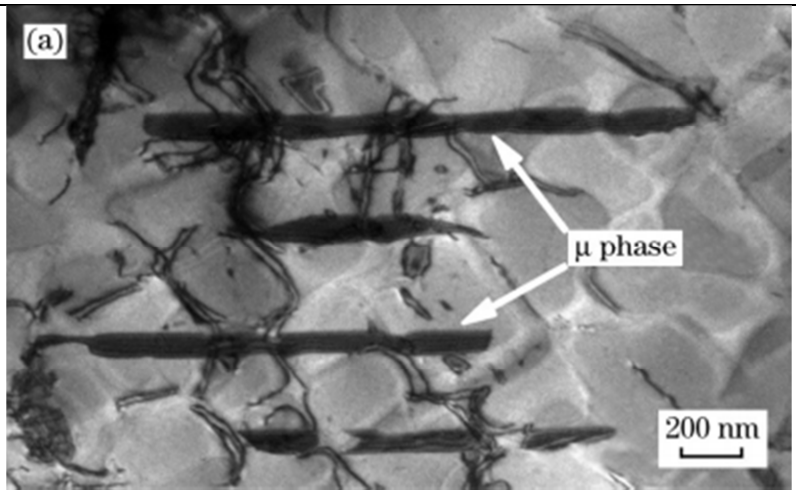


Figura 10: Uma das várias morfologias da fase µ (mu) [59].

A fase Laves é uma fase intermetálica que possui uma estrutura hexagonal, com a sua composição: $Fe_2(Nb, Ti, Mo, Ta)$. Essa fase diminui a resistência ao impacto e também diminui a ductilidade, mas a formação dessa fase pode ser evitada através da homogeneização. A fase Laves pode ser observada na Figura 11 e é mais comum em superligas de ferro-níquel, mas também pode ser encontradas em superligas de Inconel. Veiga et al. [60] encontrou esta fase na superliga de níquel a

Inconel 718. A morfologia é grosseira intergranular, mas poderá precipitar intragranularmente [37,44,49,60].

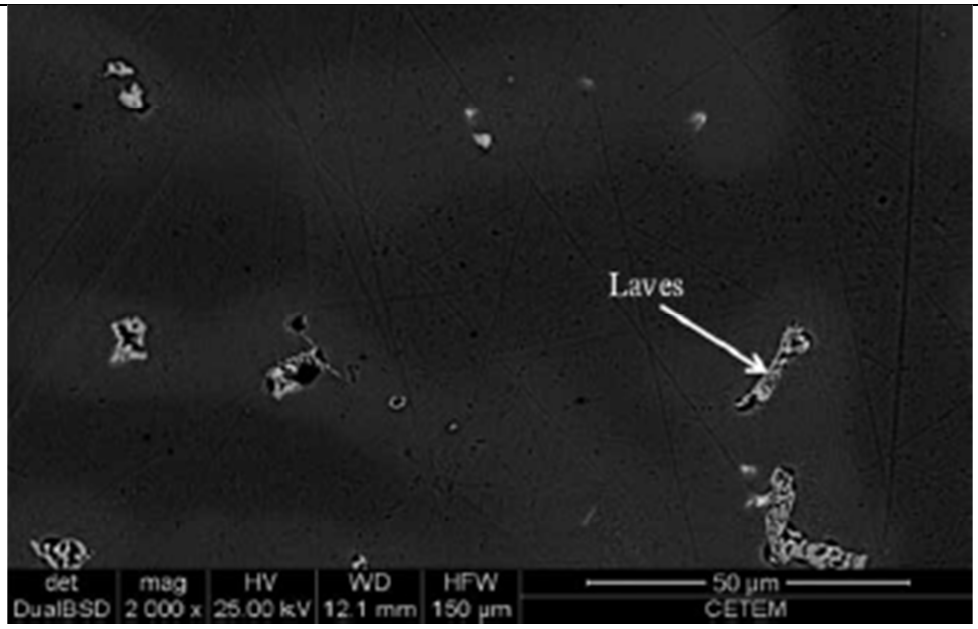


Figura 11: Fase Laves capturada por microscópio eletrônico de varredura [60].

A fase σ (sigma) é uma fase intermetálica de estrutura tetragonal e tem a sua composição: FeCrMoNi. Essa fase σ (sigma) tem a morfologia de placas finas, que são nucleadas em torno de partículas de TiC da matriz ɣ (gama), conforme a Figura 12. Essa fase é formada quando a superliga de níquel é exposta a baixas temperaturas, podendo fratura-la fragilmente, reduzindo significativamente a vida-útil do material. A fase σ (sigma) pode precipitar tanto em forma de placas como também em forma de glóbulos. Quando a fase tem a morfologia de placa, pode ocorrer à formação de trincas, porém, quando a morfologia é globular, ocorre o aumento da resistência à fluência devido à grande quantidade de elementos de liga. Quando essa superliga é submetida à alta temperatura a fase σ (sigma) é formada, diminuindo a resistência do material [37,44,49].

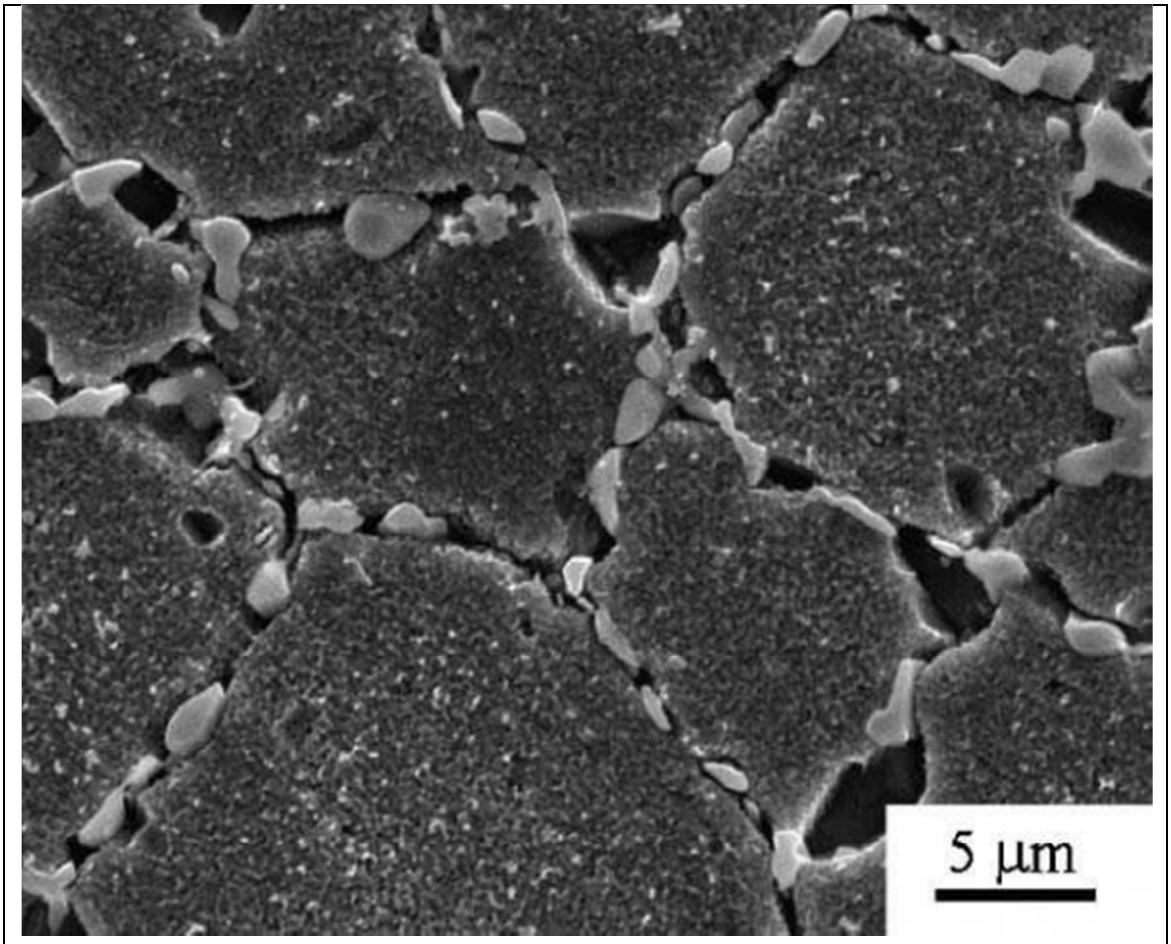


Figura 12: Precipitação da fase σ (sigma) nos contornos da matriz ɣ (gama) [32].

A fase P (Figura 13) normalmente é encontrada nas ligas de ferro – cromo – molibdênio, mas pode ser encontrada em ligas de Inconel, como vista por Silva [49]. Essa fase possui uma estrutura ortorrômbica e sua composição é bastante parecida com a da fase σ (sigma). Essa composição similar dá origem aos mesmos problemas da fase σ (sigma), como a escassez de molibdênio e de tungstênio, afetando diretamente a resistência a corrosão. Essa fase apresenta diversas formas como: celular, em placas e agulhas de Widmanstätten [49].

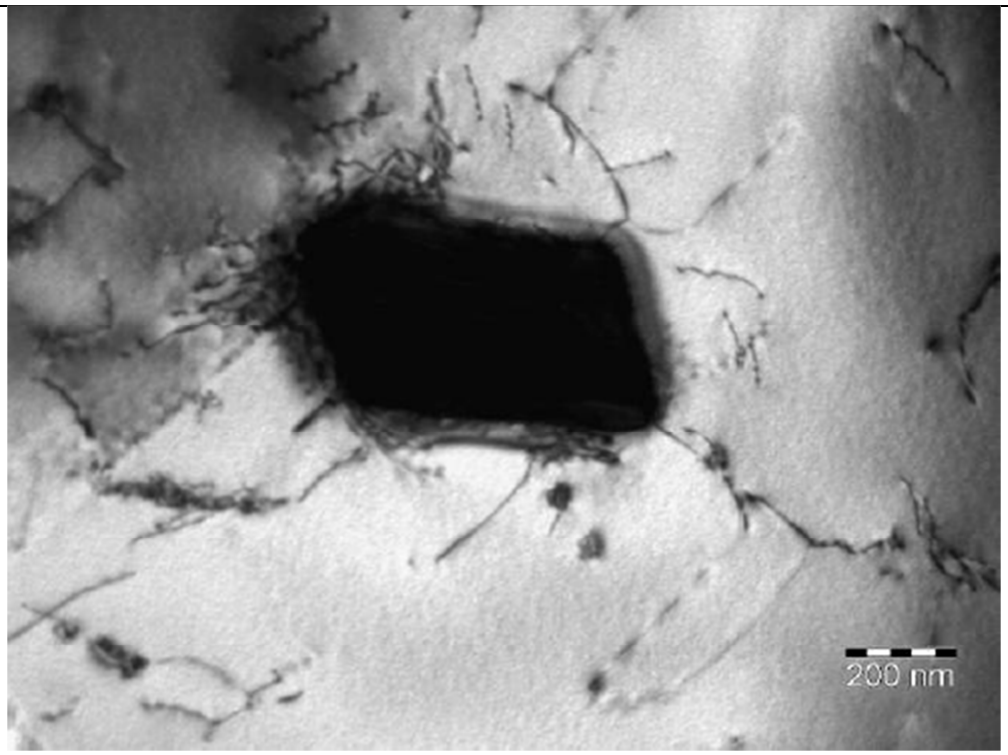


Figura 13: Fase P identificada por Silva através da difração de elétrons [49].

2.2.3.4 Microestrutura de revestimentos de ligas de níquel

A microestrutura, assim como a sua composição química, variam de acordo com o substrato e o revestimento, além disso, a diluição afeta diretamente essas propriedades. As microestruturas variam de acordo com a região estudada na matriz austenítica, podendo encontrar: microestruturas celular dendrítica, colunar dendrítica, podendo ocorrer a formação de martensita, além de microestruturas precipitadas cuboidais e multiforme (bastonetes e eutéticos lamelares). Na Zona Fundida, as microestruturas no formato de bastonetes e eutética lamelar são bastante comuns [61].

As dendritas são estruturas formadas no contorno dos grãos devido ao resfriamento mais lento quando comparada com o grão [45].

A martensita é formada devido ao resfriamento brusco do metal, não havendo tempo para o material ter uma transição de microestrutura, formando assim, uma região extremamente dura e frágil [45].

Os parâmetros de soldagem, como a velocidade de soldagem, a temperatura de pré-aquecimento, o tipo de resfriamento, entre outros parâmetros, também afetam

diretamente o tipo de microestrutura formada e a composição química. Como a formação de eutéticos de fase Laves, responsáveis por trincas de solidificação [61].

A diluição é muito importante, porque, caso a diluição do substrato seja demasiada, o revestimento fica empobrecido, uma vez que a composição do revestimento costuma ter mais elementos de liga. No caso do Inconel 625, uma superliga de NiCrMo, como revestimento e o AISI 8630, aço carbono baixa liga, como substrato, a diluição excessiva pode alterar a microestrutura, a composição química e as propriedades mecânicas do material.

O tipo de resfriamento está diretamente relacionado à formação da microestrutura, podendo esta ser mais grosseira, mais fina, formar fases benéficas, fases prejudiciais entre outras.

2.3 Ensaios de Corrosão

Os ensaios de corrosão são extremamente úteis para simular o meio em que o material será submetido. Essa simulação acelera o processo de corrosão, a fim de caracterizar e avaliar os danos sofridos pelo material.

Gentil [3] entende que os ensaios de corrosão são ensaios utilizados para caracterizar a agressividade de um meio corrosivo e fornecer fundamentos básicos para o controle de corrosão.

Roberge vai além, explicando a importância do ensaio na seleção e na utilização dos materiais na indústria extremamente competitiva. O autor define que os ensaios de corrosão são provavelmente os meios mais simples para evitar o uso de materiais em condições inadequadas ou um material mais caro do que o necessário. Roberge também explica que o ensaio de corrosão é essencial para a pesquisa de novos materiais e o desenvolvimento dos materiais já existentes, sendo muito útil no meio acadêmico. Além de todas essas importâncias já citadas, Roberge também conclui que os ensaios de corrosão podem ser usados no controle de qualidade como um meio adicional de garantia [7].

Para Freitas, o mercado está sempre com soluções inovadoras para evitar a corrosão e as indústrias estão sempre avaliando esses novos materiais, a fim de constatar se esses novos materiais atendem as suas necessidades. Então, os ensaios de corrosão se tornaram a melhor maneira para a avaliação dessa característica [62].

Os ensaios de corrosão são divididos em duas grandes categorias: ensaios realizados em laboratório com as condições controladas e ensaios realizados em campo ou em condições naturais de serviço [3,7].

Os ensaios de laboratórios utilizam amostras do material que será utilizado e um ambiente simulando de forma mais fiel possível ao meio que irá atuar. As condições do ensaio podem ser mantidas constantes e também podem ser aceleradas, com o intuito de obter resultados mais rápidos [3].

Esses ensaios em laboratório são feitos com produtos químicos, sob condições rigorosamente controladas. Cada ensaio deve ser reproduzido com uma duração necessária para que o fenômeno possua um regime estacionário, não sendo nem muito rápido, nem muito lento. Caso o ensaio seja feito com tempo muito baixo, poderá não ter tempo suficiente para o início das reações. Caso o ensaio seja muito demorado, será demandado um tempo desnecessário. Se as condições nos ensaios de corrosão puderem reproduzir as condições de operação, podemos entender que os resultados serão fiéis. Porém, alguns aspectos, como fouling e o biofouling, são difíceis de reproduzir, mas, mesmo assim, os resultados são próximos dos reais [3].

Esses ensaios de laboratório fornecem uma previsão do que pode acontecer na prática. No entanto, o tempo necessário para que essa previsão ocorra de forma correta depende do fim a que se destinam e da natureza dos ensaios. Ensaios de corrosão em laboratório são realizados de tempos que variam de alguns minutos ou até mais de um ano.

Os ensaios de corrosão são úteis não apenas para avaliar a corrosão sofrida por um material, mas também para indicar o material mais adequado ao ambiente de trabalho a que ele é exposto. Algumas outras características são determinantes para a seleção de material, como o produto armazenado ou transportado. Isso se deve ao fato do produto armazenado ou transportado não poder sofrer contaminação com os óxidos que se desprendem do material. Esse efeito do material no produto, também pode ser avaliado em ensaios de corrosão, assim como a avaliação do material que reveste irá satisfazer as especificações e também avaliar se o processo de soldagem foi bem executado, pois um processo de soldagem mal executado resulta em uma diluição demasiada, afetando diretamente a composição química, a microestrutura e as propriedades mecânicas do material [3].

Os ensaios de campo, diferente dos ensaios de laboratórios, são normalmente muito mais reais em relação às condições de operação requeridas pelo equipamento, mas tem uma grande desvantagem, pois o tempo de ensaio tem a duração de vários

meses a muitos anos. Esse tipo de ensaio ocorre à presença tanto do fouling quanto o do biofouling, que é muito difícil a reprodução em ensaios de laboratórios. Alguns testes realizados levaram mais de meio século em instalações bem estabelecidas ao ar livre segundo Roberge. Alguns ensaios de campo consistem em apenas expor o material em seu ambiente de trabalho, mas também pode ocorrer a aceleração das condições corrosivas em condições particulares de serviço. Nos ensaios de campo, as condições de ataque são muito mais variáveis e às vezes não controláveis [3,7].

Os ensaios de campo podem não somente utilizar amostras do material, como os ensaios de laboratório, mas também podem utilizar equipamentos inteiros para serem testados como um todo [3]. As finalidades dos ensaios de corrosão de campo, em sua maioria, são as mesmas dos ensaios de corrosão em laboratório: avaliar a corrosão sofrida pelo material, avaliar novos materiais e avaliar se o processo de soldagem interferiu nas propriedades do equipamento. Além dessas finalidades, o ensaio de corrosão de campo é também utilizado para monitorar de forma constante a corrosão do equipamento em operação. Esses ensaios ajudam significativamente no planejamento da manutenção do equipamento, reduzindo os custos e minimizando a possibilidade de paralisação da produção inesperadamente. Esse tipo de ensaio é muito eficiente para estimar a vida-útil do equipamento, principalmente pela proximidade das condições de operação.

2.3.1 Métodos de avaliação eletroquímica

O processo de corrosão é um processo eletroquímico, isso porque envolve a transferência de elétrons entre dois reagentes, um sofrendo oxidação e outro sofrendo redução. Por esse motivo, os métodos de avaliação eletroquímicos são amplamente difundidos na engenharia em estudos, controle e monitoramento do fenômeno da corrosão [7].

A avaliação eletroquímica é utilizada para caracterizar a degradação do material. Esse tipo de avaliação é extremamente eficaz, pois ela pode ser caracterizada antes mesmo da corrosão ser visível. Além desse benefício, o método de avaliação eletroquímica pode ser considerado um ensaio não destrutivo, uma vez que o material não sofre danos significativos. Os revestimentos, assim como quaisquer outros materiais metálicos, têm as suas propriedades corrosivas avaliadas pelo ensaio eletroquímico, logo, com esse processo, é possível comparar o substrato com o revestimento [7,63].

2.3.1.1 Potencial de circuito aberto e curvas de polarização

O Potencial de Circuito Aberto (do inglês (*Open Circuit Potential*) OCP) é um método de avaliação de corrosão que monitora o potencial dos eletrodos: o eletrodo de trabalho e o eletrodo de referência em relação ao tempo. Esse método é caracterizado por não haver aplicação de potencial nem de corrente, ou seja, é um processo espontâneo. Através desse método, podemos obter o potencial de circuito aberto e também o tempo mínimo até que ocorra a estabilização, e é de fácil determinação experimental, pelo fato de que, após o metal assumir um potencial, é necessária apenas uma medição direta comparando com o eletrodo de referência [7,63].

Os experimentos são geralmente projetados para alcançar uma situação estacionária, consequentemente, sem o fluxo de corrente, a tensão correspondente a essa corrente é definida como o potencial de circuito aberto. A medição de potencial de circuito aberto (OCP) tem sido uma técnica importante para investigar vários processos eletroquímicos, como a corrosão de metais. Essa medição é feita em relação ao tempo. Se nessas curvas de potência *versus* tempo o potencial diminui, indica que o material tem uma menor resistência à corrosão, mas caso a curva apresente um aumento no potencial, isso indicará que o material tem uma maior resistência à corrosão [19,64].

Esse potencial de circuito aberto é dado pela interseção das duas curvas de polarização (E(V) *versus* i), a anódica e a catódica (curvas de Tafel), esse ponto de é chamado de E_C. Além do E_c, é também obtido o i_{corr} (densidade de corrente de corrosão), sendo essa medida direta da velocidade de corrosão, como mostra a Figura 14. Este ponto tem a velocidade igual das reações catódicas e anódicas, onde a corrente total do sistema é igual a zero. As curvas de polarização verificam a agressividade das soluções a que são submetidas e o seu respectivo efeito sobre o metal, verificado através das correntes [65].

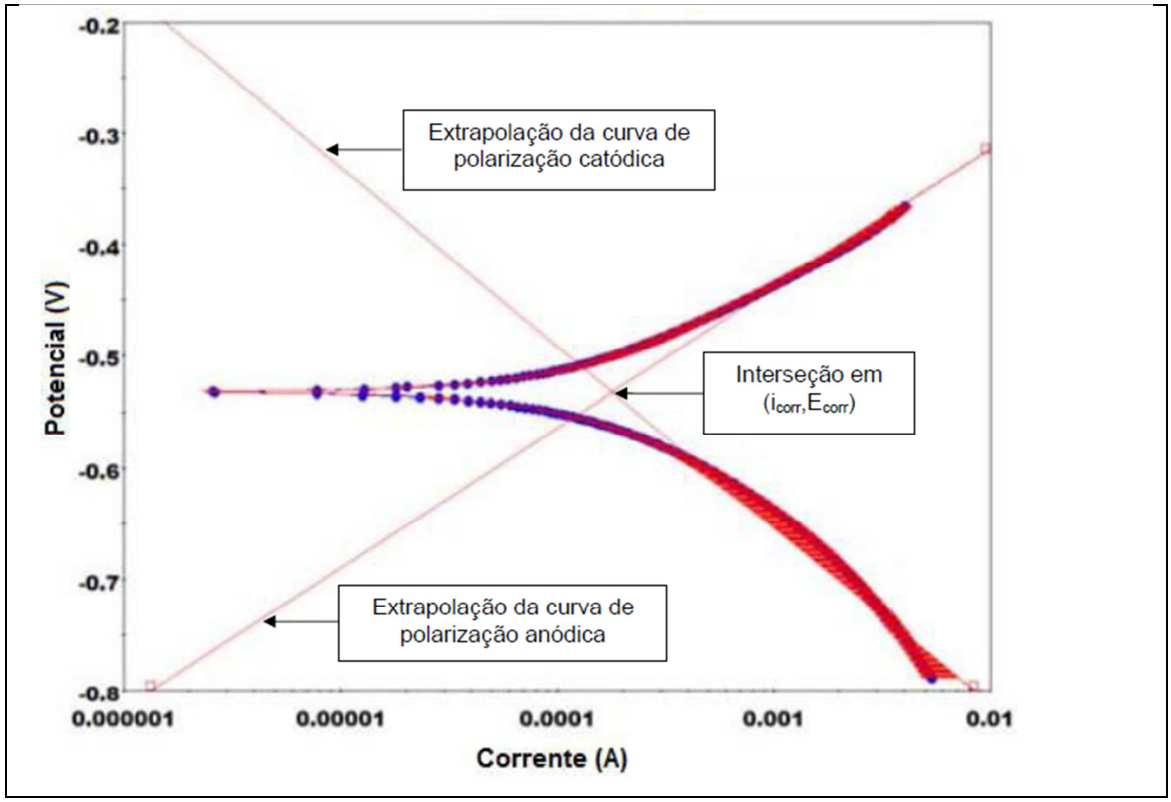


Figura 14: Curvas de Tafel onde se obtem os pontos E_c e i_{corr} [66].

A realização do ensaio de potencial de circuito aberto (OCP) é esquematizado na Figura 15.

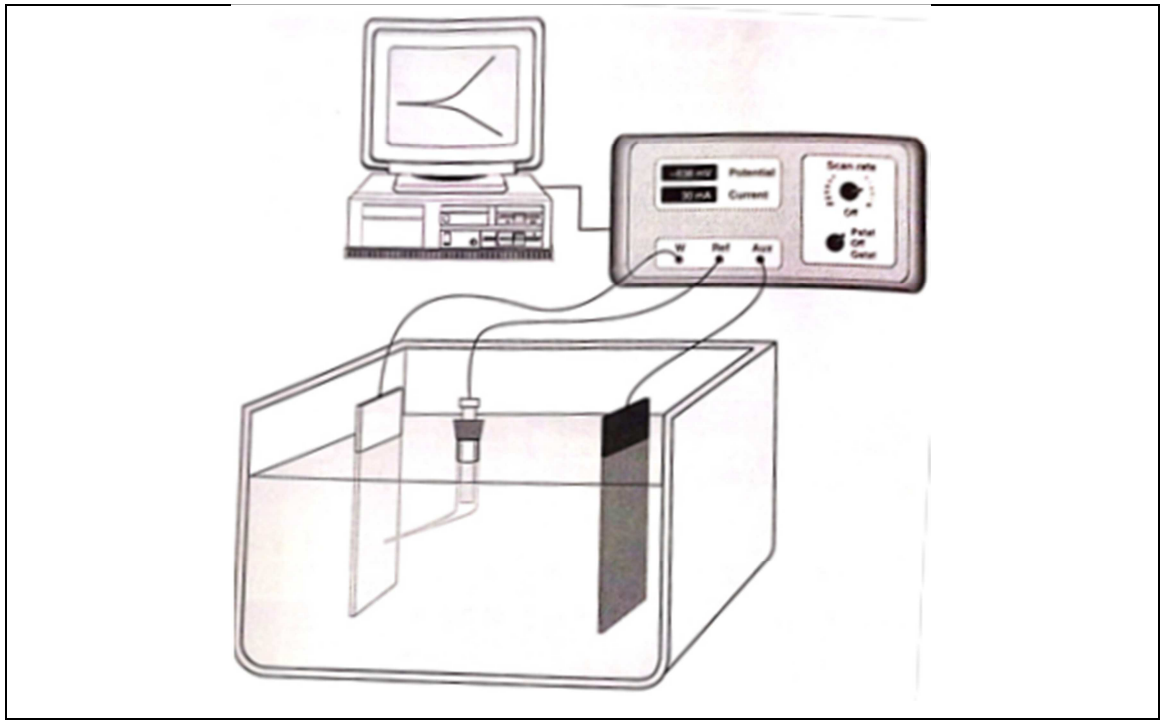


Figura 15: Esquema da montagem do ensaio de potencial de circuito aberto [7].

A Figura 15 mostra o esquema de potência potenciostato/galvanostato, usado para enviar a corrente através do eletrodo de trabalho (W) enquanto o eletrodo auxiliar (AUX) monitora o potencial do eletrodo de trabalho com um eletrodo de referência (REF). Essas variações são registradas no computador para que posteriormente sejam gerados gráficos [7].

Na polarização catódica (direção mais negativa) o eletrodo de trabalho (W) é transformado catodo, ocorrendo, assim, a deposição de elétrons, muitas vezes há até uma deposição. Logo em seguida, ocorre a polarização anódica (direção mais positiva), onde o eletrodo de trabalho (W) volta a sua condição de anodo, ocorrendo, então, remoção de elétrons.

2.3.1.2 Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS)

A espectroscopia de impedância eletroquímica é um excelente método para medir taxa de corrosão em metais. Essa técnica vem sendo utilizada desde a década de 1960 e consiste na medição da resistência do eletrodo de trabalho (W) para o eletrodo auxiliar (AUX) através do eletrólito. A medida de impedância eletroquímica (ou impedância AC) é feita em uma série de frequências predeterminadas com um pequeno sinal senoidal. Essa pequena excitação resulta em um sistema pseudolinear. O fato deste método utilizar uma amplitude de sinais muito pequena faz com que as propriedades do material não sejam afetadas [7,65].

Para esse método, o tempo de medição do ciclo é muito importante, principalmente em baixas frequências. Uma medição de frequências em baixa frequência pode demandar tempo excessivo, logo, são feitas simplificações para que haja maior agilidade a medição [7].

O campo elétrico é dado por:

$$E(t) = E_0 * sen(\omega t) \quad (1)$$

Onde: E_0 - Amplitude do sinal de potencial

ω – Frequência angular

t – Tempo

Enquanto a corrente é dada por:

$$I(t) = I_0 * sen(\omega t + \theta) \quad (2)$$

Onde: I_0 - Amplitude do sinal de potencial

ω – Frequência angular

t – Tempo

θ – Fase de onda

Como a Lei de Ohm também é válida para a eletroquímica, a impedância é obtida através de:

$$E = Z * I \quad (3)$$

$$E(t) = Z * I(t) \quad (4)$$

$$\mathrm{Z} = \frac{\mathrm{E(t)}}{\mathrm{I(t)}} \quad (5)$$

$$Z = \frac{E_0 * sen(\omega t)}{I_0 * sen(\omega t + \theta)} \quad (6)$$

Representando por coordenadas cartesianas, temos:

$$Z(\omega) = Z_{real} + jZ_{imag} \quad (7)$$

E representando por coordenadas polares, temos:

$$Z(\omega) = |Z(\omega)|e^{j\theta} \quad (8)$$

Dois tipos de diagramas são utilizados para representar essa impedância: os diagramas de Nyquist e o diagrama de Bode. O diagrama de Nyquist é um gráfico em que a parte real está em função da parte imaginária, enquanto o diagrama de Bode é um gráfico que relaciona a frequência angular com o módulo de Z e/ou o ângulo de fase. O diagrama de Bode pode ser representado no módulo de Z e o ângulo de fase em relação à frequência angular pode ser representado em um só gráfico, como também separadamente [66,67].

A obtenção do módulo de Z para a utilização do diagrama de Bode é por meio de:

$$|Z| = \sqrt{(Z_{real})^2 + \left(Z_{imag}\right)^2} \quad (9)$$

Diagrama de Nyquist – Esse diagrama normalmente possui a forma de um semicírculo e é um gráfico de impedância em que a parte real está em função da parte imaginária, conforme a Figura 16. O ponto mais alto do semicírculo representa a resistividade máxima do material. O R_Ω é a resistência do eletrólito e sempre está presente e o R_p é a resistência à polarização.

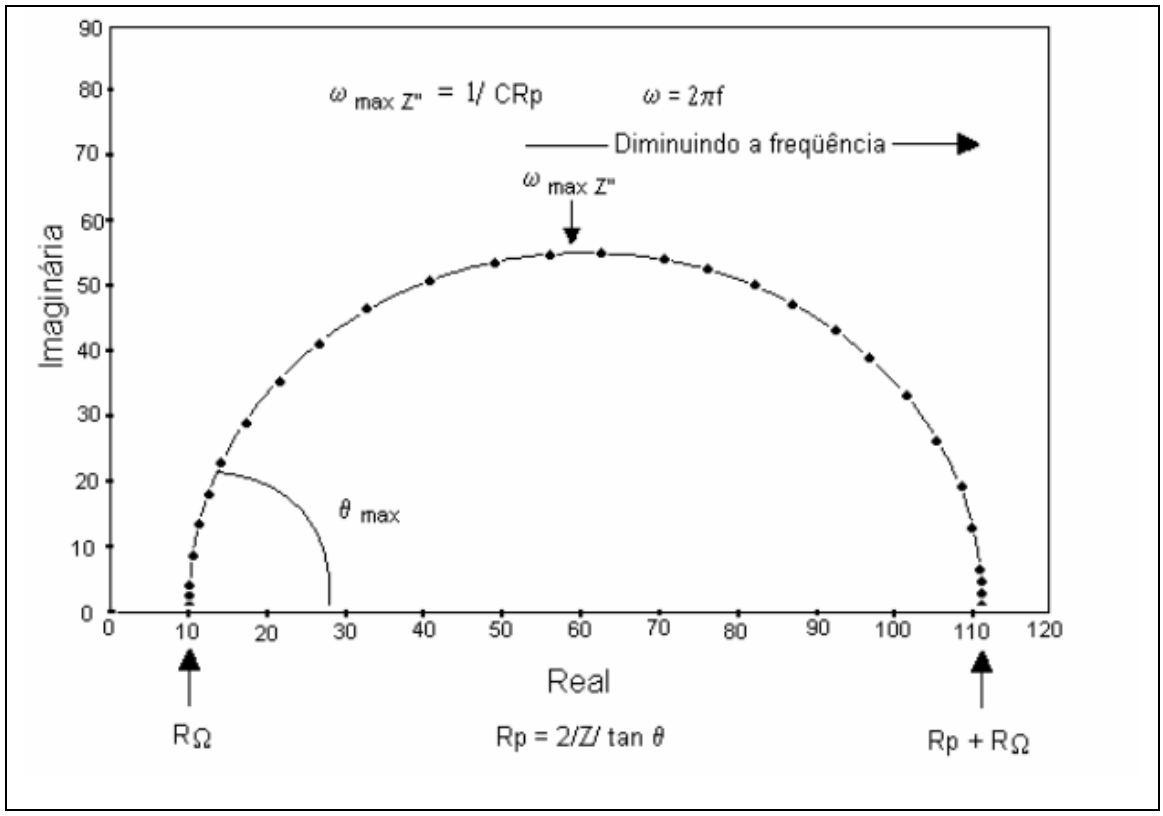


Figura 16: Exemplo de um gráfico de Nyquist [67].

Diagrama de Bode – o diagrama de Bode complementa o diagrama de Nyquist, em que quanto maior o ângulo de fase e quanto maior a impedância mostra que há uma maior resistência, como pode ser observado na Figura 17. Logo, como há essa maior resistência à passagem da corrente, haverá também uma maior resistência à corrosão.

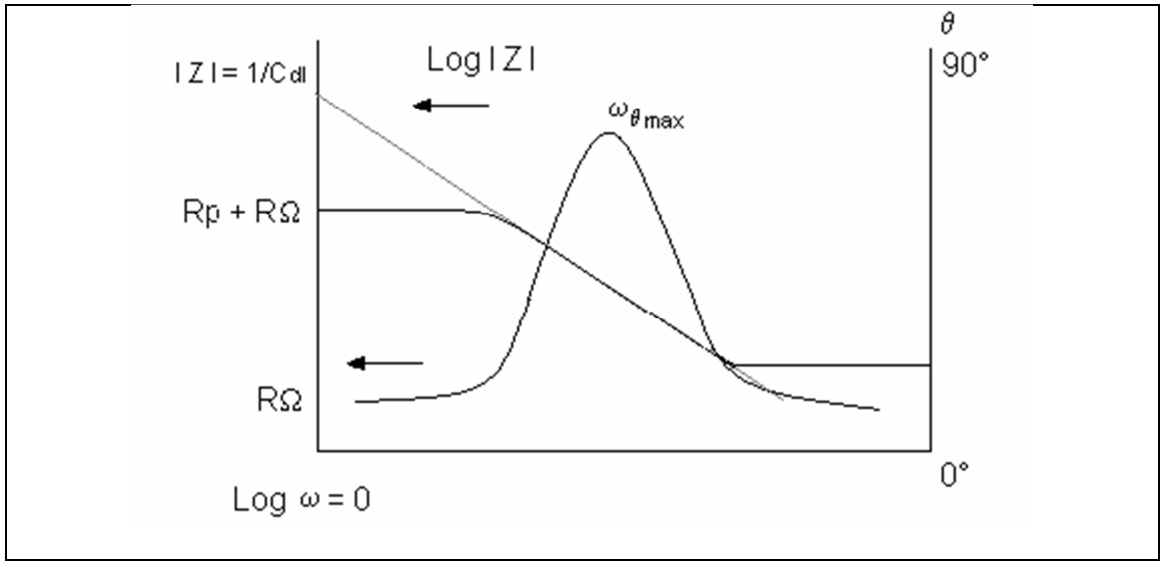


Figura 17: Exemplo de um diagrama de Bode unificado em um só gráfico [67].

2.4 Difração de raios-x

A difração de raios-x é uma técnica que pode ser utilizada para caracterizar um material. No caso dessa dissertação, essa técnica será utilizada para quantificar e identificar as fases formadas na matriz ɣ (gama) do níquel.

A técnica de difração de raios-x consiste na emissão dos raios na direção do material que será analisado, considerando que o comprimento das ondas são iguais as distancias entre os planos atómicos. Esses raios são espalhados em vários ângulos, e este processo é chamado de difração. Obedecendo a lei de Bragg, não há perda de energia dos elétrons dos átomos quando estes são atingidos pelos raios-X. A lei de Bragg relaciona os feixes difratados com o comprimento da onda λ que incide e a distancia dos planos cristalográficos. Como não há perda de energia, apenas a direção dos raios-X é alterada e o comprimento da onda é mantido, conforme Figura 18 [68-72].

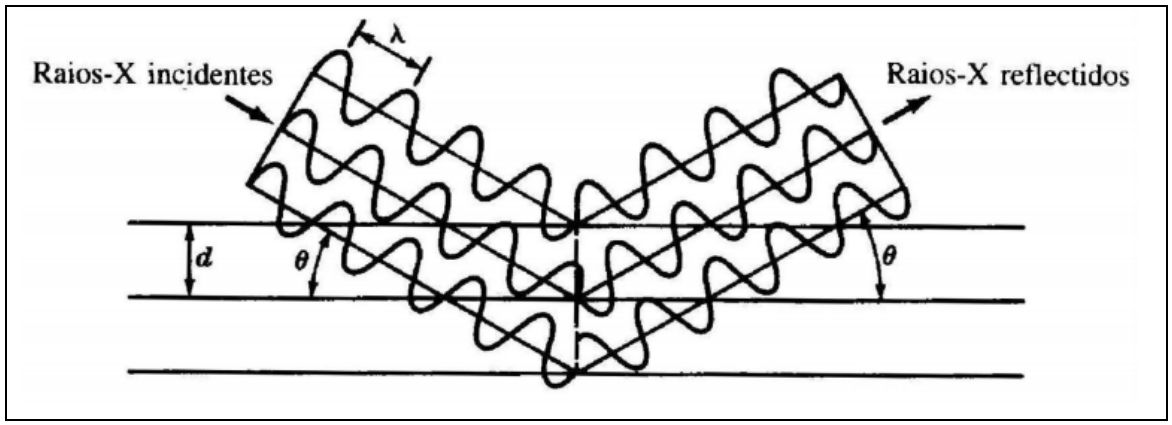


Figura 18: Difração de raios-X segundo a lei de Bragg [69].

A lei de Bragg é expressa pela equação:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \quad (10)$$

Onde: n – ordem da difração

O método mais utilizado para a difração de raios-x é o do pó, principalmente na área metalúrgica, que fornece informações estruturais. Neste método o pó é colocado no feixe de raios-x, monocromático. As partículas não estarão orientadas, porém algumas partículas irão coincidir satisfazendo a lei de Bragg, com isso o feixe será difratado. Esse método não se limita apenas a utilização do pó [69-70].

Nos dias atuais, essa técnica utiliza o computador para processar e registrar os resultados. Na Figura 19 pode ser visto o esquema de um difratômetro moderno [70].

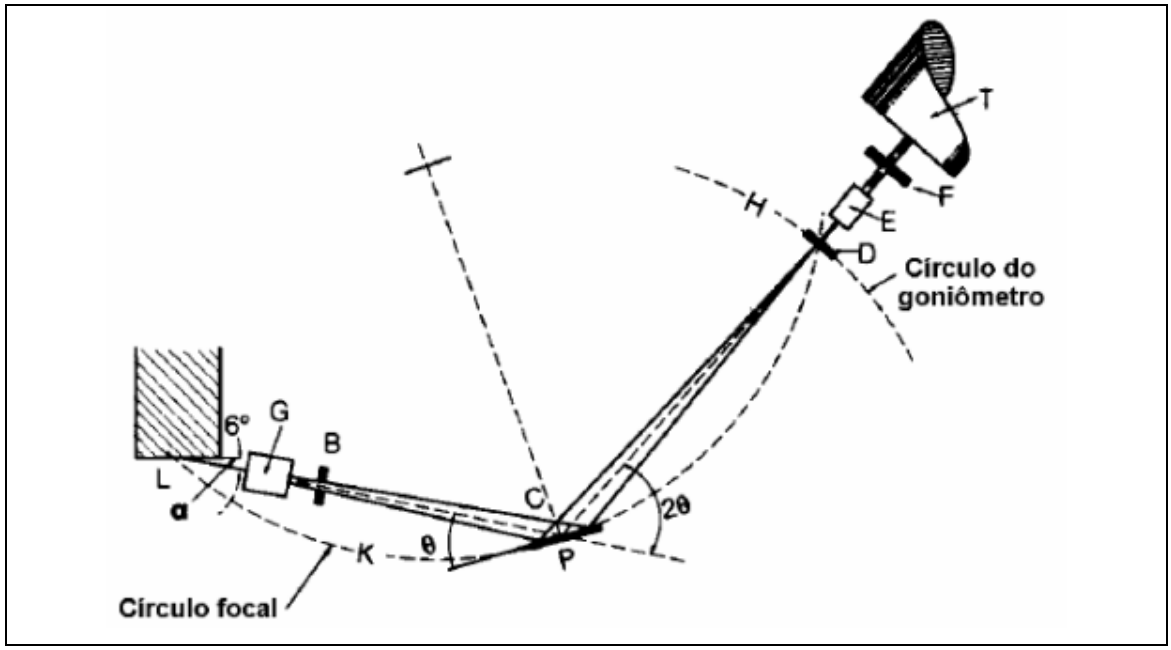


Figura 19: Esquema de um difratometro moderno [70].

O ensaio de difração de raios-X irá gerar difratogramas, que são gráficos de intensidade *versus* 2θ. Os difratogramas registram picos de reflexão dos raios-X, caracterizando as fases presentes nas amostras, conforme Figura 20.

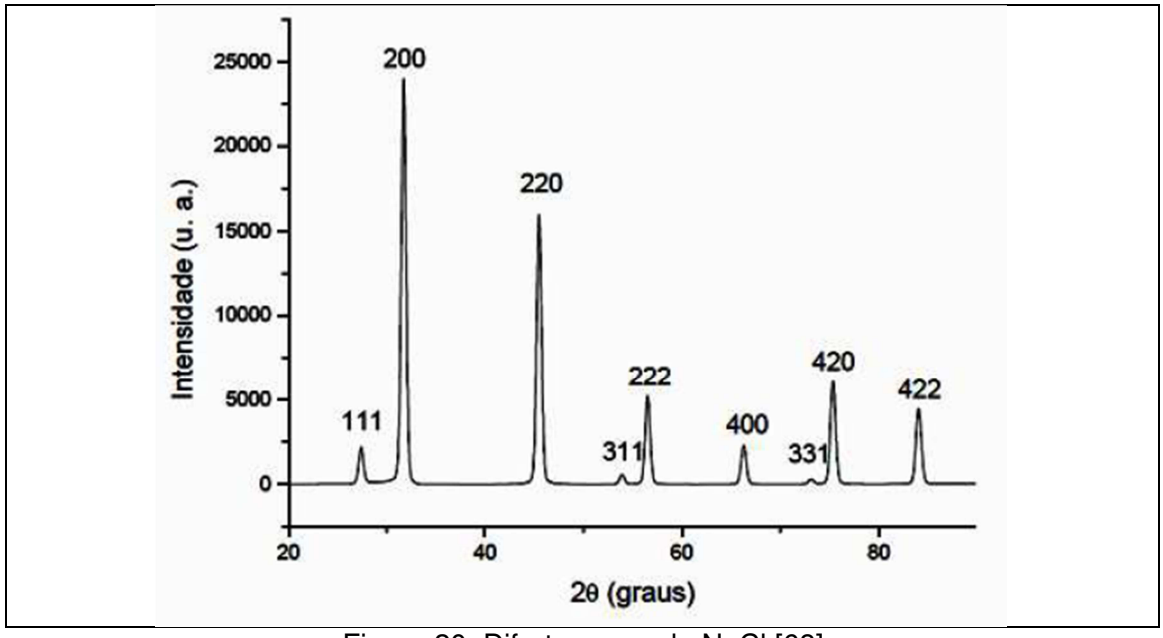


Figura 20: Difratograma do NaCl [68].

Com o difratograma e os picos de intensidade registrados, é possível caracterizar as fases da amostra por através de uma comparação com padrões de

referência. Nessa comparação, os maiores picos de cada composto são comparados com os picos registrados pelo difratograma. A identificação é feita caso ocorra a coincidência de valores ou, caso isso não ocorra, a quase coincidência [68-72].

CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Corpo de prova

Para este trabalho, será utilizado um corpo de prova de substrato AISI 8630 com o revestimento de Inconel 625 para a realização de difração de raios-x, ensaios de microdureza e de corrosão.

3.1.1 Obtenção do corpo de prova

Para a obtenção dos corpos de prova utilizados nesta dissertação, um substrato AISI 8630 e um consumível de Inconel 625 foram soldados por meio do processo TIG semiautomático. Os corpos de provas possuem diferentes temperaturas de pré-aquecimento, essas temperaturas de pré-aquecimento foram variadas de 50°C em 50°C, em que o primeiro corpo de prova foi pré-aquecido a 50°C e o último corpo de prova foi pré-aquecido a uma temperatura de 500°C. A Figura 21 mostra de onde foram retirados os corpos de prova e algumas temperaturas de preaquecimento identificadas na própria figura. Os corpos de prova utilizados nesta dissertação foram os mesmos utilizados por Silva na avaliação da soldagem da superliga de níquel [43].

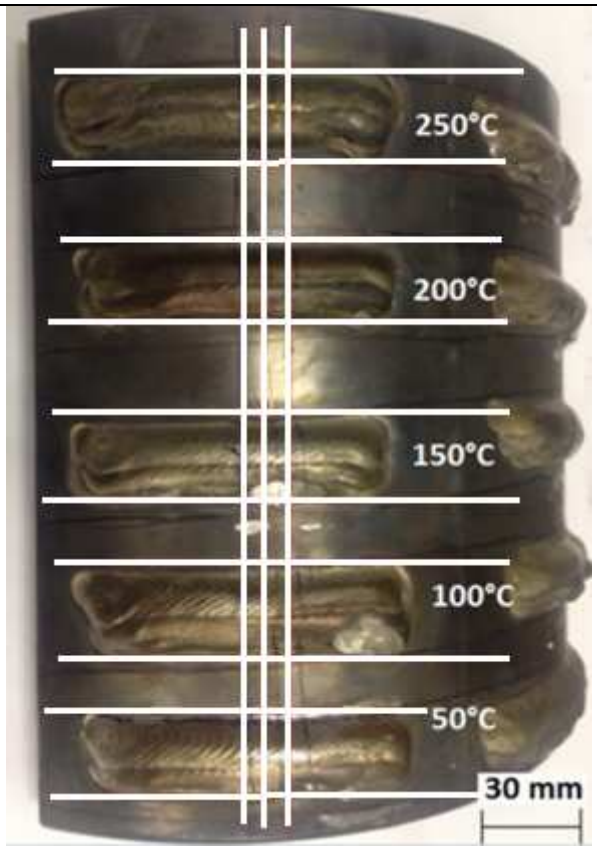


Figura 21: Corpo de prova com as temperaturas de pré-aquecimento identificadas, as linhas de corte estão representadas pelas linhas brancas [43].

3.1.1.1 Propriedades do corpo de prova

O substrato, um aço carbono baixa liga AISI 8630, foi fornecido pela empresa Howco Group, enquanto o consumível, uma superliga de níquel (Inconel 625), foi fornecido pelo fabricante Special Metals. O substrato foi fornecido em forma de uma barra com 8,50” de diâmetro externo e 29,80” de comprimento. Desse substrato, foi usinado o corpo de prova de 5,00” de diâmetro interno e 10,00” de comprimento conforme Tabela 6, Tabela 7 e Tabela 8 e Tabela 9 de acordo com o fabricante Special Metals.

Tabela 6: Composição química do substrato AISI 8630 [43].

Elementos	Especificação (%)	Encontrado (%)
Carbono	0,25 – 0,33	0,3150
Manganês	0,70 – 1,10	0,8800
Cromo	0,85 – 1,00	0,9400
Molibdênio	0,35 – 0,45	0,4000
Níquel	0,75 – 0,90	0,8100
Silício	0,15 – 0,35	0,3000
Fósforo	0,025	0,0080
Enxofre	0,025	0,0120
Vanádio	0,06	0,0020
Cobre	0,25	0,1800
Titânio	0,06	0,0010
Alumínio	0,035	0,0200

Tabela 7: Propriedades mecânicas encontradas no substrato AISI 8630 [43].

Localização Ensaio Tração	Direção Longitudinal	Rp 0,2% (Escoamento) (MPa)	Rm (Ruptura) (MPa)
1/4 T	**Longitudinal**	517 a 655	655 a 786
Resultados	**Longitudinal**	589	744

Localização Ensaio Charpy	Direção	Rp 0,2%	Lat. Exp.	Cisalhamento
1/4 T	**Longitudinal**	42/28	0,000 min	----
Resultados (Joules)	**-46°C**	59 80 70	0,71 0,99 0,76	20 20 20

Tabela 8: Tratamento térmico do substrato AISI 8630 [43].

Tipo	Temperatura (°C)	Tempo de Patamar
Normalização	900	3 horas
Têmpera	870	3 horas
Revenido	680	9 horas

Tabela 9: Composição química nominal Inconel 625(UNS: N06625) [7].

Elemento	AWS (%)
Carbono	0,10
Cromo	21,5
Níquel	Restante
Ferro	2,5
Molibdênio	9
Cobalto	3,6

3.1.2 Pré-aquecimento

Para realizar a deposição do revestimento com o Inconel 625, os substratos foram submetidos a um pré-aquecimento. Resistências elétricas foram utilizadas para aquecer o substrato, garantindo que seria aquecido por igual. Para reduzir a troca de calor com o ambiente, uma manta de cerâmica cobriu as resistências (Figura 22).

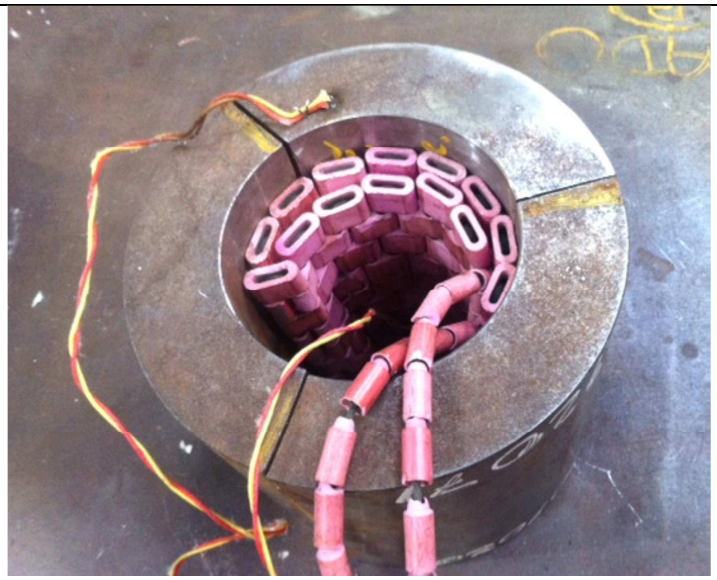


Figura 22: Detalhe da montagem do corpo de prova [43].

Silva [43] explica que termopares foram soldados na peça, com o objetivo de controlar a temperatura a que a peça era submetida. O controlador de temperatura possuía um mostrador digital (Figura 23), além de um alarme sonoro. Esse mesmo controlador foi programado de acordo com a temperatura requisitada.



Figura 23: Aspecto do controlador de temperatura do substrato [43].

Uma escova rotativa de aço inoxidável foi utilizada para preparar o corpo de prova, assim como um removedor, com o objetivo de retirar resíduos de graxa, óleos e impurezas que possam contaminar a amostra.

3.1.3 Parâmetros de soldagem

Uma soldagem com diluição insuficiente pode ser prejudicial, pois não há a penetração necessária. Já uma soldagem com diluição excessiva, irá fundir demasiadamente o substrato, que, no caso do cladeamento, irá deixar o revestimento com propriedades inferiores às requisitadas, já que um revestimento possui uma composição química mais nobre que o substrato [73].

Os parâmetros de soldagem são: tensão, velocidade de soldagem, corrente de pico e de base, vazão do gás, tipo de gás etc. [74].

Os parâmetros de soldagem segundo Silva [43] foram necessariamente os mesmos, com exceção da temperatura de pré-aquecimento do substrato (Tabela 10). Os parâmetros de soldagem como tensão, correntes de pico e base, velocidade de soldagem, corrente do arame (corrente do Hot Wire), velocidade do arame, entre outros parâmetros, foram programados, na máquina do fabricante Fronius, possibilitando uma soldagem automatizada.

Tabela 10: Parâmetros utilizados no processo de soldagem [43].

Parâmetros de soldagem utilizados							
Tensão	**Corrente de pico**	**Corrente de base**	**Pulso**	**Velocidade do arame**	**Velocidade de soldagem**	**Corrente hot wire**	**Aporte térmico máximo**
12 V	280 A	180 A	200/200 ms	41,67 mm/s	4,17mm/s	50 A	8,98 KJ/mm

Como o processo de soldagem utilizado foi o TIG/GTAW (Tungsten Inert Gas/ Gas-Shielded Tungsten Arc Welding), o eletrodo foi necessariamente o de Tungstênio com 3,2mm de diâmetro, com adição de 2% de cério como elemento de liga. A alimentação do arame é automática e a afiação do eletrodo é a mesma (Figura 24), devido a recomendação do fabricante.

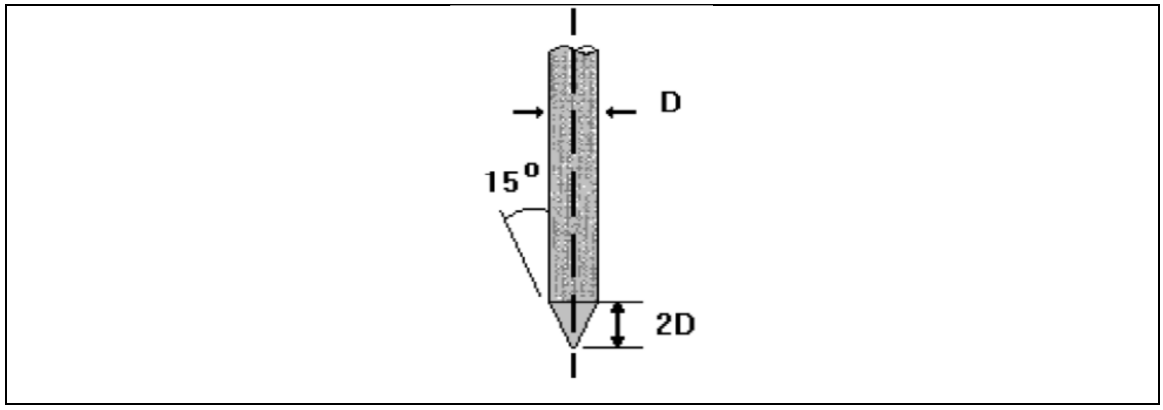


Figura 24: Afiação recomendada para o eletrodo de tungstênio [43].

Para cada corpo de prova analisado, foram feitas duas camadas de solda. Cada corpo de prova sofreu um pré-aquecimento específico com variação de 50°C para cada amostra, sendo o primeiro corpo de prova pré-aquecido a 50°C e o último corpo de prova pré-aquecido a 500°C.

3.1.4 Corte

As amostras foram cortadas com uma serra industrial de fita, este corte foi feito através da remoção de material para que obtivesse o tamanho necessário. Essa remoção de material é feita devido ao movimento relativo da amostra e da serra utilizada. O corpo de prova foi marcado conforme a Figura 21 e, em seguida, foi cortado utilizando a serra de fita. O corpo de prova foi submetido a diferentes

temperaturas de pré-aquecimento, sendo que para cada temperatura foram cortadas duas amostras, uma com e a outra sem tratamento térmico de pós-soldagem.

3.1.5 Tratamento térmico

O tratamento térmico de pós-soldagem foi realizado utilizando um forno da Thermoheating com campânula. Os corpos de provas foram aquecidos a uma temperatura de 650°C e mantidos a essa temperatura por cinco horas. O aquecimento deste forno é feito por meio de resistências elétricas. Esse tratamento utilizado neste trabalho foi qualificado de acordo com a norma ASME IX [43].

Assim como a soldagem deve ter um resfriamento controlado para que não ocorra uma queda abrupta de temperatura podendo formar uma microestrutura muito dura, o tratamento térmico de pós-soldagem também deverá ser controlado. O tratamento térmico pós-soldagem teve uma taxa de resfriamento de 55°C/h a partir da temperatura de 315°C. Os corpos de prova analisados foram divididos em dois grupos, sendo que um grupo foi submetido ao tratamento térmico pós-soldagem e o outro não foi submetido a esse tratamento [43].

3.1.6 Embutimento das amostras

O embutimento das amostras é feito para facilitar o manuseio de corpos de prova pequenos. Esse embutimento facilita também o preparo das amostras como o lixamento e também o polimento. Nesta dissertação iremos utilizar os dois tipos de embutimento: o embutimento a quente e o embutimento a frio. Este último será detalhado posteriormente.

Todas as amostras foram embutidas a quente inicialmente, tanto as tratadas termicamente quanto as não tratadas termicamente. O baquelite utilizado foi o Polyfast da marca Struers e o equipamento foi uma embutidora PRE-30 da marca Arotec. Para este embutimento, a embutidora aqueceu a amostra e o Polyfast e foi mantida a uma pressão de 150kgf/cm² durante oito minutos para o aquecimento e mais oito minutos para o resfriamento, para que o baquelite endurecesse.

3.1.7 Lixamento e polimento das amostras

O lixamento e o polimento são realizados de acordo com o acabamento necessário. Esse processo é realizado para que ocorra a remoção de marcas e riscos que possam interferir nas análises.

Para os corpos de provas utilizados, foram feitos o lixamento e o polimento das amostras nas politrizes modelo Aropol2V da marca Arotec. Foram utilizadas lixas 100, 220, 320, 400, 500, 600, 1200 partículas/pol² e pano para polir de 6, 3 e 1 microns.

Após cada lixamento e polimento, as amostras foram lavadas e secadas, para que não houvesse contaminação de uma lixa para a outra através da amostra, podendo surgir riscos indesejados.

Para o lixamento, foi utilizada água para resfriar as amostras enquanto eram lixadas. Para o polimento, foi utilizado um lubrificante (álcool com glicerina) no início do polimento e álcool para o resfriamento das amostras enquanto eram polidas.

Quando as amostras eram trocadas de uma lixa (ou pano para polir) para outra, eram giradas em 90 graus e lixadas (ou polidas) até que as marcações da lixa (ou do pano para polir) anterior sumissem. No último pano para polir, a amostra é girada e polida em todas as direções para que não haja a formação de cometas na superfície da amostra.

3.2 Preparação das amostras para análise de microdureza

As amostras já preparadas para a dissertação de Silva [43], também foram utilizadas para esta dissertação, dando continuidade à caracterização do substrato revestido com o Inconel 625. Essas amostras estavam em uma cuba dissecadora para que fosse evitada a contaminação das amostras. Após um período na cuba dissecadora, foi necessário que as amostras fossem lixadas e polidas para limpar e remover as oxidações. Para isso, foi necessário realizar um novo lixamento nas amostras a partir da lixa 400, passando para as lixas de 500, 600, 1200 e os panos para polimento com pasta de diamante de 6, 3 e 1 microns, respectivamente.

As amostras foram lixadas até que as marcas da lixa anterior sumissem, então, a amostra era girada em 90° e o processo foi repetido até o primeiro pano com pasta de diamante de 6microns. Nos panos de 3 e 1 microns, as amostras foram giradas em todas as direções com o intuito de remover todos os riscos e “cometas”. Para esses dois últimos polimentos, as amostras foram observadas no microscópio ótico modelo

BX60M da marca Olympus disponível no LAMAT do CEFET/RJ, até que as amostras polidas ficassem sem riscos com o aumento de 100x para o pano usando a pasta de diamante de 3microns e aumento de 200x para o pano usando a pasta de diamante de 1micron.

3.3 Análise de microdureza

A dureza possui três tipos de métodos de ensaios: o por penetração, o por choque e por risco [75].

Para essa análise foi utilizado o método por penetração, mais especificamente a microdureza Vickers. A microdureza Vickers é a dureza Vickers com cargas inferiores a de 1kgf, essas cargas podem chegar a valores tão pequenos como 0,01kgf [76].

A dureza Vickers baseia-se na penetração de diamante muito pequeno e com a geometria piramidal de base quadrada, com um ângulo de 136º entre as faces opostas, contra a superfície do corpo de prova [45,75].

A microdureza com as cargas inferiores a 1kgf são utilizadas para mensurar a dureza de pequenas regiões (exemplo: Zona Termicamente Afetada e a Zona Parcialmente Diluída), pois a impressão é muito pequena. Como a região de impressão é muito pequena, os valores medidos não sofrerão interferência de outras regiões próximas. Um exemplo seria medir a ZPD com uma carga alta, a impressão poderá ultrapassar a zona de interesse e medir também o substrato, distorcendo o valor necessário para a análise.

Para a preparação das amostras, é preciso ter alguns cuidados. Embutir a amostra em baquelite, para corpos de prova pequenos, conforme explicado anteriormente, isso também torna a superfície perpendicular ao penetrador. Cargas muito baixas (abaixo de 0,3kgf) podem gerar dificuldades e até erros na hora da medição das diagonais da pirâmide, além da possibilidade de uma recuperação elástica [77]. Erros na medição das diagonais são ampliados na medida de microdureza, e, quanto menor a carga, maior é esse erro.

Lysaght salienta que a conversão de microdureza para macrodureza, só poderá ocorrer, se a carga utilizada no método Vickers for superior a 0,1kgf, por causa dos fatores mencionados no parágrafo anterior [78].

Para a análise de microdureza, foram utilizadas as amostras com a temperatura de pré-aquecimento de soldagem de 50°C, 100°C, 450°C e 500°C. Sendo

que, em cada temperatura, há duas amostras, uma com tratamento térmico pós-soldagem e outra sem o tratamento térmico, totalizando oito amostras. A microdureza das amostras foi aferida pelo microdurômetro KNOOP/VICKERS da marca Wilson Instruments, modelo, 422MVD, disponível no LAMAT do CEFET/RJ. Foram medidas as microdurezas no substrato, na ZTA (Zona Termicamente Afetada) e no revestimento. Foi utilizada a carga de 0,3kgf, com sete medições distanciadas de aproximadamente 1,0mm, sendo três medições no substrato, uma na ZTA e mais três medições no revestimento, conforme a Figura 25.

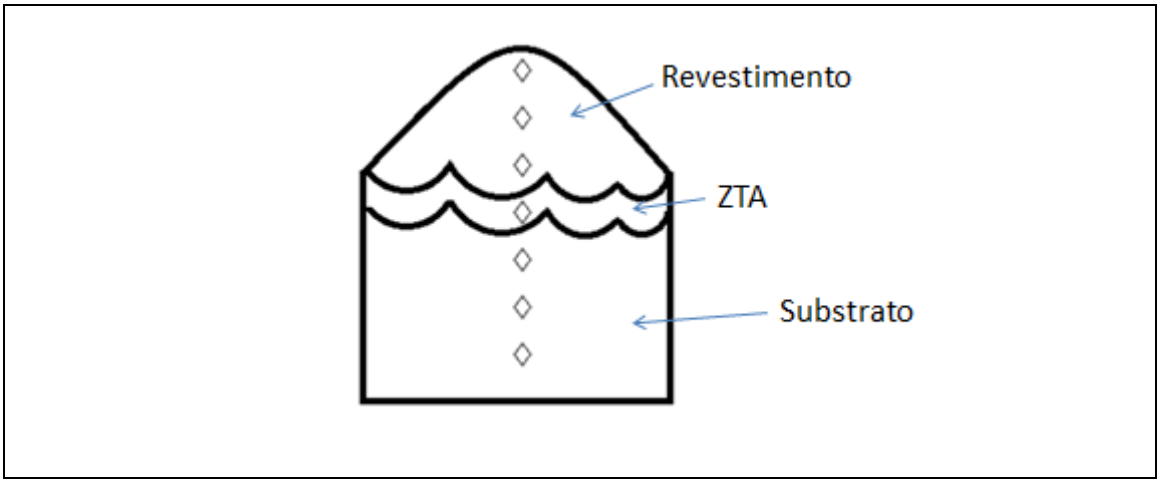


Figura 25: Croquis da medição de dureza das amostras.

3.4 Preparação das amostras para ensaio de corrosão

Para realizar a preparação das amostras para o ensaio de corrosão, as amostras foram retiradas do baquelite, e em seguida foram cortadas conforme o croqui da Figura 26. Para o ensaio de corrosão, foram analisadas cinco amostras, sendo uma amostra de referência, com o substrato de AISI 8630 exposto para que fosse analisado, duas amostras soldadas com temperatura de pré-aquecimento a 50°C e outras duas amostras com temperatura de pré-aquecimento a 500°C. Nessas quatro amostras, apenas a parte do revestimento de Inconel 625 foi exposta para que se pudesse avaliar a corrosão sofrida por ele. Dessas quatro amostras, uma de cada temperatura de pré-aquecimento possuía o tratamento térmico de pós-soldagem e a outra não.

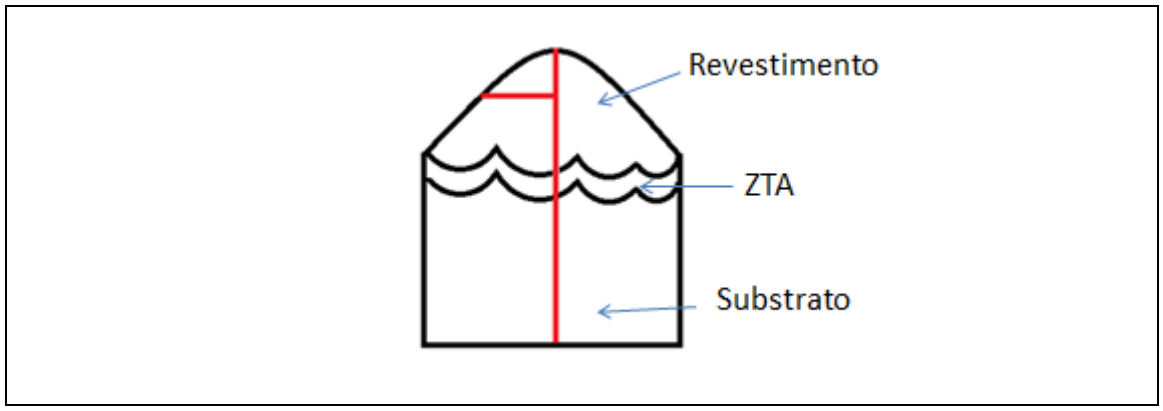


Figura 26: Croqui dos cortes feitos nas amostras para o ensaio de corrosão.

O corte da amostra foi realizado por uma cortadora da marca Arotec, modelo COR-80, conforme a Figura 27. As amostras foram cortadas nessas posições para garantir a planicidade do revestimento, superfície analisada, no ensaio de corrosão.

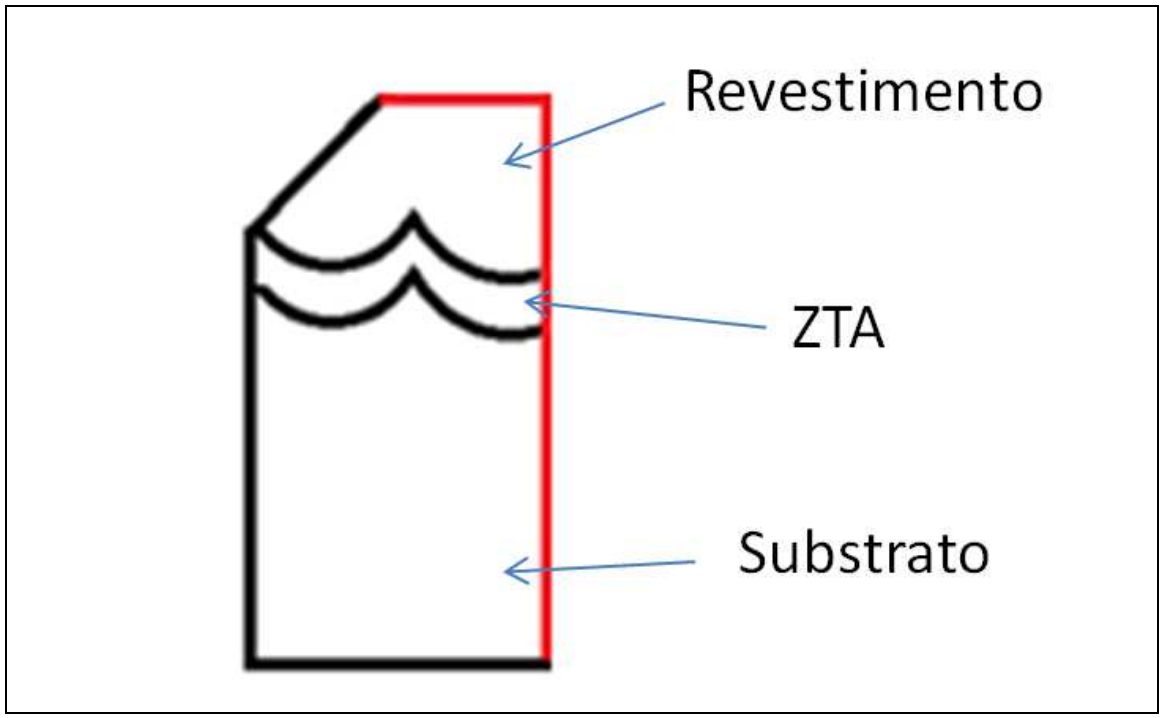


Figura 27: Croquis das amostras para o ensaio de corrosão.

Após o corte, as amostras foram novamente embutidas a quente com baquelite através da embutidora metalográfica modelo: PRE-30 da marca: Arotec, sendo mantida a uma pressão de aproximadamente 150kgf/cm². O embutimento da amostra durou 16 minutos, destes, 8 minutos foram para o aquecimento e os outros oito para o resfriamento. A superfície que ficou exposta foi a do revestimento de Inconel 625.

Depois do embutimento, as superfícies das amostras foram lixadas e polidas para remover as rebarbas e prepará-las para o ensaio de corrosão. Foram utilizadas lixas de 100, 220, 320, 400, 500, 600, 1200 e as amostras eram giradas em 90° quando a lixa era mudada. As amostras eram lixadas até que as marcas da lixa anterior sumissem. A cada mudança de lixa, as amostras eram lavadas com água corrente, algodão e sabão de coco, e secas com um secador. Após o lixamento na lixa de 1200, as amostras foram para o polimento. O primeiro pano utilizado para o polimento foi com uma pasta de diamante de 6 microns, onde as amostras foram giradas em 90° em relação ao sentido de lixamento da lixa de 1200.

Nos polimentos seguintes, com os panos utilizando a pasta de diamante de 3 microns e 1 micron, respectivamente, as amostras eram giradas em todas as direções com o intuito de remover todos os riscos e "cometas". Para esses dois últimos polimentos, as amostras foram observadas no microscópio ótico modelo: BX60M da marca Olympus até que as amostras polidas ficassem sem riscos, com o aumento de 100x para o pano usando a pasta de diamante de 3microns e aumento de 200x para o pano usando a pasta de diamante de 1 micron.

Em seguida, após o polimento, as amostras foram retiradas do baquelite do embutimento a quente para que pudesse ser feito o embutimento a frio para o ensaio de corrosão.

No LabCOR do IPRJ da UERJ de Nova Friburgo, foi feita a última etapa de preparação das amostras para o ensaio de corrosão. Um fio flexível de cobre com 2,50 mm^2 foi cortado com o tamanho de aproximadamente 150 mm e desencapado dos dois lados. As amostras e os fios cortados foram levados até a capela para que fosse realizada a união. Essa união foi feita utilizando uma cola de prata para que a continuidade elétrica fosse mantida. Após essa união, foi verificado, por meio de um multímetro, se havia continuidade elétrica entre a ponta do fio de cobre e a superfície que seria avaliada.

Anéis de PVC foram cortados para servirem de molde para o embutimento das amostras a frio. Os anéis foram cortados e lixados para remover as rebarbas. As amostras foram dispostas dentro do anel de PVC com a superfície a ser analisada voltada para baixo e o fio de cobre para cima. Então, foi feito um embutimento a frio com resina acrílica (2 partes de acrílico e 1 parte de catalizador) que cobriu completamente a amostra dentro do anel de PVC. Após essa preparação, foi passada uma fina camada de esmalte nas bordas da amostra para garantir que não houvesse

frestas entre a resina e a amostra, pois há a contração da resina quando ela é curada, conforme Figura 28.

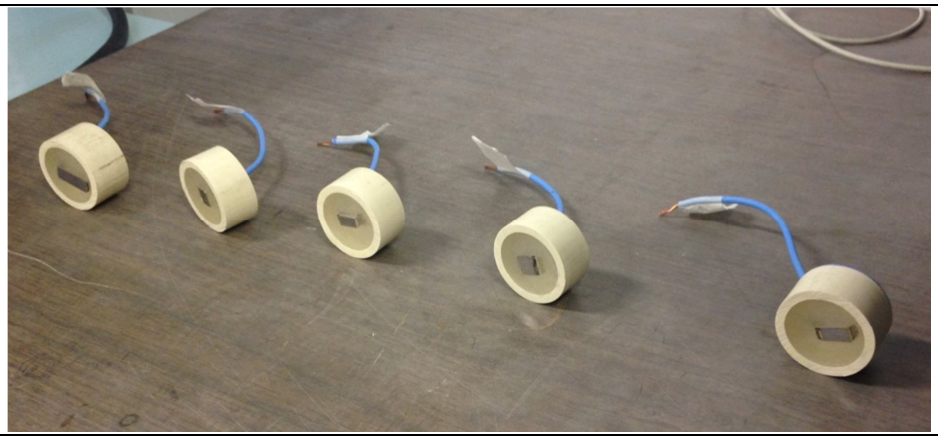


Figura 28: Amostras prontas para os ensaios de corrosão.

3.5 Ensaio de corrosão

Após o preparativo das amostras, conforme o item anterior, foi preparada também uma solução com 35g de NaCl (Figura 29) diluída em um litro de água deionizada, para simular a salinidade da água do mar. Esta solução é chamada de eletrólito.

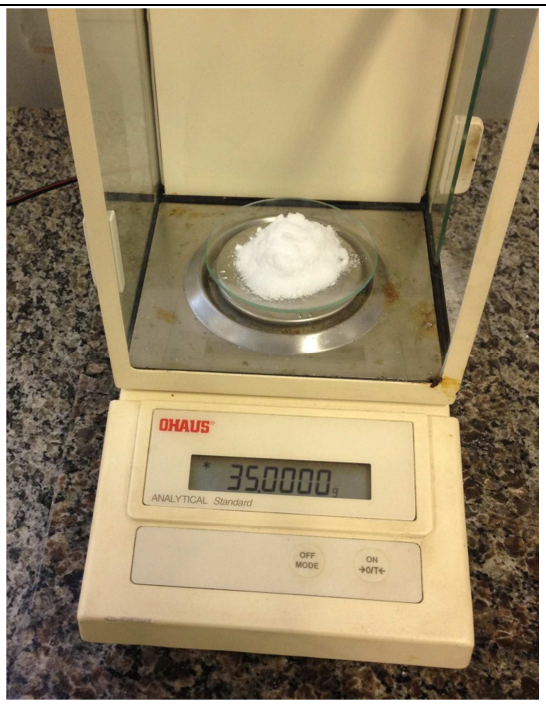


Figura 29: Quantidade de NaCl diluída na água deionizada.

Após a preparação da solução, o banho termostatizado, da marca TECNAL, modelo TE-2005, foi ligado e a temperatura de 25°C ±0,2°C foi inserida para que esta fosse mantida durante todo o ensaio (Figura 30).



Figura 30: Banho termostatizado com a temperatura de 25°C.

Para esse ensaio, além das amostras, chamadas de eletrodo de trabalho ou simplesmente eletrodo, foram utilizados também o contraeletrodo de platina e o eletrodo de referência de Ag/AgCl/KCl(3,0M). Como eletrólito, foi utilizado 3,5% NaCl a 25 ± 0,2°C. Uma célula eletroquímica de corpo de vidro com uma tampa possuindo orifícios foi utilizada. Nessa célula de vidro, foram colocados o eletrólito e os eletrodos, através da tampa com os orifícios.

Para avaliar da corrosão, foi utilizado o de Potencial de Circuito Aberto (*OCP – Open Circuit Potential*) e a Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (*EIS – Electrochemical Impedance Spectroscopy*). Os valores de entrada para o software foram os mesmos para todas as amostras analisadas (Amostra de referência de AISI 8630, Inconel 625 com temperatura de pré-aquecimento de 50°C, Inconel 625 com temperatura de pré-aquecimento de 500°C com tratamento térmico de pós-soldagem,

Inconel 625 com temperatura de pré-aquecimento de 500°C com tratamento térmico de pós-soldagem). As medições de potencial de circuito aberto foram realizadas durante uma hora para cada etapa do experimento, a fim de observar o potencial estacionário e o tempo para atingir este potencial. As análises de impedância eletroquímica foram feitas para que pudesse adquirir os valores da variação de resistência e da capacitância da superfície do metal com os carregamentos variando.

As medições foram realizadas utilizando um potenciostato/galvanostato/ZRA da marca Gamry Instruments, modelo Reference 600 (Figura 31).



Figura 31: Potenciostato/galvanostato/ZRA utilizado realizar as medições.

Com os resultados desses ensaios, foram gerados valores para a elaboração de curvas Tafel, gráficos de Nyquist e de Bode. Com esses gráficos, foi possível avaliar melhor a corrosão sofrida pelo material.

3.6 Preparação das amostras para a difração de raios-x

As amostras para a difração de raios-x foram preparadas a partir das utilizadas no ensaio de corrosão. As amostras foram retiradas do embutimento a frio e, em seguida, cortadas para que coubessem no porta-amostra do difratômetro de raios-x. O

porta-amostra tem o diâmetro máximo de 20mm e a altura máxima de 8mm e a amostra deverá estar inscrita nesse perímetro. As amostras que foram submetidas à difração de raios-x foram lixadas para remover a corrosão. Passando pelo de lixamento na politriz partindo da lixa 100 até a lixa 600 de granulometria, sempre girando a amostra em 90 graus na mudança de lixa. A superfície analisada foi a do revestimento de Inconel 625, mesma superfície analisada no ensaio de corrosão.

3.7 Ensaio de difração de raios-x

Após a preparação das amostras, conforme o item anterior, estas foram colocadas no porta-amostras e, em seguida, niveladas para que pudesse ser feito o ensaio de difração de raios-x. O porta-amostras foi colocado no difratômetro de raios-x, da marca: PANalytical, modelo: X'Pert PRO, conforme Figura 32. O difratômetro utilizado se encontra no laboratório de raios-X localizado no CBPF. A amostra foi posta com o revestimento de Inconel 625 voltado para cima, pois o revestimento será a avaliado e assim caracterizando a microestrutura da superliga. Para este ensaio, foi utilizada a radiação do cobre, com passo de 0,05°, tensão de 40kV, corrente de 40mA e o intervalo de varredura foi de 10° à 100°.

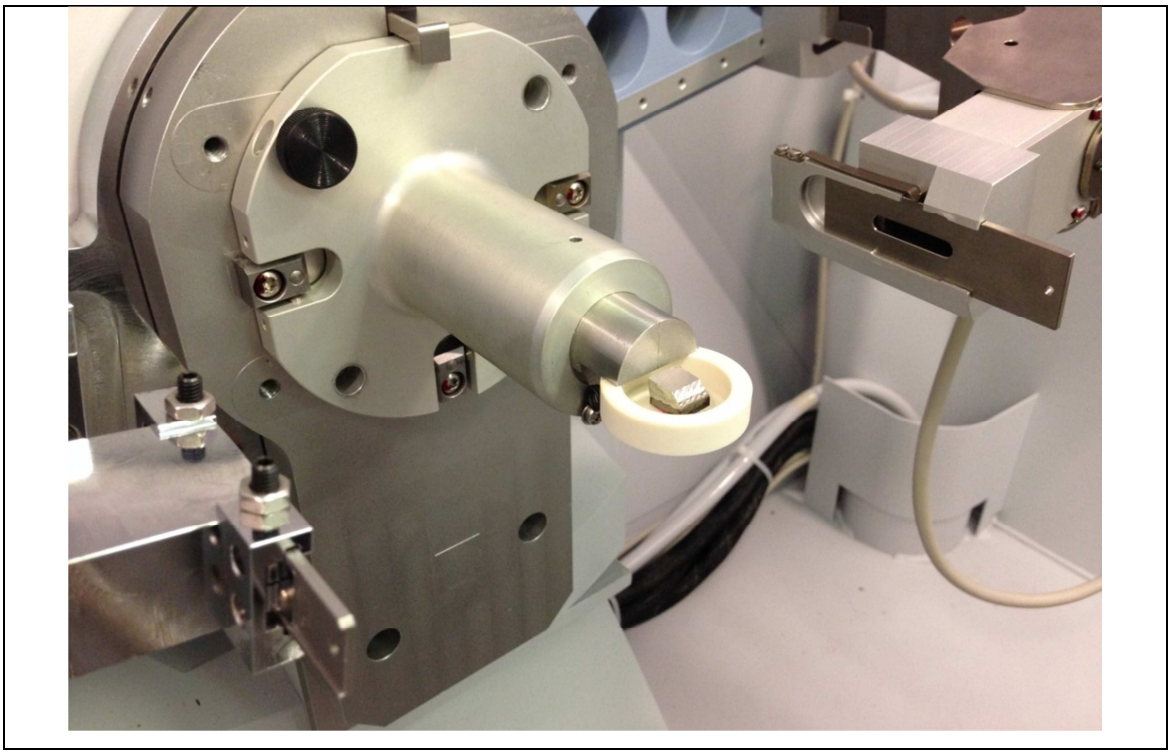


Figura 32: Amostra analisada dentro do porta-amostra posicionada dentro do difratômetro de raios-x.

Esse ensaio apresentou o resultado na forma de um difratograma, que é um gráfico do ângulo 2θ *versus* a intensidade da difração. Os picos de intensidade acontecem quando a lei de Bragg é satisfeita. Então, picos registrados no difratograma foram comparados com os picos já catalogados, padrões de referência. A identificação ocorreu quando houve a coincidência de valores, ou a quase coincidência.

As análises foram realizadas pelo *software* HighScore da PANalytical, que faz identificação de fase e a análise de fase semi-quatitativa, pelo *software* TOPAS, Figura 33, que realiza análise quantitativa de Rietveld. O banco de dados cristalográfico com os padrões de referência utilizado foi o ICSD (*Inorganic Crystal Structure Database*).

Estes *softwares* realizam uma comparação automática dos padrões do banco de dados com o difratograma obtido no ensaio de difração de raios-X. Após essa comparação, são obtidos valores de acordo com a semelhança: quanto maior o valor, maior a semelhança. Esses resultados são listados a partir do grau de semelhança, ordenados de forma decrescente [68].

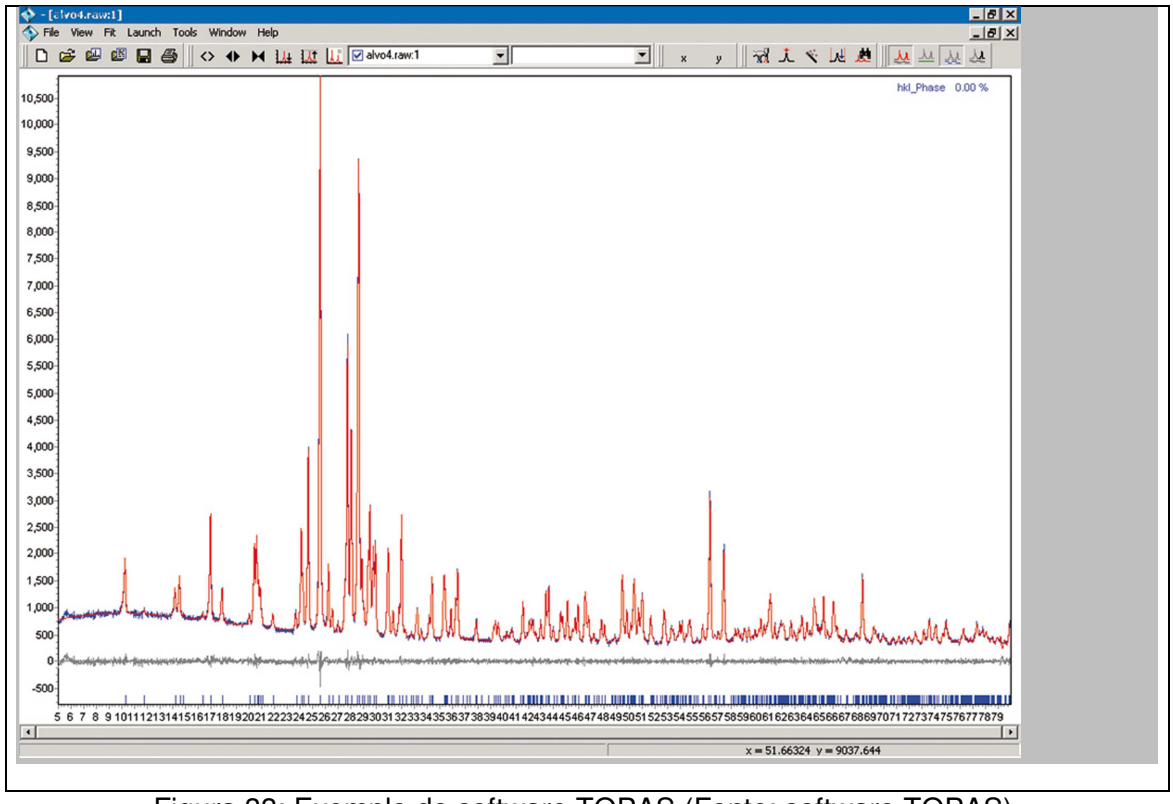


Figura 33: Exemplo do software TOPAS (Fonte: software TOPAS).

CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Resultado do ensaio de microdureza

A análise de microdureza é essencial para caracterizar um material, nesse caso, avaliamos o revestimento, o substrato e a Zona Termicamente Afetada (ZTA) da amostra. A microdureza é uma forma de mensurar a resistência mecânica do material. Essa resistência é diretamente influenciada pela sua composição química e o tipo de resfriamento do material.

As amostras analisadas foram as submetidas à temperatura de pré-aquecimento da soldagem de 50°C, 100°C, 450°C e 500°C, tanto as amostras que foram submetidas ao tratamento térmico de pós-soldagem quanto as que não foram submetidas. A carga utilizada para esse ensaio foi de 0,3kgf, caracterizando assim a microdureza Vickers.

Na Tabela 11 a Tabela 14 temos os resultados dos ensaios onde a posições das medições estão exemplificadas na Figura 34:

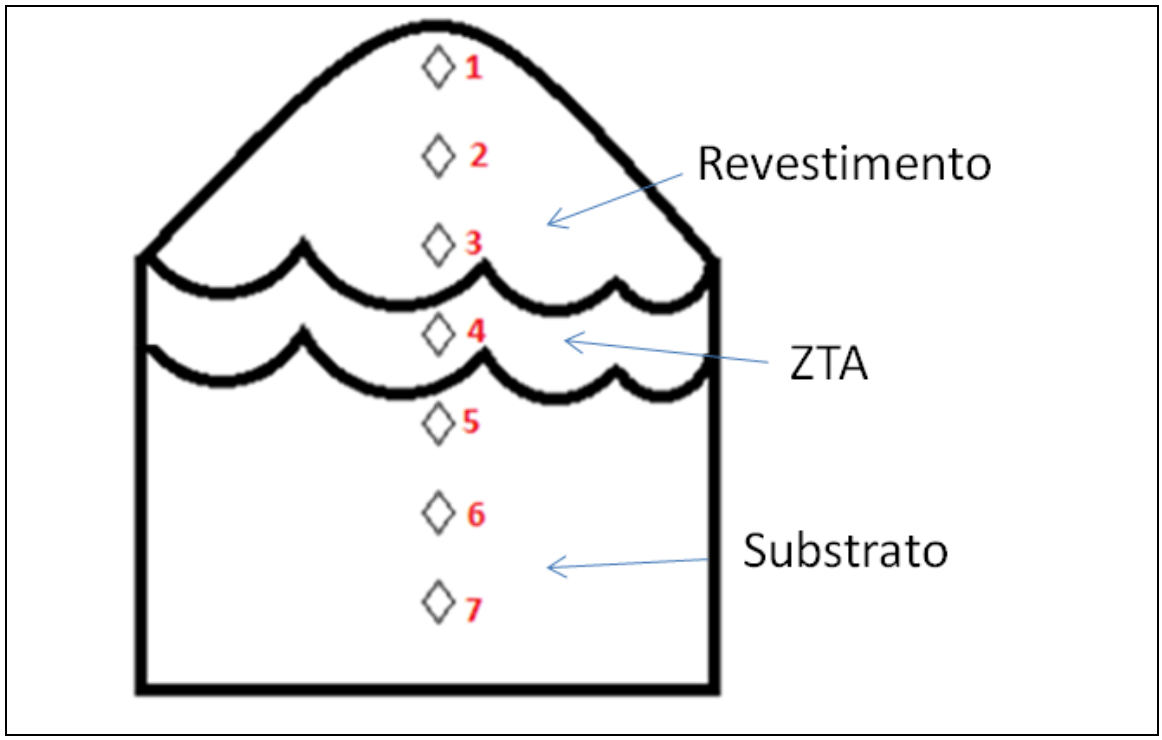


Figura 34: Esquema indicando como a amostra foi analisada com o posicionamento aproximado de 1mm entre os pontos de medição de microdureza Vickers.

Tabela 11: Valores medidos no ensaio de microdureza nas amostras sem tratamento térmico pós-soldagem.

Posição/Amostra	50 S/ TT	100 S/ TT	450 S/ TT	500 S/ TT
1	244	243	229	228
2	261	231	223	202
3	262	254	216	226
4	411	336	312	341
5	251	239	316	328
6	256	240	284	286
7	253	230	231	234

Tabela 12: Desvio padrão das amostras sem tratamento térmico pós-soldagem.

Desvio/Amostra	50 S/TT	100 S/TT	450 S/TT	500 S/TT
Total	59,47	37,34	43,80	54,76
Revestimento	10,12	11,50	6,51	14,47
Substrato	2,52	5,51	42,93	47,08

Tabela 13: Valores medidos no ensaio de microdureza nas amostras com tratamento térmico pós-soldagem.

Posição/Amostra	50 TT	100TT	450 TT	500 TT
1	257	258	220	234
2	262	295	218	230
3	256	237	218	218
4	265	252	267	271
5	233	227	247	257
6	240	242	251	237
7	241	245	235	224

Tabela 14: Desvio padrão das amostras com tratamento térmico pós-soldagem.

Desvio/Amostra	50 C/TT	100 C/TT	450 C/TT	500 C/TT
Total	12,39	21,89	19,19	18,81
Revestimento	3,21	29,37	1,15	8,33
Substrato	4,36	9,64	8,33	16,62

Com essas medições, foram gerados gráficos para comparar os valores das amostras com e sem tratamento térmico, como pode ser observado na Figura 35, Figura 36 e Figura 37.

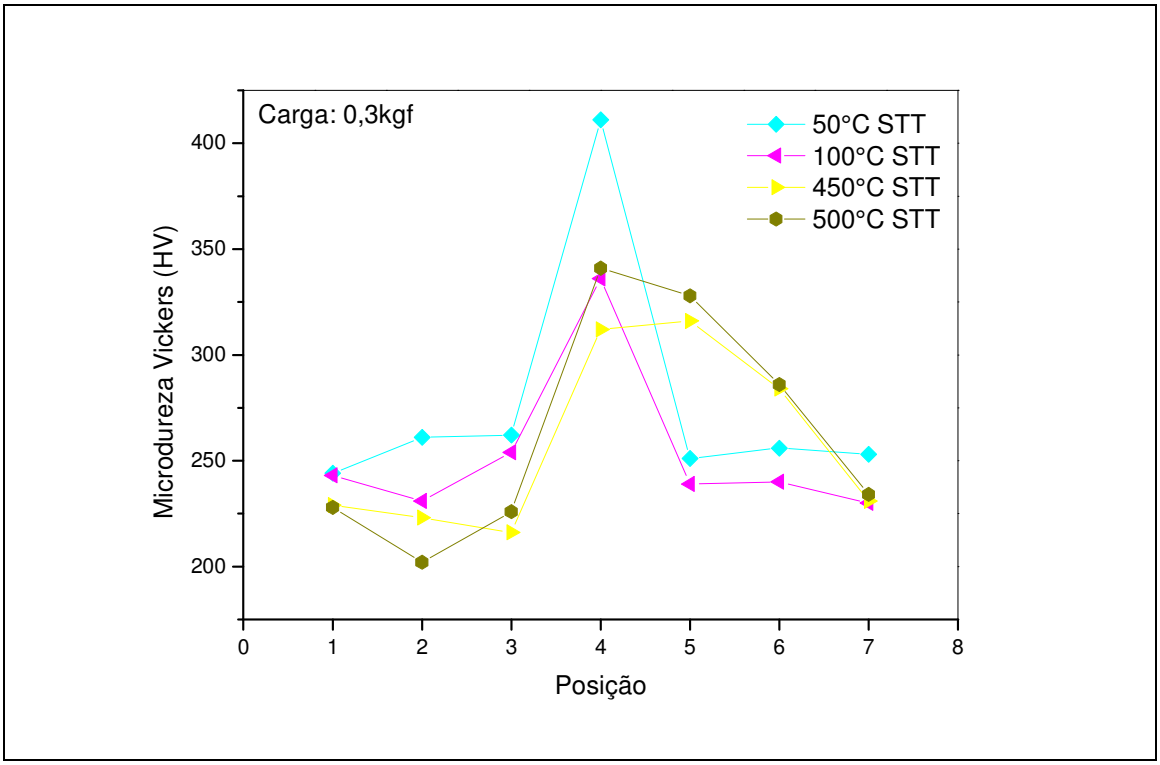


Figura 35: Gráfico das medições de microdureza Vickers nas amostras sem tratamento térmico.

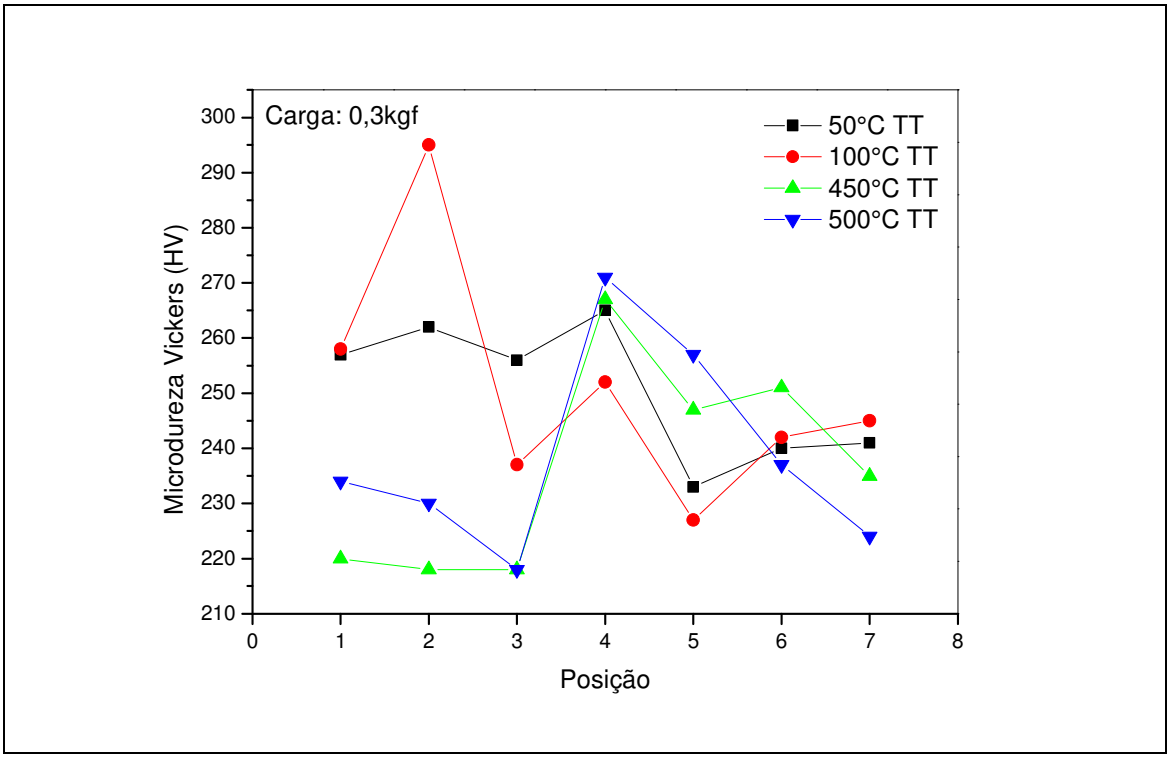


Figura 36: Gráfico das medições de microdureza Vickers nas amostras com tratamento térmico.

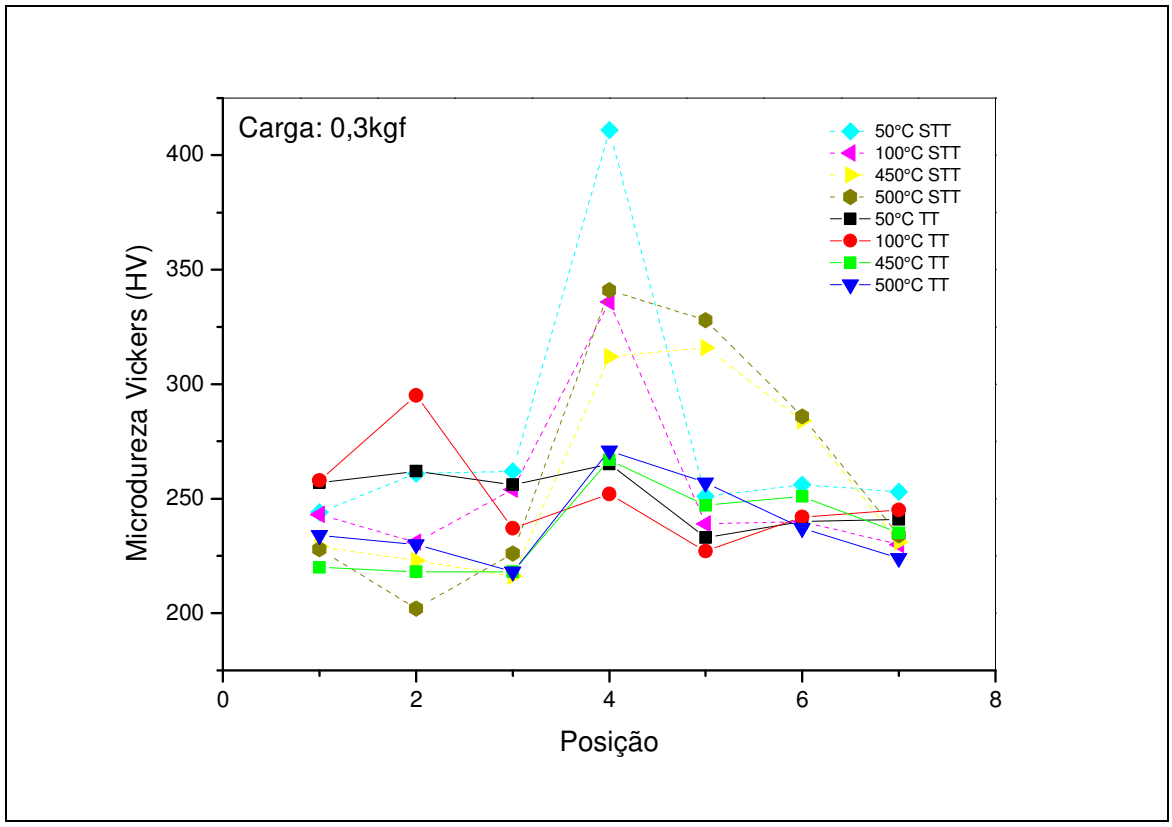


Figura 37: Gráfico das medições de microdureza Vickers comparando as amostras com tratamento térmico e as sem tratamento térmico.

4.2 Discussões do ensaio de microdureza

Os resultados obtidos com o ensaio de microdureza, levando em consideração todas as regiões do corpo de prova, mostraram um comportamento similar. Os corpos de prova sem o tratamento térmico pós-soldagem apresentaram valores maiores na ZTA, conforme Figura 35: , enquanto os corpos de prova que foram submetidos ao tratamento térmico de pós-soldagem apresentaram valores mais homogêneos de dureza em todas as regiões da amostra, conforme Figura 36: . Os valores obtidos nos pontos mais distantes da ZTA, tanto o ponto 1 do revestimento, quanto no ponto 7 do substrato, tiveram valores bem próximos em todas as amostras. Conforme as medições eram realizadas, se distanciando da ZTA, mais homogêneos se tornaram os resultados.

Outro ponto que também cabe observação é a dureza diretamente influenciada pela temperatura de pré-aquecimento do substrato. Os corpos de prova submetidos à temperaturas menores, 50°C e 100°C, tiveram uma medição de dureza maior, enquanto os corpos de prova submetidos à temperaturas maiores, 450°C e 500°C,

tiveram valores menores de dureza. Essas características puderam ser observadas tanto nas amostras submetidas ao tratamento térmico pós-soldagem quanto nas amostras que não foram submetidas. Essa dureza maior registrada nas amostras de 50°C e de 100°C é devido a maior variação de temperatura durante o esfriamento.

Porém, na ZTA de todas as amostras sem tratamento térmico pós-soldagem, ocorre uma grande variação de temperatura de forma abrupta no resfriamento após a soldagem. Essa dureza é mais elevada, com valores superiores a 300HV, chegando a ultrapassar 400HV, devido, provavelmente, à formação de estruturas duras como a martensita. Nas amostras com o tratamento térmico pós-soldagem, essa dureza excessiva é minimizada devido ao revenimento da martensita formada. Nessas amostras, a dureza da ZTA é próxima a 270HV.

ANTOSZCZYSZYN [46] encontrou valores próximos para o mesmo revestimento de Inconel 625 utilizado, e os valores encontrados foram entre aproximadamente 180HV e 230HV. Embora o revestimento tenha sido feito em dois aços diferentes, o API 5L X70 e o AISI 316L e o tratamento térmico feito a 500°C e a 800°C durante oito horas, os valores registrados, no ensaio de microdureza Vickers, com a carga de 0,5kgf, foram bem semelhantes [46].

MOORE et al. [79] analisaram o comportamento do Inconel 625 recozido a temperaturas entre 600 e 800°C. Na análise de dureza foi feita com uma carga de 1kgf para todas as temperaturas analisadas. As amostras de todas as temperaturas analisadas tiveram valores de durezas bem próximos, entre 180HV e 200HV, quando foram submetidas a tempos de até 10 horas. Os valores foram um pouco abaixo aos encontrados nesta dissertação, onde os corpos de prova estudados foram submetidos a uma temperatura de 650°C e um tempo de cinco horas. Sendo que, após esse tempo de 10 horas, MOORE et al. constataram um aumento significativo para essa faixa de temperatura de 650°C a medida que o tempo de tratamento térmico aumentava. De 10 a 100 horas de exposição, a temperatura de 650°C foi a que mais teve aumento de sua dureza, de aproximadamente 185HV para 330HV. MOORE et al. explicam que a presença de precipitados intermetálicos conferiu uma dureza maior, mas isso não tem qualquer relação com o crescimento de grãos e o comportamento grosseiro deles [79].

COSTA [80] também avaliou a dureza do Inconel 625 que revestia um aço 8630. O corpo de prova foi avaliado sem tratamento térmico pós-soldagem e também após ser submetido ao tratamento térmico pós-soldagem. Porém, COSTA fez a união por meio do processo MIG e os corpos de prova que foram submetidos ao tratamento

térmico pós-soldagem foram expostos durante duas horas a uma temperatura de 677°C. Os valores registrados no ensaio de microdureza Vickers por COSTA foram realizados com a carga de 0,1kgf. Os corpos de prova com e sem tratamento térmico tiveram uma média de 210HV no revestimento de Inconel 625. Porém, houve uma variação de dureza significativa na ZTA em que a média de dureza dos corpos de prova sem tratamento térmico foi de aproximadamente 310HV, enquanto, após sofrerem o tratamento térmico pós-soldagem, a dureza foi reduzida para aproximadamente 280HV [80].

Com os resultados já apresentado nessa dissertação e os estudos também feitos por MOORE et al. e COSTA observa-se que o tratamento térmico pós-soldagem é extremamente benéfico para a Zona Termicamente Afetada (ZTA). Essa zona é de suma importância, pois há uma grande concentração de tensões e esse tratamento térmico pós-soldagem reduz essas tensões e diminui a dureza de forma significativa. Essa redução de dureza é bastante relevante, pois essa elevada concentração de tensão é devido à formação da martensita. A formação da martensita é oriunda de resfriamentos bruscos, com uma grande variação de temperatura [45].

No revestimento de Inconel 625, estudado nesta dissertação, a diferença de dureza entre os corpos de prova com tratamento térmico e os sem tratamento térmico foi muito baixa, principalmente quando comparada com a ZTA.

O tratamento térmico de pós-soldagem é essencial para diminuir a dureza e, assim, atender à norma ANSI/NACE MR0175/ISO 15156-1:2015, que limita a dureza máxima em 250HV, valor esse que não foi obtido. Essa norma é utilizada na indústria de petróleo e gás em equipamento que sofram a ação do H_2S [43,81].

4.3 Resultado do ensaio de corrosão

O ensaio de corrosão é uma excelente maneira de avaliar a tendência que o material tem a sofrer corrosão. Essa avaliação foi feita comparando os revestimentos e o substrato, utilizando a técnica de Potencial de Circuito Aberto (OCP) e a Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS). Esse ensaio tem como objetivo avaliar a tendência de corrosão no ambiente de trabalho, neste caso, a água do mar.

As amostras utilizadas para essa corrosão foram: uma amostra com o substrato do aço AISI 8630 completamente exposto e quatro amostras em que somente o revestimento de Inconel 625 foi exposto. Dentre estas 4 amostras, 2 foram submetidas à temperatura de pré-aquecimento de 50°C e as outras 2 foram

submetidas à temperatura de pré-aquecimento de 500°C, sendo que, uma de cada par de amostras foi submetida ao tratamento térmico pós-soldagem.

Nos gráficos das Figura 38 e Figura 39, temos os resultados dos ensaios, onde podemos comparar as amostras com o substrato e, principalmente, os efeitos das temperaturas tanto a de pré-aquecimento como a realização ou não do tratamento térmico pós-soldagem.

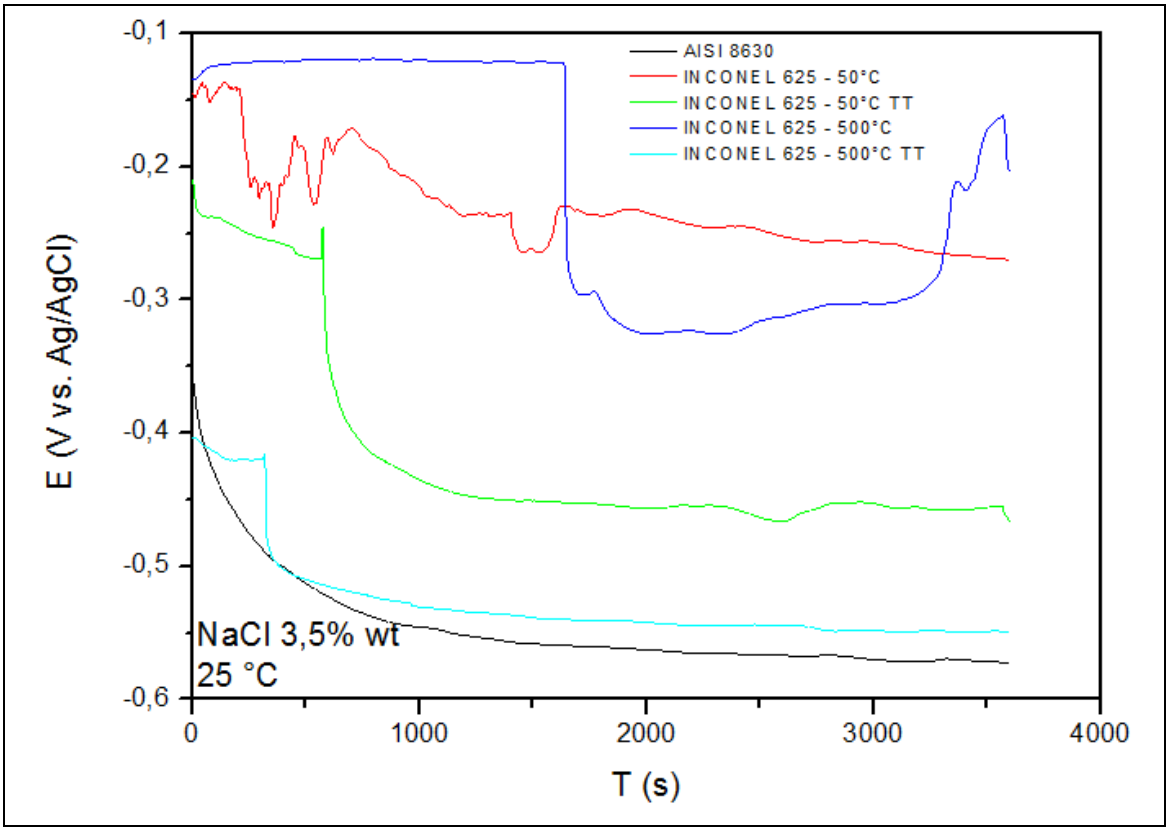


Figura 38: Gráfico do potencial de corrosão em função do tempo.

O gráfico de potencial de corrosão mostra o tempo até que o potencial de corrosão fique com um potencial estacionário. O tempo utilizado para se obter esse valor estacionário das amostras foi de uma hora (3600s) submersas no eletrólito. Podemos perceber em todas as amostras uma queda do potencial no início do ensaio, tanto no corpo de prova de AISI 8630 como nos de Inconel 625. Esse fenômeno ocorre devido à penetração do eletrólito na superfície do material. Nos ensaios, pode-se perceber que a curva do Inconel 625, com pré-aquecimento a 500°C e tratamento térmico pós-soldagem, ficou bem próxima à curva do substrato, um comportamento inesperado. No início do ensaio, o Inconel 625 teve registrado um potencial de corrosão menor que o do substrato, mas, com o passar do tempo, o potencial de

corrosão diminuiu menos que o do substrato. Todas as outras amostras registraram um potencial de corrosão bem maior que o do substrato, um comportamento esperado para a liga. Esse comportamento de maior potencial de corrosão dos corpos de prova revestidos de Inconel 625 mostra uma menor susceptibilidade à corrosão.

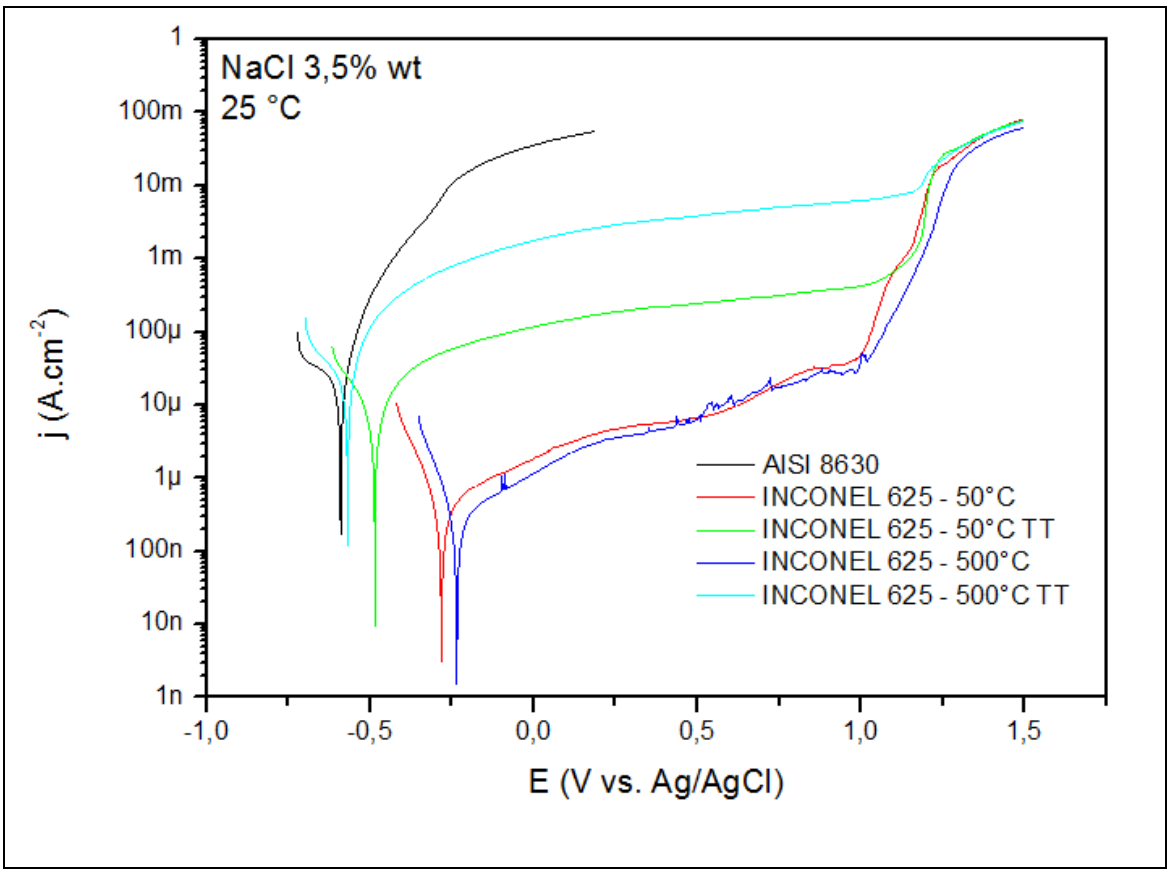


Figura 39: Curva de polarização das amostras de Inconel 625 e do substrato.

As curvas de polarização fornecem informações relevantes sobre os materiais analisados. A primeira avaliação feita é o da mudança da curva, mostrando quando o material deixa de ser catodo para se transformar em anodo, tanto a corrente quanto o potencial de corrosão podem ser obtidos por meio da extrapolação das curvas de Tafel. Quanto menor for a corrente e maior for o potencial, mais resistente o material é à corrosão. Nas curvas de polarização, há também uma região de corrente estacionária, e, quanto mais baixo for esse valor de corrente estacionária, mais resistente é esse material a corrosão. Em todas as amostras revestidas com Inconel 625, ocorre um aumento repentino da corrente quando esta é submetida a um potencial de 1 Volt, isso ocorre devido à eletrólise da água.

Assim como o potencial de corrosão, a curva de polarização da amostra de Inconel 625, com pré-aquecimento a 500°C e tratamento térmico pós-soldagem, ficou bem próxima à curva do substrato. Esse comportamento, assim como foi observado no gráfico de potencial de corrosão *versus* tempo, não era o esperado. Esse comportamento não era a tendência esperada, pois o revestimento de Inconel 625 possui uma quantidade elevada de elementos de liga que inibem a corrosão, visto que o substrato, um aço carbono baixa liga AISI 8630, possui uma quantidade muito inferior de elementos de liga. Podemos perceber que o potencial de corrosão e a corrente de corrosão dessa amostra e da amostra com o substrato AISI 8630 ficaram bem próximos.

A Figura 40: é o diagrama de Nyquist que representa os módulos de resistividade real *versus* imaginário. Nele percebemos que as amostras do substrato e também de Inconel 625, com pré-aquecimento a 500°C e tratamento térmico pós-soldagem, mal podem ser percebidas nessa representação. Percebemos também que ambas as amostras que não foram submetidas ao tratamento térmico pós-soldagem tiveram um comportamento muito superior às amostras não submetidas a esse tratamento.

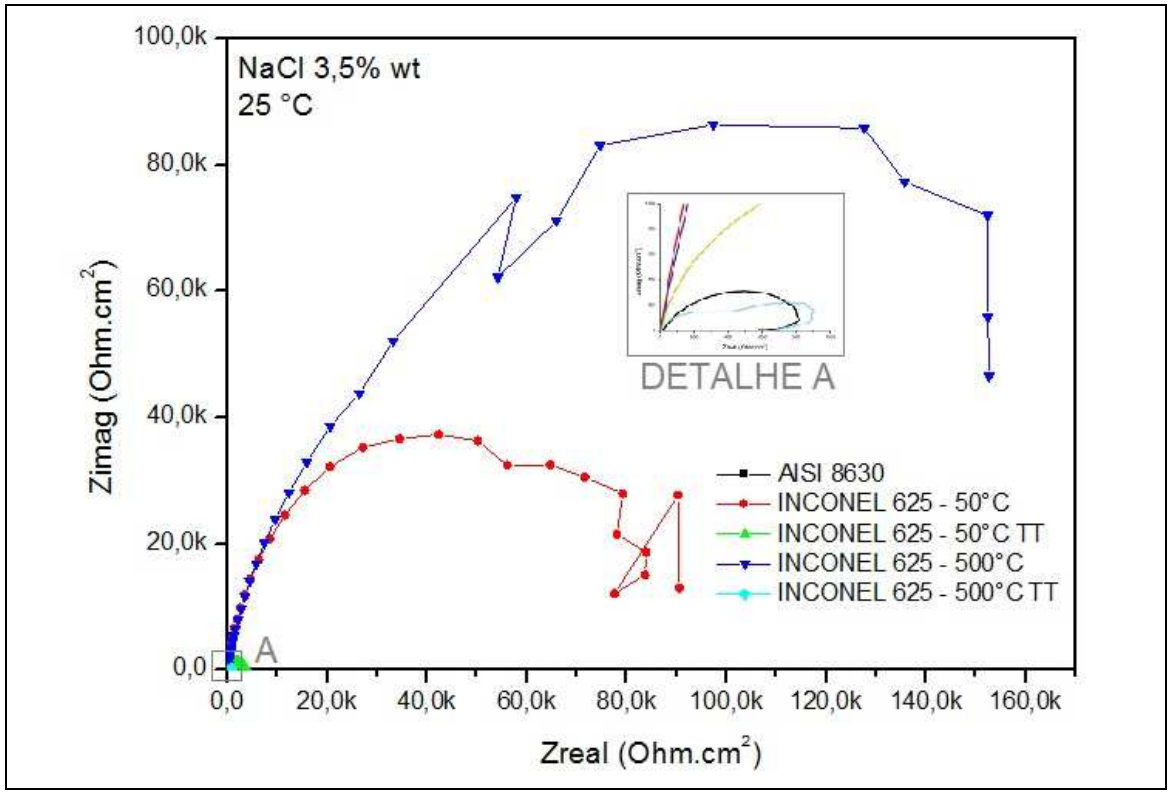


Figura 40: Diagrama de Nyquist obtido através da Espectroscopia de Impedância Eletroquímica.

Nas amostras de Inconel 625 sem tratamento térmico, percebemos a diferença com relação à temperatura de pré-aquecimento do substrato da amostra. A amostra submetida à temperatura de 500°C teve o dobro do valor máximo de resistividade da amostra submetida à temperatura de 50°C.

Para que fosse possível analisar os valores máximos das amostras menos resistentes à corrosão, foi feito um detalhamento A do diagrama de Nyquist na Figura 41. Neste mesmo gráfico, é possível perceber que o valor máximo de resistividade da amostra de Inconel 625, com pré-aquecimento a 500°C e tratamento térmico pós-soldagem, é inferior ao da amostra com o substrato de AISI 8630. O ponto mais alto representa o valor máximo de resistência durante o ensaio. As outras curvas nem esboçam o fechamento do semicírculo neste detalhamento, uma tendência natural neste tipo de gráfico.

A amostra de Inconel 625, com pré-aquecimento a 50°C e tratamento térmico pós-soldagem, apresentou um resultado ao ensaio de corrosão muito aquém do esperado, esperava-se algo mais próximo das amostras não submetidas ao tratamento térmico.

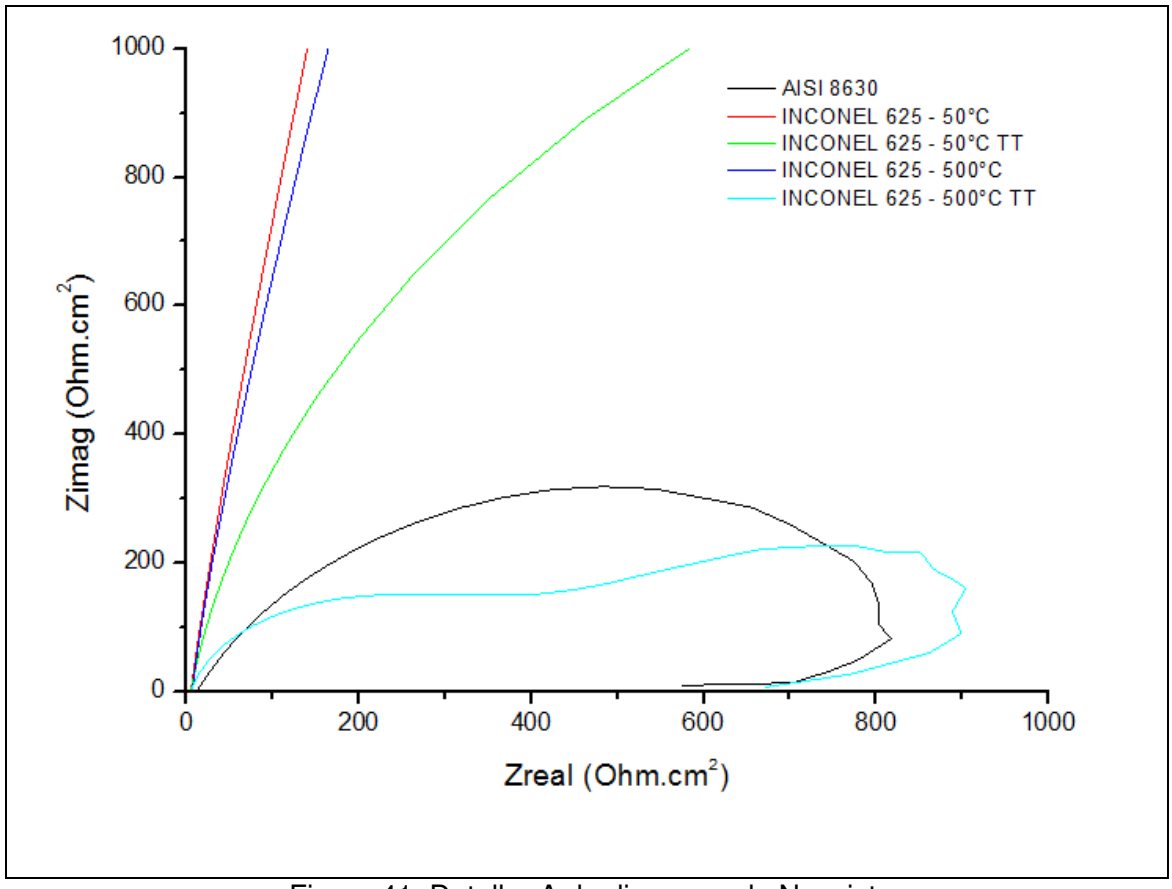


Figura 41: Detalhe A do diagrama de Nyquist.

O diagrama de Bode pode ser expresso em dois gráficos ou em um com os valores sobrepostos, a opção preferida nesta dissertação foi em gerar dois gráficos para analisar as informações de maneira mais clara. O gráfico da Figura 42 é do ângulo de fase *versus* frequência e a Figura 43 é da impedância *versus* frequência. Com as informações do gráfico ângulo de fase *versus* frequência, percebemos o mesmo padrão de comportamento das amostras nos gráficos anteriores. As amostras sem tratamento térmico pós-soldagem tiveram como um todo um maior ângulo de fase. Já as amostras com o substrato e o Inconel 625, com pré-aquecimento a 500°C e tratamento térmico pós-soldagem, registraram os menores valores.

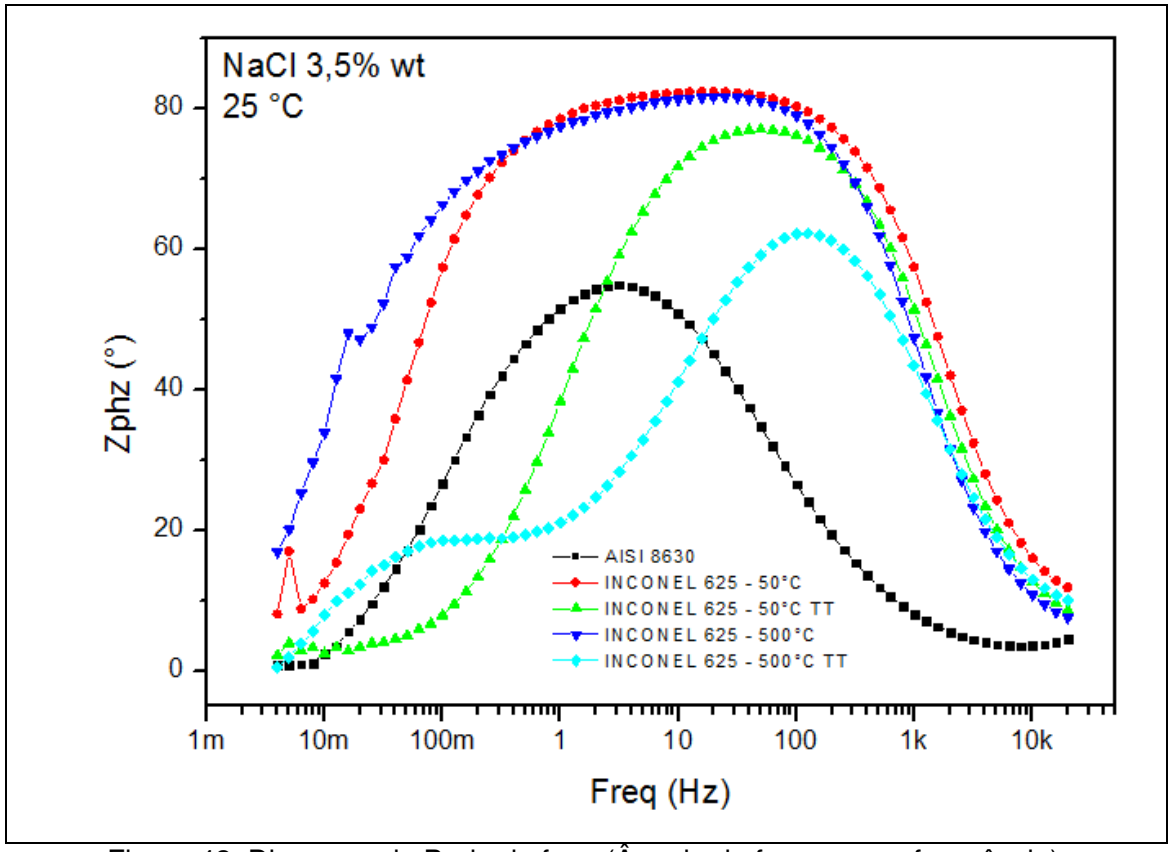


Figura 42: Diagrama de Bode de fase (Ângulo de fase *versus* frequência).

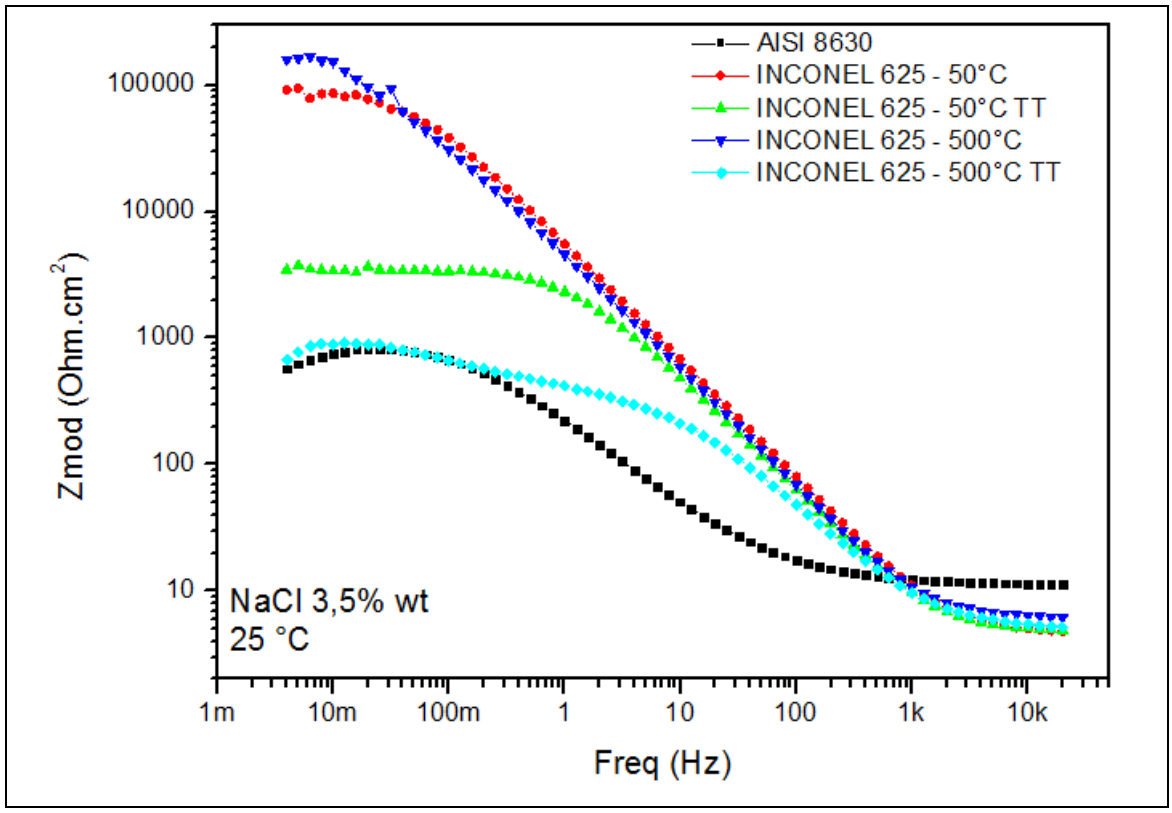


Figura 43: Diagrama de Bode de módulo (impedância *versus* frequência).

O diagrama de Bode impedância *versus* frequência mostra que, em baixas frequências, temos os resultados já consolidados nos outros gráficos. As amostras sem tratamento térmico pós-soldagem tiveram os melhores resultados, uma maior resistência à corrosão. Enquanto as amostras com substrato AISI 8630 e Inconel 625, com pré-aquecimento a 500°C e tratamento térmico pós-soldagem, tiveram os piores resultados. Já em alta frequência, os resultados das amostras de Inconel 625 foram bem próximos, apenas a amostra com o substrato de AISI 8630 teve o resultado um pouco superior.

4.4 Discussões dos ensaios de corrosão

O comportamento dos corpos de prova no ensaio de corrosão foi bem distinto. Os corpos de prova submetidos ao tratamento térmico pós-soldagem foram extremamente inferiores em relação aos corpos de prova sem esse tratamento térmico. O corpo de prova de Inconel 625, com pré-aquecimento a 500°C e tratamento térmico pós-soldagem, teve um comportamento similar ao do AISI 8630, um aço carbono baixa liga.

Podemos perceber através dos gráficos, (Figura 38 à Figura 43) que o corpo de prova de Inconel 625, com pré-aquecimento a 50°C e tratamento térmico pós-soldagem, registrou o potencial de corrosão e a intensidade de corrente de corrosão bem inferiores aos das amostras de Inconel 625 sem tratamento térmico pós-soldagem. Na curva de polarização, percebemos que esses resultados ficam aproximadamente no meio do gráfico entre os valores registrados pelo corpo de prova do substrato e os valores registrados pelos corpos de prova sem tratamento térmico pós-soldagem. No diagrama de Nyquist, os resultados do substrato e das amostras de Inconel 625 submetidas ao tratamento térmico de pós-soldagem são extremamente menores aos das outras amostras, sendo bem difícil a visualização das curvas, como pode ser percebido na Figura 41. Para que essas curvas pudessem ser vistas e melhor avaliadas, o gráfico da Figura 41 teve a escala limitada resultando na Figura 40, sendo assim possível uma melhor análise. Nos diagramas de Bode, tanto no de ângulo quanto no de módulo, esse resultado só é confirmado.

ROYSE [19] realizou um estudo de corrosão em uma liga de cobalto, a Ultimet, que revestia um substrato de aço carbono. Nesse estudo, ela avaliou a diluição do substrato em função da corrente de soldagem e percebeu uma maior diluição com maiores amperagens. Porém, no ensaio de corrosão não foi influenciado por esses fatores, isso pode ter ocorrido, pois a avaliação foi feita apenas na superfície [19]. Na presente dissertação, foi realizado um corte no revestimento da amostra, conforme Figura 27, para uma melhor avaliação e uma melhor análise da influência da diluição do substrato no revestimento.

GUO et al. [82] fizeram um estudo sobre o efeito da temperatura de tratamento térmico pós-soldagem no Inconel 625 revestidos através da soldagem TIG pulsada (*PTIG - Pulsed Tungsten Inert Gas*) , porém, eles utilizaram um substrato de AISI 4140. O estudo comparou as amostras submetidas às temperaturas de 650°C, 750°C, 850°C e 950°C durante 2 horas para tratamento térmico pós-soldagem. Esse estudo afirma que o tratamento térmico pós-soldagem, embora não tenha alterado consideravelmente a microestrutura, afetou de maneira bem significativa as propriedades anticorrosivas do Inconel 625. Os corpos de prova tiveram uma diminuição da resistência à transferência de carga à corrosão com o aumento da temperatura de tratamento térmico pós-soldagem, a exceção foi o corpo de prova submetido à temperatura de 950°C. O corpo de prova submetido à temperatura de 950°C obteve a maior resistência à transferência de carga, maior até do que o corpo de prova em condição de soldagem. GUO et al. [82] complementam informando que,

durante o processo de tratamentos térmicos, a alta temperatura aumenta a formação da fase precipitada e também prejudica a resistência à corrosão. Este fenômeno de precipitação ocorre devido à difusão dendrítica do núcleo para interdendrítica do cromo, nióbio e molibdênio. [82]

BAN et al. [83] realizaram um estudo também levando em consideração o tratamento térmico pós-soldagem no Inconel 625, mas eles utilizaram a soldagem GMAW (*Gas Metal Arc Welding*) e o substrato ASTM A333 Gr6. Esse estudo também comparou as amostras submetidas às temperaturas de 650°C, 750°C, 850°C e 950°C, mas, nesse caso, o tempo de tratamento térmico foi de 24 horas. Diferente de GUO et al. [82], BAN et al. [83] confirmam que não houve mudança significativa entre as amostras estudadas, porém, assim como GUO et al. relataram a amostra submetida ao tratamento térmico de pós-soldagem a 850°C, foi a amostra com os resultados mais baixos. [83]

Embora GUO et al [82] e BAN et al. [83] tenham divergido em relação às propriedades de resistência a corrosão, eles concordaram na microestrutura formada. As amostras com tratamento térmico a 650°C caracterizaram uma microestrutura dendrítica e com fases secundárias ao longo da área interdendrítica. As amostras a 750°C encontraram a fase γ (gama) na região interdendrítica, nas amostras a 850°C, a fase δ (delta) foi observada com mais facilidade, assim como compostos intermetálicos com uma grande quantidade de nióbio e molibdênio, ambos na região interdendrítica. Nas amostras tratadas termicamente a 950°C, a fase δ (delta) foi dissolvida, assim como uma grande parte dos carbonetos de nióbio e molibdênio [82,83].

Os estudos realizados nesta dissertação, assim como GUO et al. [82], encontraram uma diferença considerável entre as amostras com tratamento térmico pós-soldagem e as sem tratamento térmico. As amostras sem o tratamento térmico pós-soldagem apresentaram uma melhor característica anticorrosiva.

4.5 Resultados do ensaio de difração de raios-x e EDS

A difração de raios-x é um método muito eficaz na caracterização das fases de um material e foi utilizada para essa finalidade nesta dissertação. Para auxiliar na identificação das fases, foram aplicados também os resultados da análise por EDS (*Energy Dispersive X-ray Detector* – Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-X) feitas por Silva [43]. Essas análises puderam ser empregadas, pois foram realizadas nas mesmas amostras: a amostra pré-aquecida a 50°C e sem tratamento térmico pós-

soldagem e a amostra também pré-aquecida a 50ºC, mas esta submetida ao tratamento térmico pós-soldagem. Com os resultados das análises de linha por EDS na Figura 44 e Figura 45 foi possível determinar quais elementos químicos estão presentes nas amostras pré-aquecidas a 50ºC sem sofrer o tratamento térmico pós-soldagem.

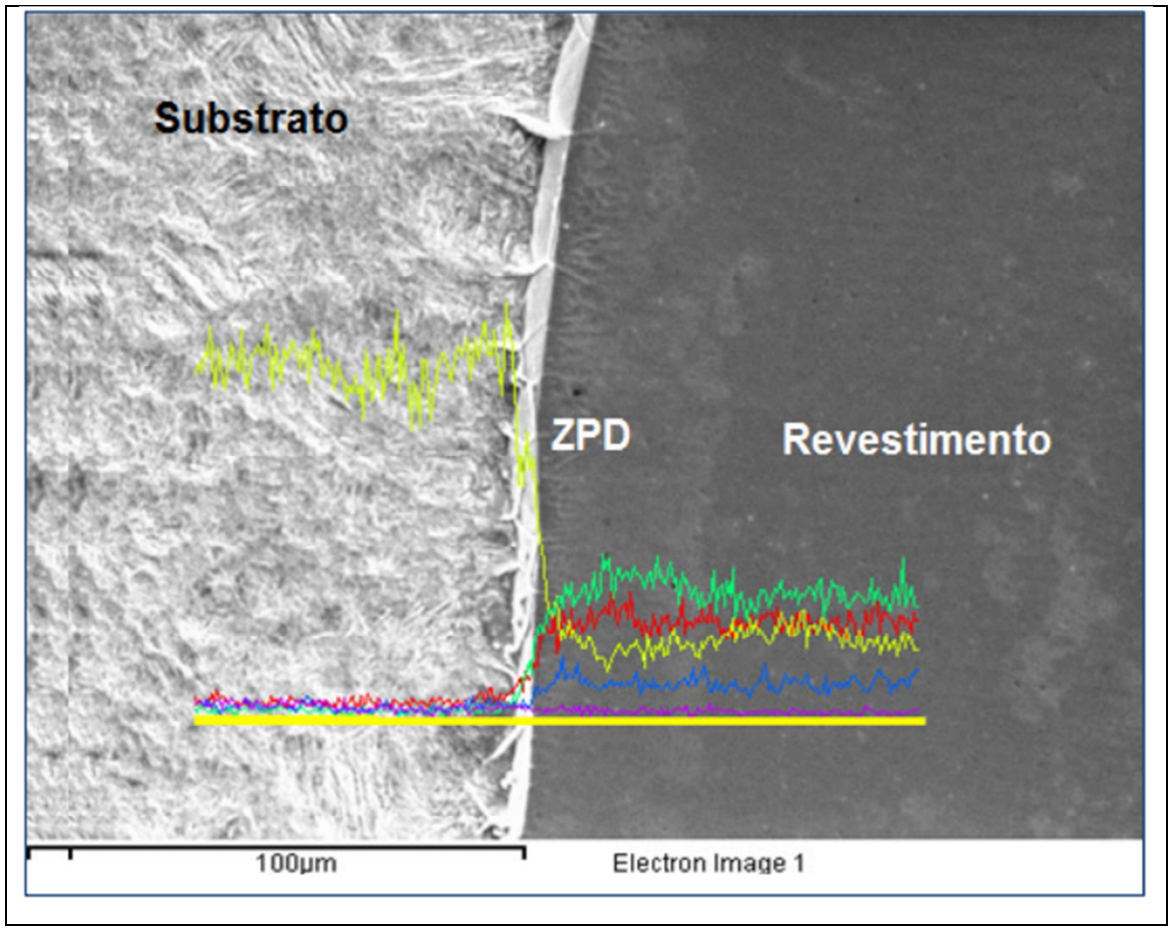


Figura 44: Amostra de 50°C sem tratamento térmico pós-soldagem - interface substrato e revestimento com análise por EDS através de análise de linha [43].

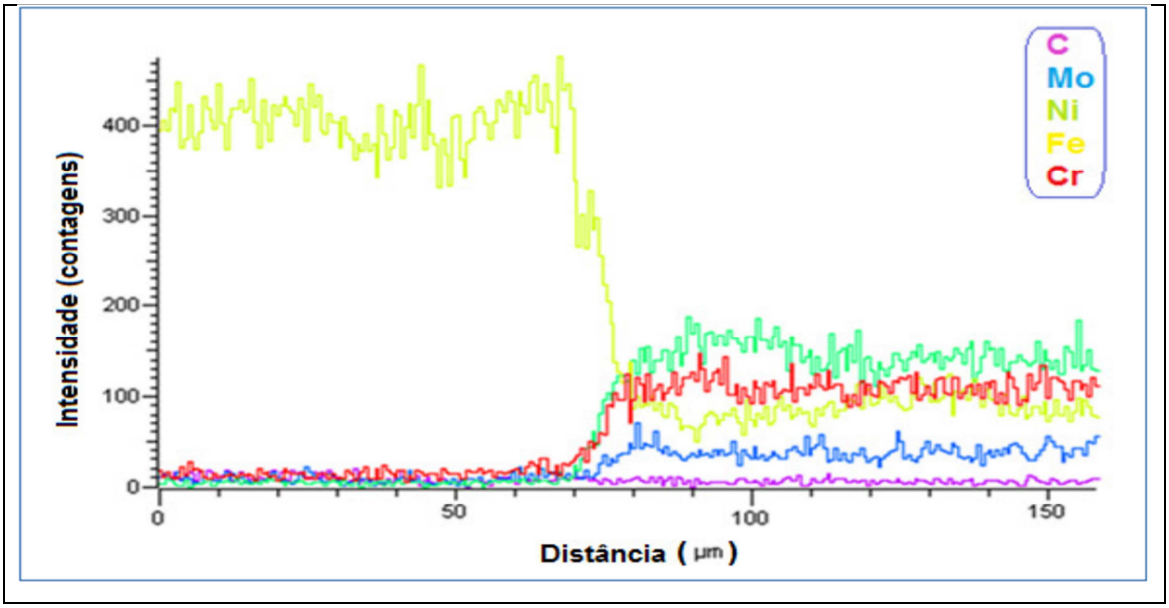


Figura 45: Análise de linha por EDS da amostra de 50°C sem tratamento térmico pós-soldagem - interface substrato e revestimento [43].

Já com os resultados da Figura 46 e Figura 47, foi possível determinar quais elementos químicos estão presentes nas amostras pré-aquecidas a 50ºC submetidas ao o tratamento térmico pós-soldagem.

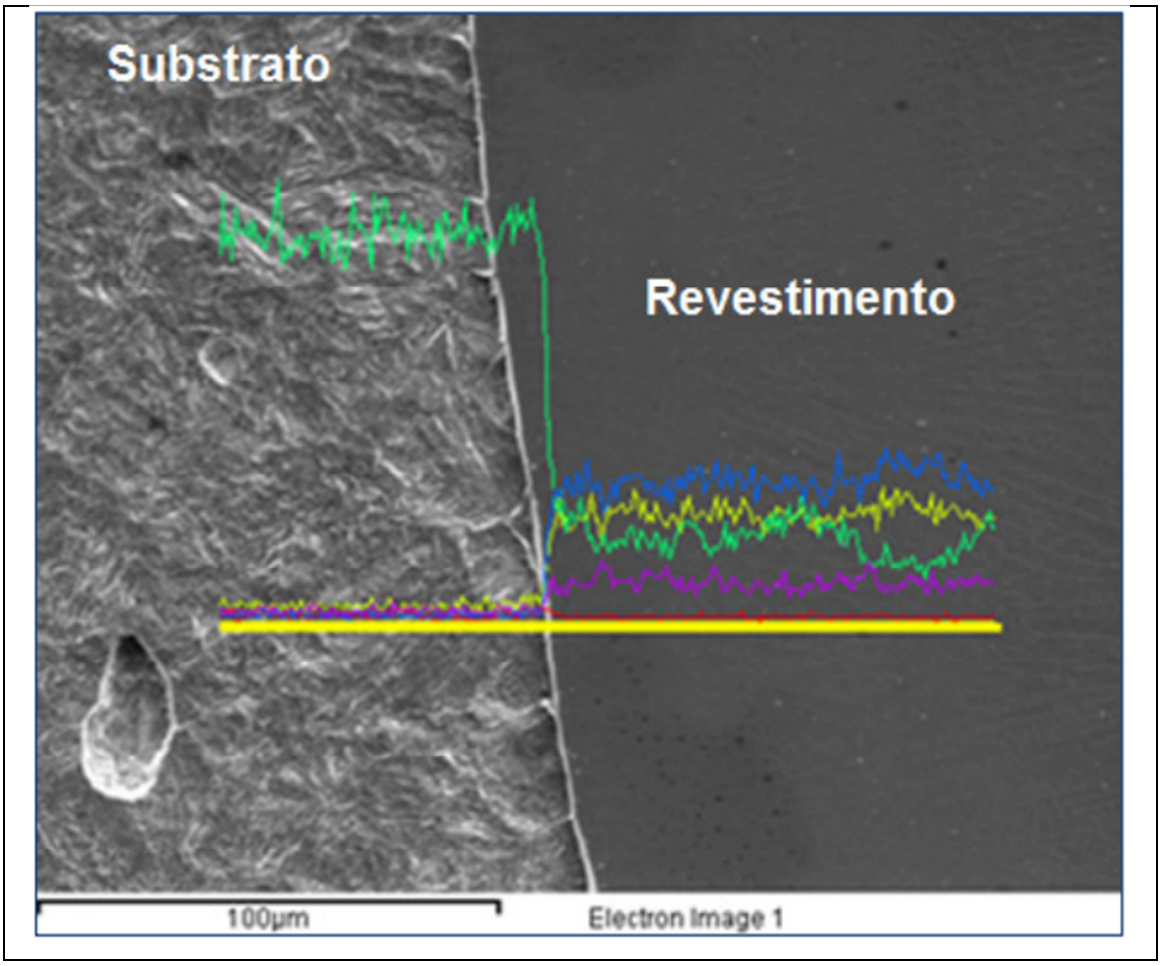


Figura 46: Amostra de 50°C com tratamento térmico pós-soldagem - interface substrato e revestimento com análise por EDS através de análise de linha [43].

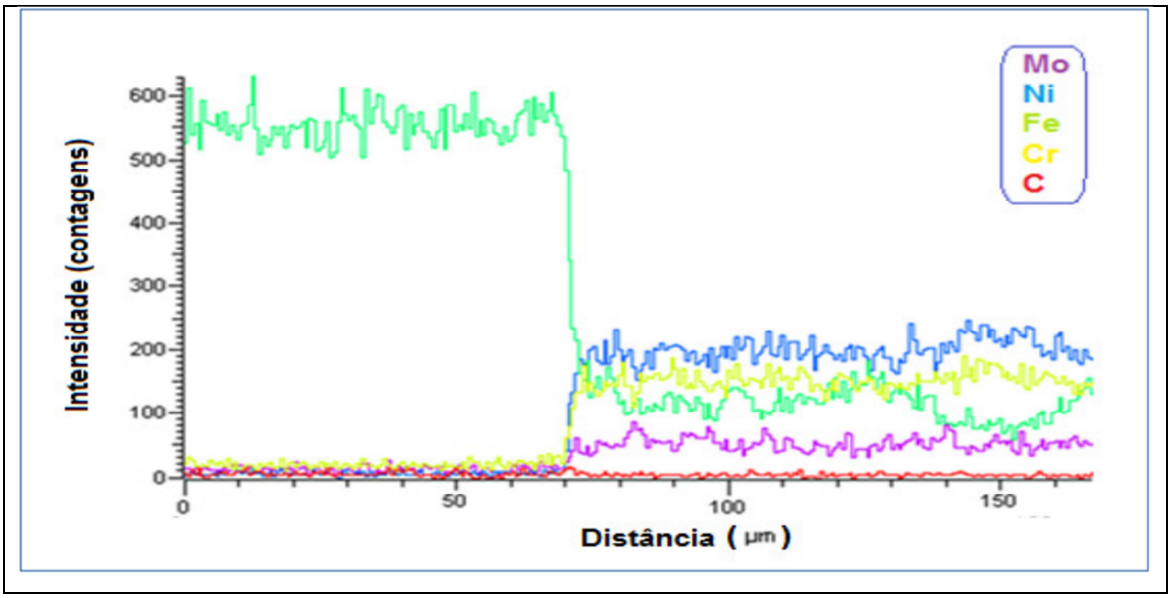


Figura 47: Análise de linha por EDS da amostra de 50°C com tratamento térmico pós-soldagem - interface substrato e revestimento [43].

Após essa análise dos ensaios de EDS, os difratogramas gerados a partir da difração de raios-X foram estudados. As fases, então, foram identificadas através do software TOPAS. As Figura 48, Figura 49 e Figura 50 estão representando os difratogramas da amostra pré-aquecida a 50°C sem tratamento térmico pós-soldagem. Nelas, o difratograma azul representa a amostra, ou seja, o difratograma experimental. Já o difratograma vermelho, representa o ajustado, ou seja, os difratogramas catalogados, obtidos através do banco de dados ICSD. O difratograma experimental possuía picos bem definidos, condições necessárias para o ajuste dos difratogramas já catalogados no banco de dados.

Nesse estudo da primeira amostra, foi possível identificar duas fases: a fase austenítica e a fase σ (sigma) caracterizada pela fórmula FeCrMoNi, conforme Tabela 5.

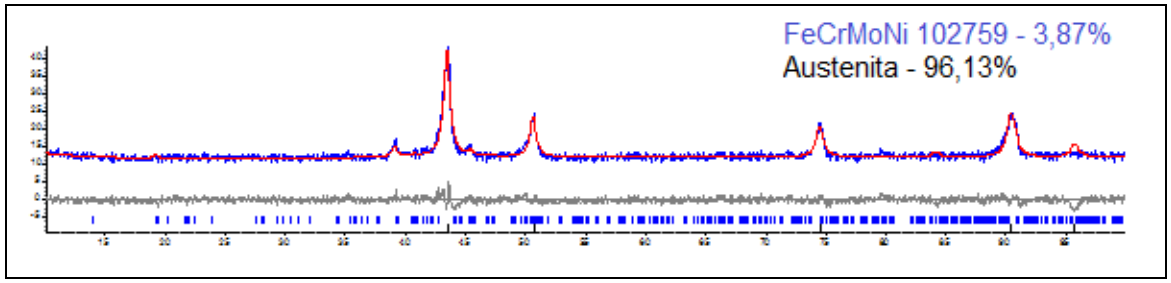


Figura 48: Difratograma da amostra de 50°C sem tratamento térmico pós-soldagem - revestimento geral.

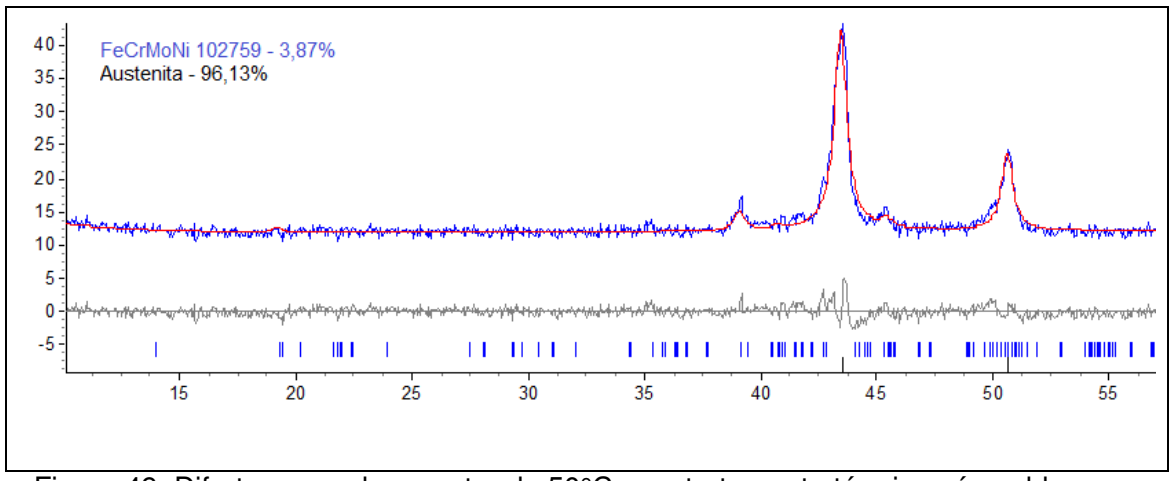


Figura 49: Difratograma da amostra de 50°C sem tratamento térmico pós-soldagem - revestimento detalhe até 55 (2θ).

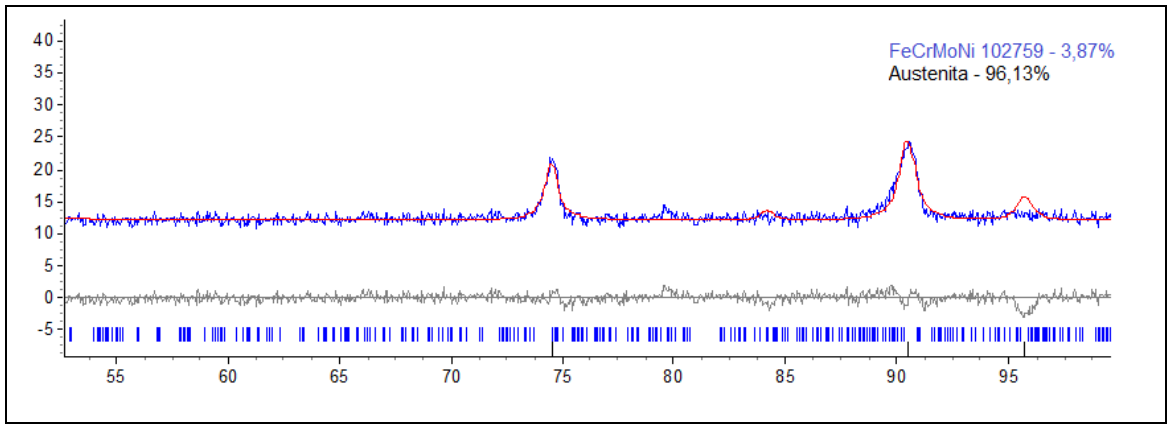


Figura 50: Difratograma da amostra de 50°C sem tratamento térmico pós-soldagem - revestimento detalhe a partir de 55 (2θ).

Já a amostra pré-aquecida a de 50°C com tratamento térmico pós-soldagem, está representada nos difratogramas de Figura 51, Figura 52 e Figura 53. Assim como na amostra anterior, o difratograma azul representa a amostra, o difratograma experimental, enquanto o difratograma vermelho representa o ajustado, os difratogramas catalogados, obtidos através do banco de dados ICSD. O difratograma experimental dessa amostra também possuía picos bem definidos.

Na análise dessa amostra, assim como a primeira, foi possível identificar duas fases: a fase austenítica e a fase σ (sigma), caracterizada pelo FeCrMoNi.

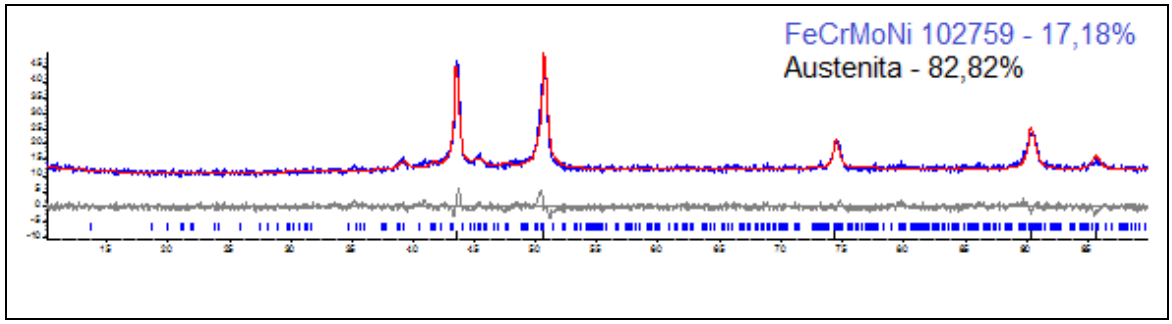


Figura 51: Difratograma da amostra de 50°C com tratamento térmico pós-soldagem - revestimento geral.

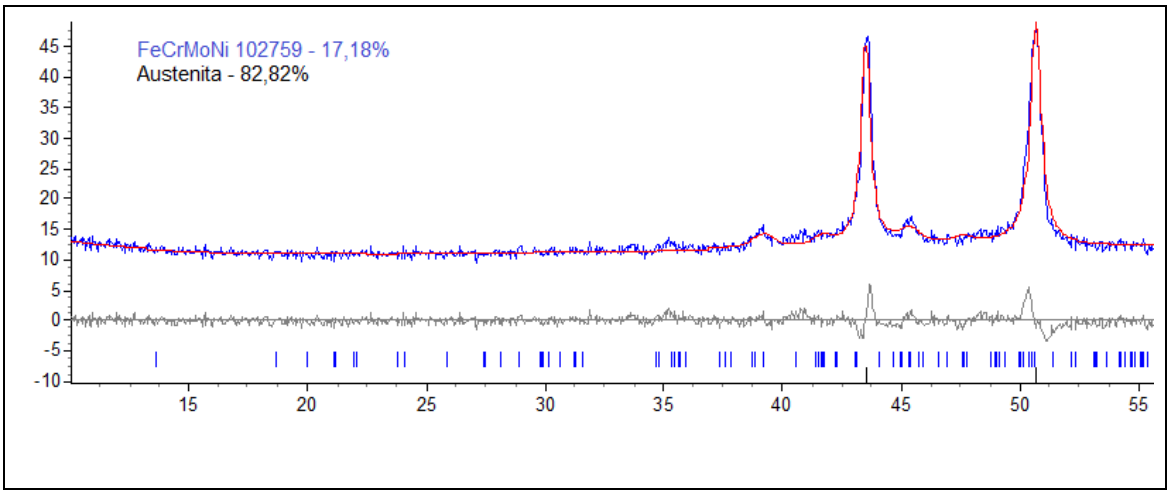


Figura 52: Difratograma da amostra de 50°C com tratamento térmico pós-soldagem - revestimento detalhe até 55 (2θ).

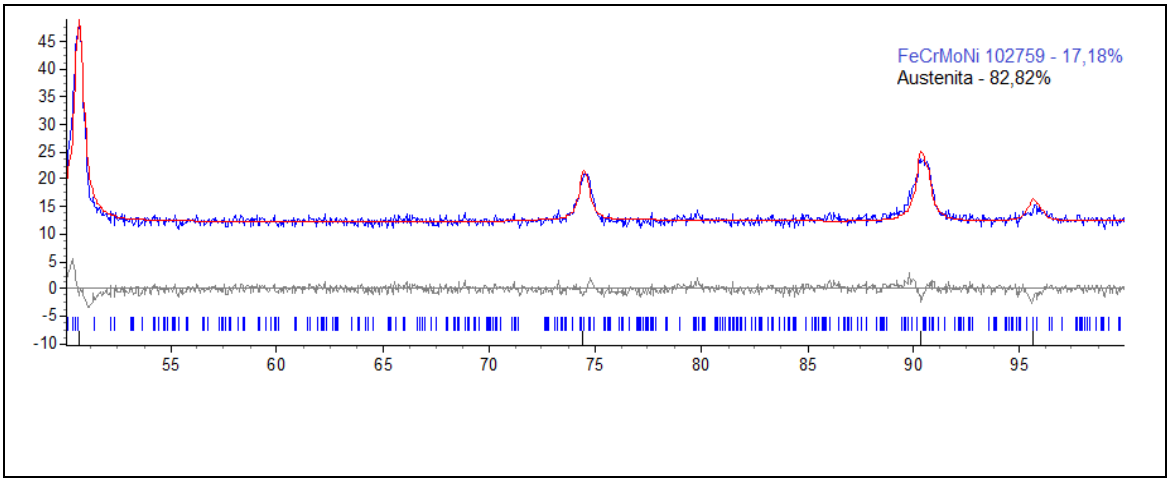


Figura 53: Difratograma da amostra de 50°C com tratamento térmico pós-soldagem - revestimento detalhe a partir de 55 (2θ).

As duas amostras foram submetidas à mesma condição de soldagem, por isso, ambas obtiveram as mesmas fases. Na Tabela 15, são demonstrados os valores percentuais e as fases identificadas nas amostras.

Tabela 15: Percentuais das fases identificadas nas amostras submetidas ao ensaio de difração de raios-x.

Amostra\Fase	Austenítica	σ (Sigma)
50°C s/ TT	96,13%	3,87%
50°C c/ TT	82,82%	17,18%

O percentual da fase σ (Sigma) é bem superior na amostra submetida ao tratamento térmico de pós-soldagem, uma quantidade 4 vezes maior que a amostra que não foi submetida a esse tratamento térmico.

4.6 Discussões do ensaio de difração de raios-x

Os corpos de prova submetidos à difração de raios-x tiveram as mesmas fases, mas com percentuais bem diferentes: a fase austenítica e a fase σ (sigma). Com o resultado da difração de raios-x, podemos perceber que a amostra submetida ao tratamento térmico de pós-soldagem tem uma maior tendência à fratura de maneira frágil, devido a uma maior quantidade de fase σ (sigma). Como a fase sigma é uma fase intermetálica composta por FeCrMoNi, podemos concluir que quanto maior a quantidade dela, maior a quantidade de substrato diluído e, consequentemente, maior quantidade de ferro no revestimento.

ANTOSZCZYSZN [46] fez um estudo, para identificação de fases através da difração de raios-x, também utilizando a superliga de níquel Inconel 625, porém, ele utilizou como substrato os aços API 5L X70 e o AISI 316L. Ambos os substratos têm em sua composição uma grande quantidade de ferro, assim como o substrato utilizado nesta dissertação, o AISI 8630. Diferente da soldagem TIG/GTAW pulsado utilizado para revestir no estudo desta dissertação, ANTOSZCZYSZN utilizou o plasma com arco transferido (PTA) para revestir as amostras com substrato de API 5L X70 e o AISI 316L. Em todas as condições estudadas por ANTOSZCZYSZN, houve a formação da fase ɣ (gama) níquel, de carbonetos como $Cr_{23}C_6$ (Carboneto de Cromo), MoC (Carboneto de Molibdênio) e NbC (Carboneto de Nióbio), além da formação de uma solução sólida oriunda do substrato, em sua maioria de ferro, substituindo a fase ɣ (gama).

XU et al. [84] realizaram um estudo sobre o Inconel 625, revestindo um substrato de aço baixo carbono depositado pelo processo de deposição de arco de plasma pulsado (Pulsed Plasma Arc Deposition – PPAD). XU et al. identificaram através do MEV, EDS e MET as fases Laves, δ (delta) e a formação de carbonetos do tipo MC (NbC e TiC). Eles também explicaram que a fase Laves reduz a ductilidade à tração, a resistência à fratura e a fadiga.

Um outro estudo realizado por XU et al. [85], utilizando a difração de raios-X e o EDS, também identificou a presença da fase ɣ (gama) níquel, fase ɣ' (gama primária), fase ɣ'' (gama primária dupla) e a fase Laves. Assim como

ANTOSZCZYSZN, XU et al. revestiram o substrato de AISI 316L com o Inconel 625 utilizando o cladeamento a laser. Algumas fases intermetálicas também foram detectadas como: Fe_3Ni_2, $Nb_{0,1}Ni_{0,9}$ e Fe-C. XU et al., e também confirmam que a interação do ferro e do níquel são principalmente na área entre o metal de solda e do substrato. Essa região de contato entre o revestimento e o substrato tem essa tendência, devido à fusão do substrato, que possui uma grande quantidade de ferro e do revestimento que possui uma grande quantidade de níquel.

PÉREZ [37] efetuou um estudo também utilizando o Inconel 625, onde esta superliga de níquel reveste um tubo de aço baixa liga, o ASTM A213 T9. Esse revestimento foi realizado a soldagem TIG/GTAW, mesmo processo utilizado nesta dissertação. PÉREZ utilizou para a identificação o EBSD e a difração de raios-X e encontrou a presença das fases ɣ (gama) níquel, $Cr_{23}C_6$, Fe_2Ti, Fe_2Mo, NbC e a provável presença das fases δ (delta), Laves e Cr_7C_3.

Todos esses autores encontraram fase ɣ (gama) níquel, que se trata da principal fase do Inconel 625, a matriz ɣ (gama), assim como o estudo realizado nesta dissertação. Além disso, todos também encontraram a presença de fases com ferro na sua composição. A fase Laves apresentou um percentual significativo nos experimentos, essa fase é comumente encontrada em superligas de ferro-níquel. Porém, pôde ser encontrada em superligas de Inconel 625 apresentadas anteriormente, isso se deve ao substrato ser rico em ferro. No estudo desta dissertação, a fase Laves não foi identificada, porém a fase σ (sigma), que também possui o ferro, se mostrou presente. A presença do ferro no revestimento de superliga de níquel não é desejada, pois a presença desse elemento reduz à resistência a corrosão [43].

CAPÍTULO 5 – CONCLUSÃO

Nesta dissertação foi realizada a avaliação da resistência à corrosão do revestimento de superliga de níquel (Inconel 625). Juntamente com essa avaliação, foi realizado o ensaio microdureza Vickers. A avaliação de corrosão foi feita com base no resultado do ensaio de corrosão juntamente com o ensaio de difração de raios-x

Essas avaliações levaram em consideração diferentes temperaturas de pré-aquecimento das amostras e também o tratamento térmico pós-soldagem, sendo as amostras avaliadas antes e depois desse tratamento.

O ensaio de microdureza Vickers realizado nas amostras mostrou que a temperatura de pré-aquecimento não influencia significativamente na dureza dos materiais, tanto o substrato quanto o revestimento e a ZTA. Porém, quando as amostras sem tratamento térmico pós-soldagem são comparadas com as amostras submetidas ao tratamento térmico pós-soldagem, é visível a redução da dureza na ZTA. Para efeitos de dureza, o tratamento térmico de pós-soldagem é essencial para reduzir a dureza, diminuindo a fragilidade da região.

O ensaio de corrosão foi feito no revestimento de Inconel 625 utilizando o potencial de circuito aberto (OCP) e a espectroscopia de impedância eletroquímica. Os resultados não mostraram diferenças significativas nas amostras com diferentes temperaturas de pré-aquecimento sem tratamento térmico pós-soldagem, mas apresentaram um excelente resultado em relação a resistência à corrosão. As amostras com tratamento térmico pós-soldagem tiveram um resultado bem inferior. A amostra com o pré-aquecimento a 500°C e com tratamento térmico pós-soldagem teve o pior desempenho, valores próximos ao da amostra somente com o substrato.

O ensaio de difração de raios-X foi realizado para caracterizar as fases no revestimento de Inconel 625 e, com isso, poder entender e avaliar melhor a corrosão. A amostra sem tratamento térmico pós-soldagem teve uma porcentagem muito menor de fase σ (sigma) que a amostra com tratamento térmico. A fase σ (sigma) possui em sua composição o ferro, elemento indesejável, pois reduz a resistência à corrosão do revestimento.

Com o ensaio de corrosão e a difração de raios-x, podemos concluir que o aumento da fase σ (sigma) pode ter ocorrido devido ao tratamento térmico de pós-soldagem, já que as amostras analisadas foram submetidas ao cladeamento com os mesmos parâmetros. Com o aumento dessa fase, a resistência à corrosão foi

consideravelmente prejudicada. Logo, para efeitos de resistência à corrosão, o tratamento térmico de pós-soldagem pode ter sido um fator prejudicial para o revestimento, reduzindo sua resistência à corrosão.

CAPÍTULO 6 – SUGESTÃO PARA FUTUROS TRABALHOS

Analisar a resistência à corrosão da superliga de Inconel 625 submetida a pressões equivalentes a pressão submarina de pré-sal.

Avaliar a resistência à corrosão do revestimento da superliga de Inconel 625 soldada com o mesmo substrato, utilizando processos de soldagem distintos.

Estimar o tempo de fadiga e a tensão relacionada ao processo de corrosão, simulando as condições de operação da superliga de Inconel 625.

Avaliar novamente as propriedades do revestimento da superliga de Inconel 625, mas alterando as condições do tratamento térmico pós-soldagem.

Estudar as fases e precipitados através de EBSD e MET.

CAPÍTULO 7 – REFERENCIA BIBLIOGRAFICA

[1] **Pré-Sal.** Disponível em: <http://www.petrobras.com.br/pt/nossas-atividades/areas-de-atuacao/exploracao-e-producao-de-petroleo-e-gas/pre-sal/> Acesso em 05 de outubro de 2016.

[2] **67% das grandes empresas pretendem fazer investimentos em 2017, diz CNI.** Disponível em: <http://g1.globo.com/economia/noticia/67-das-grandes-empresas-pretendem-fazer-investimentos-em-2017-diz-pesquisa.ghtml> Acesso em 15 de janeiro de 2017

[3] GENTIL, Vicente. **Corrosão.** 2.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1982.

[4] ÁVILLA, S.; CASAIS, D.; KIPERSTOK, A.; **Controle de corrosão em equipamentos da indústria, uma proposta de integração entre a Academia e a Indústria.** 14 a 18 de maio de 2012, INTERCORR 2012, Salvador, BA, 2012

[5] SILVA, Matheus Zegatti e. **Estudo da influência do desgaste na falha prematura de componentes de linhas de ancoragem.** 2016. Dissertação (Mestrado em Ciências Mecânicas) - Universidade de Brasília, Brasília, 2016.

[6] Leite, R., Marques, P. V., **Estudo comparativo da resistência ao desgaste abrasivo do revestimento de duas ligas metálicas utilizadas na indústria, aplicadas por soldagem com arames tubulares.** V COBEF - Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação; 2009; Belo Horizonte, MG; 2009

[7] ROBERGE, Pierre R. **Handbook of corrosion engineering.** 2nd ed. New York: McGraw-Hill, c2012.

[8] **MÓDULO 10: CORROSÃO FUNDAMENTOS.** Disponível em: <http://sulgas.usuarios.rdc.puc-rio.br/Corrosao_Fundamentos.pdf> Acesso em 10 de outubro de 2016

[9] VAN VLACK, Lawrence H. **Princípios de ciência dos materiais.** São Paulo: E. Blucher, 1970. 427 p., il. ISBN 9788521201212 (broch.).

[10] **Os Metais: Origem e Principais Processos de Obtenção.** Disponível em: <http://web.ccead.puc-rio.br/condigital/mvsl/Sala%20de%20Leitura/conteudos/SL_os_metais.pdf> Acesso em 10 de outubro de 2016

[11] **Análise de falhas por corrosão em materiais e revestimentos metálicos.** Disponível em <http://www.ipt.br/solucoes/224-

analise_de_falhas_por_corrosao_em_materiais_e_revestimentos_metalicos.htm> Acesso em 10 de dezembro de 2017

[12] Zhang, Z.; Yu, T.; Kovacevic, R.; **"Erosion and corrosion resistance of laser cladded AISI 420 stainless steel reinforced with VC"**, Applied Surface Science 410 (2017) 225–240

[13] LANDOLT, D.; **"Corrosion and surface chemistry of metals."**Itália, EPFL Press, 2007.

[14] ASM INTERNATIONAL; **"Introduction to the Fundamentals of corrosion. In: Corrosion: Fundamentals, Testing and Protection"**, v.13A, ASM Handbook, ASM International, 2003.

[15] ARAUJO, Anne Aguiar de. **Gerenciamento de falhas por corrosão em dutos.** 2012. Dissertação (mestrado) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Mecânica, 2012.

[16] **Fundamentos da corrosão,** Disponivel em: <http://www.gea.ufpr.br/arquivos/lea/material/Apostila%20Corrosao.pdf> Acesso em 10 de outubro de 2016

[17] CHENG,C.; KLINKENBERG, L.; ISE,Y.; ZHAO, J.; TADA, E.; NISHIKATA, A.; **"Pitting corrosion of sensitised type 304 stainless steel under wet–dry cycling condition"**, Corrosion Science 118 (2017) 217–226

[18] GUPTA, R.; BHARDWAJ, V.; AGRAWAL, D.; KUMAR, M.j; UPADHYAY, B.; SANKAR, P.; GANESH, P.; KAUL, R.; OAK, S.; KUKREJA, L.; **"Study on Laser-Assisted Rejuvenation of Inter-Granular Corrosion Damaged Type 304 Stainless Steel"**, Lasers Manuf. Mater. Process. (2015) 2:135–147

[19] ROYSE, Fernanda de Souza. **Estudo das propriedades mecânicas e microestruturais de revestimento de liga de cobalto utilizando o processo de soldagem TIG.** Dissertação de mestrado. CEFET/RJ, 2010

[20] BAN, S.; Shin, Y., Lee, S. R.; Lee, H. **"Corrosion Resistance of Inconel 625 Overlay Welded Inside Pipes as a Function of Heat Treatment Temperature"** Int. J. Electrochem. Sci., 11 (2016) 7764 – 7774

[21] Nickel Institute; **Nickel Plating Handbook**, p. 80, Nickel Institute, North Carolina, (2013)

[22] **Passividade.** Disponível em: <http://www.ufrgs.br/lapec/wa_files/passividade.pdf> Acesso em 13 de novembro de 2016

[23] **Mercado Mundial.** Disponível em <http://www.icz.org.br/portaldoniquel/mercado-mundo.php> Acesso em 10 de dezembro de 2017.

[24] **Níquel – Laboratório virtual de Química.** Disponível em: <http://www2.fc.unesp.br/lvq/LVQ_tabela/028_niquel.html> Acesso em 13 de novembro de 2016

[25] **Níquel.** Disponível em :<http://www.vale.com/brasil/PT/business/mining/nickel/Paginas/default.aspx> acesso em 15 de novembro de 2016

[26] Monell, Ambrose inventor; Monell, Ambrose, cessionário. **Manufacture of nickel - copper alloys.** United States patent US811239 A. 1906 Jan 30.

[27] **Inconel Heat Treatment.** Disponível em: <http://www.superheatfgh.com/heat-treatment/metals/inconel/> Acesso em 17 de janeiro de 2017

[28] **Banco Central do Brasil: Moedas.** Disponível em: <http://www.bcb.gov.br/pt-br/#!/n/MOEDASBC> Acesso em 17 de janeiro de 2017

[29] **Jefferson Nickel (Five-Cent Coin).** Disponível em: <https://www.usmint.gov/coins/coin-medal-programs/circulating-coins/nickel> Acesso em 17 de janeiro de 2017

[30] ABIOYE, T. E. **"Laser deposition of Inconel 625/tungsten carbide composite coatings by powder and wire feedstock."** PhD thesis, University of Nottingham. 2014.

[31] Sims, C.T., Stollof, N. S., Hagel, W.C.; **"The Superalloys."** First ed. 1987, New York: A Wiley-Interscience Publication. 27-131

[32] Reed, R.C.; **"The superalloys Fundamentals and Apllications."** 2006, Cambridge, UK: Cambridge University Press.

[33] Mishra, A. K., & Caron, J. L. **Corrosion Study of Welds and Heat-Affected Zones of Wrought Nickel-Based Alloys.**(2016, June 14). NACE International.

[34] **Metalografia das Ligas e Superligas de Níquel.** Disponível em <http://pmt.usp.br/pmt3402/material/ligas_Ni.pdf> Acesso em 22 de janeiro de 2017

[35] Abioye, T. E.; McCartney, D. G.; Clare, A.T.; **Laser cladding of Inconel 625 wire for corrosion protection.** Journal of Materials Processing Technology [J], 2015, 217(2): 232

[36] EISELSTEIN H. L.; TILLACK, D. J.; **Superalloys 718, 625 and Various Derivatives.** The Minerals, Metals & Materials Society, 1991

[37] Pérez, G. J. A.; **"Caracterização das fases presentes em depósito de Níquel ER-NiCrMo-3 em tubos de aço de 9Cr 1Mo usados em fornos de refinaria de petróleo"**, Dissertação de Mestrado. UFC, 2005

[38] **INCONEL® alloy 625.** Disponível em: <http://www.specialmetals.com/assets/smc/documents/alloys/inconel/inconel-alloy-625.pdf> Acesso em 17 de janeiro de 2017

[39] AZARMI, F.; YAN, M.; GELLING, V. J.; **Corrosion Behavior of Air Plasma Sprayed Alloy 625 on Nickel Foam Substrate**(2011, March 13-17). NACE Corrosion 2011 Conference and Expo, Houston, TX, USA, 2011

[40] RODRIGUES, M. A.; HASSUI, A.; **Análise dos desgastes de ferramentas de metal duro revestidas no fresamento da liga a base de níquel - inconel 625 - depositada em forma de revestimento metálico.** IV COBEF - Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação; 2007; Águas de São Pedro, SP; 2007

[41] Dinda, G.P., Dasgupta, A.K., Mazumder, J.; **"Laser aided direct metal deposition of Inconel 625 superalloy: Microstructural evolution and thermal stability."** Materials Science and Engineering: A, 2009. 509(1-2): p. 98-104.

[42] Paul, C.P., Ganesh, P., Mishra, S. K., Bhargava, P., Negi, J., Nath, A. K.; **"Investigating laser rapid manufacturing for Inconel-625 components."** Optics & Laser Technology, 2007.39(4): p. 800-805.

[43] SILVA, Marco Vinicius Soares da; **Avaliação da liga NiCrMo-3 soldada em AISI 8630 com alteração da temperatura de soldagem.** Dissertação de mestrado. CEFET/RJ, 2016

[44] SANDES, S. S.; **Efeito do procedimento de soldagem nas propriedades de revestimentos metálicos de liga de níquel Inconel 625 pelo processo eletroescória.** Dissertação de mestrado. CEFET/RJ, 2016

[45] CALLISTER, William D.; RETHWISCH, David G.; **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução.** 8.ed. Rio de Janeiro: LTC, 2012.

[46] ANTOSZCZYSZYN, T. J.; **REVESTIMENTOS DE LIGA DE NÍQUEL INCONEL 625 POR PLASMA COM ARCO TRANSFERIDO (PTA) SOBRE AÇOS API 5L X70 E AISI 316L.** Dissertação de mestrado. UFPR, 2014

[47] SUNDARAMAN, M., KUMAR, L., PRASAD, G. E., MUKHOPADHYAY, P., BANERJEE, S. **"Precipitation of an Intermetallic Phase With Pt2Mo-Type**

Structure in Alloy 625" Metallurgical and Materials Transactions A Vol 30A, January, (1999) 41-52.

[48] SHANKAR, V.; RAO, K. B. S.; MANNAN S.L.; **"Microstructures and mechanical properties of Inconel 625 superalloy"**, Journal of Nuclear Materials, 288 (2001) 222-232.

[49] Silva, Y. C., **Envelhecimento térmico de metais de solda dissimilares da liga AWS ER NiCrMo-14 (Inconel 686).** Dissertação de mestrado. UFC, 2015

[50] CHEN, H.; DU, Y.; XU, H.; LIU, Y.; **Experimental investigation of the Nb-Ni phase diagram,** Journal of Materials Science 40 (2005) 6019–6022

[51] REED, R.C., **The Physical Metallurgy of Nickel and Its Alloys, The Superalloys**, Fundamentals and Applications, Cambridge University Press, Cambridge, 2006, p 33–120

[52] Longlong, G.; Hualin, Z.; Shaohu, L.; Yueqin, L.; Xiaodong, X.; Chunyu, F.; **Formation Quality Optimization and Corrosion Performance of Inconel 625 Weld Overlay Using Hot Wire Pulsed TIG.** Rare Metal Materials and Engineering, 2016, 45(9): 2219-2226.

[53] Xu, F. J.;Lv, Y. H.;Xu, B. S.; Liu, Y. X.; Shu, F. Y.; He, P.; **Effect of deposition strategy on the microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy fabricated by pulsed plasma arc deposition.** Materials & Design [J], 2013, 45(2): 446

[54] Paul, C. P.; Ganesh P.; Mishra, S. K.; Bhargava, P.; Negi, J.; Nath, A. K.; **Investigating laser rapid manufacturing for Inconel-625 components.** Optics & Laser Technology [J], 2007, 39(4): 800

[55] 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**" Tese de doutorado. UFC, 2014

[56] Shankar, V.; Rao, K. B. S.; Mannan, S. L.; **"Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy"** Journal of Nuclear Materials 288 (2001) 222-232, India, 2001

[57] OLIVEIRA, E. M., **"Comportamento microestrutural da liga INCONEL 718 em aplicações por soldagem TIG"** Dissertação de mestrado. CEFET/RJ, 2011

[58] ANTONOV, S.; HUO, J.; FENG, Q.;ISHEIM, D.; SEIDMAN, D. N.; HELMINK, R. C.; SUN, E.; and TIN, S.; **σ and η Phase Formation in Advanced Polycrystalline Ni-base Superalloys,** Materials Science & Engineering A. 2017, 687(17): 232–240

[59] TAN, L.; ZHANG, Y.; JIA, J.; HAN, S.; **Precipitation of μ Phase in Nickel-based Powder Metallurgy Superalloy FGH97.** Journal of Iron and Steel Research, International. 2016, 23(8): 851-856

[60] VEIGA, F. L.; FARIA,M. I. S. T.; COELHO, G. C.; **Superliga Inconel-718: Caracterização microestrutural e validação da base de dados termodinâmicos,** Cadernos UniFOA v.7, n.2 (Esp.) (2012)

[61] SILVA, C. C.; AFONSO, C. R. M.; RAMIREZ, A. J.; MOTTA, M. F.; MIRANDA, H. C.; FARIAS, J. P.; **"Aspectos Metalúrgicos de Revestimentos Dissimilares com a Superliga à Base de Níquel Inconel 625"** Soldag. Insp. São Paulo, Vol.17, Nº. 3, p.251-263, Jul/Set 2012

[62] **Técnicas para avaliação da corrosão.** Disponível em <http://sulgas.usuarios.rdc.puc-rio.br/CorrolsaoEnsaios.pdf> Acesso em 21 de janeiro de 2017

[63] WOLYNEC, S.; **Técnicas eletroquímicas em corrosão.** 1. ed. São Paulo, SP: Editora da Universidade de São Paulo - EDUSP, 2003. v. 1.

[64] WEI, Y.; HSUEH, K. F.; JANG; G. W.; **"Monitoring the chemical polymerization of aniline by open-circuit-potential measurements,"** Polymer, vol. 35, no. 16, pp. 3572–3575, 1994.

[65] MELO, R. L.; "**Eletrodeposição, caracterização e estudos de corrosão de camadas de Ni-Mo-P**", Dissertação de mestrado. UFC, 2009

[66] Carneiro, M. R. D.; "**Aspectos de resistência à corrosão de ligas de níquel-cromo e cobalto-cromo obtidas pelo processo de aspersão térmica por arco elétrico**", Dissertação de mestrado. CEFET/RJ, 2016

[67] SILVA, A. G. S. G.; **"Estudo do comportamento eletroquímico do nióbio/óxido sob carregamentos e descarregamento de hidrogênio"**, Dissertação de mestrado, UFPR, Curitiba, Paraná, Brasil, 2007

[68] Silva, Amanda Luzia da.; **"Caracterização mineralógica por difração de raios x e determinação de terras raras por ICP-MS de rochas da região sul da Bahia"** Dissertação de mestrado, UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil, 2013

[69] **CAPITULO 5 - ALGUMAS TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS.** Disponível em: <http://www.foz.unioeste.br/~lamat/downmateriais/materiaiscap5.pdf> Acesso em 11 de dezembro de 2017

[70] **AULA TEÓRICA DE DIFRAÇÃO DE RAIOS – X.** Disponível em: <https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/3831264/mod_resource/content/1/Apostila%20Difratometria%20de%20Raios%20X_DRX.pdf> Acesso em 11 de dezembro de 2017

[71] CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. **Elements of X-Ray Diffraction**, 3 ed, Upper Saddle River: Prentice Hall, 2001.

[72] **Difração de raios-X.** Disponível em: <http://sites.usp.br/lmim/wp-content/uploads/sites/65/2016/06/difracao-de-rx.pdf> Acesso em 13 de fevereiro de 2017

[73] MARQUES, P. V., MODENESI, P. J. e BRACARENSE, A. Q. Soldagem - Fundamentos e Tecnologia. Belo Horizonte: Ed. UFMG, 2007. 2 ed. 263p.

[74] **PROCESSO TIG – PARÂMETROS.** Disponível em: <http://www.infosolda.com.br/biblioteca-digital/livros-senai/processos/169-processo-tig-parametros.html> Acesso em 18 de janeiro de 2017

[75] SOUZA, Sérgio Augusto de. **Ensaios mecânicos de materiais metálicos:** fundamentos teóricos e práticos. 5.ed. São Paulo: E. Blucher, c1982.

[76] **Dureza Vickers.** Disponível em: <http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/EngMec_NOTURNO/TM336/durezavickerspdf.pdf>

[77] TARASOV, L. P.; Thibault, N. W., **Determination of Knoop hardness numbers independent of load**: Transactions ASM, 38 (1947) 331-353

[78] LYSASHT, V. E.; DE BELLIS, A. Hardness Testing Handbook, Wilson Instrument Division, American Chain and Cable Co., Reading, PA, 1969

[79] MOORE, I. J.; TAYLOR, J. I.; TRACY, M. W.; BURKE, M. G.; PALMIERE, E. J.; **Grain coarsening behavior of solution annealed Alloy 625 between 600–800°C,** Materials Science & Engineering A 682 (2017) 402–409

[80] COSTA, E. C.; **Caracterização do aço SAE 8630 modificado e amanteigado com Inconel 625 pelo processo de soldagem MIG**, Dissertação de mestrado, UFPB, João Pessoa, PB, Brasil, 2013.

[81] National Association of Corrosion Engineers. **ANSI/NACE MR0175/ISO 15156:** Materials for use in H2S-containing environments in oil and gas production. Houston, TX, EUA, 2015.

[82] GUO, L.; ZHENG, H.; LIU, S.; LI, Y.; FENG, C.; XU, X.; **Effect of heat treatment temperatures on microstructure and corrosion properties of Inconel 625 weld overlay deposited by PTIG**, Int. J. Electrochem. Sci., 11 (2016) 5507 – 5519

[83] BAN, S.; SHIN, Y.; LEE, S. R.; LEE, H.; **Corrosion Resistance of Inconel 625 Overlay Welded Inside Pipes as a Function of Heat Treatment Temperature** Int. J. Electrochem. Sci., 11 (2016) 7764 – 7774

[84] XU, F.; LV, Y.; LIU, Y.; SHU, F.; HE, P.; XU, B.; **Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Inconel 625 Alloy during Pulsed Plasma Arc Deposition Process**, J. Mater. Sci. Technol., 2013, 29(5), 480-488

[85] XU, X.; MI, G.; CHEN, L.; XIONG, L.; JIANG, P.; SHOA, X.; WANG, C.; **Research on microstructures and properties of Inconel 625 coatings obtained by laser cladding with wire**, Journal of Alloys and Compounds, 715 (2017) 362-373